

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ**  
**Чернігівський державний технологічний університет**  
**Кафедра зварювального виробництва**

## **МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**

**до виконання лабораторних робіт з дисципліни**  
**“Зварювання неметалевих матеріалів”**  
**для студентів спеціальності 8.092301**  
**“Технологія та устаткування зварювання”**

Затверджено на засіданні  
кафедри зварювального виробництва  
Протокол № 4 від 22.12.2008 року

**Чернігів ЧДТУ 2009**

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни “Зварювання неметалевих матеріалів” для студентів спеціальності 8.092301 “Технологія та устаткування зварювання” / Укл. Олексієнко С.В. – Чернігів: ЧДТУ, 2009. – 32 с.

Укладач: Олексієнко Сергій Владиславович, кандидат технічних наук,  
доцент

Відповідальний за випуск: Харченко Геннадій Костянтинович, доктор  
технічних наук, професор, завідувач кафедри  
зварювального виробництва

Рецензент: Новомлинець Олег Олександрович, кандидат технічних наук,  
доцент кафедри зварювального виробництва Чернігівського  
державного технологічного університету

## ЗМІСТ

ПЕРЕДМОВА.....	4
1 Лабораторна робота №1. Термодинамічний аналіз процесів взаємодії матеріалів в твердій фазі.....	5
2 Лабораторна робота №2. Обробка поверхні скла перед зварюванням.....	9
3 Лабораторна робота №3. Обробка поверхонь металу перед зварюванням..	15
4 Лабораторна робота №4. Дифузійне зварювання в вакуумі металу зі склом.....	21
5 Лабораторна робота №5. Зварювання в твердій фазі монокристалічного кремнію з боросилікатним склом.....	27

## ПЕРЕДМОВА

Розвиток та вдосконалення та сучасного приладобудування, електронної авіаційної та інших галузей промисловості неможливо уявити без використання нових конструкційних матеріалів на основі кераміки, ситалів, кварцу, сапфіру, феритів та інших неметалевих матеріалів. Ці матеріали створені на основі оксидів різноманітних елементів і володіють унікальними фізико-хімічними властивостями. Їх часто використовують в сполученні з іншими матеріалами, із них виготовляють елементи простої конфігурації, які в подальшому за допомогою зварювання з'єднують в складні конструкції.

Способи зварювання плавленням, як правило, непридатні для з'єднання металів з неметалевими матеріалами внаслідок природної несумісності. Існує думка, що при дифузійному зварюванні перед початком процесу необхідно видаляти оксидні плівки із зони з'єднання. Така концепція вірна лише при з'єднанні металевих матеріалів, а при з'єднанні металів з неметалевими матеріалами потрібно враховувати, що більшу частину відомих металів та сплавів вдається з'єднати з керамічними матеріалами в результаті взаємодії оксидів, спеціально вирощених на металі, з оксидними системами керамічних матеріалів. Це питання є основним при розробці технології з'єднання металів з неметалевими матеріалами.

Лабораторні роботи мають характер наукових досліджень з попереднім теоретичним обґрунтуванням. Постановка завдань лабораторних робіт та можливість при їх виконанні вибору предмету досліджень, матеріалів, методів та обладнання допомагає більш глибокому засвоєнню теоретичного матеріалу, розвитку аналітичних здібностей та є однією із форм залучення студентів магістратури до науково-дослідної роботи.

## Лабораторна робота №1

# ТЕРМОДИНАМІЧНИЙ АНАЛІЗ ПРОЦЕСІВ ВЗАЄМОДІЇ МАТЕРІАЛІВ В ТВЕРДІЙ ФАЗІ

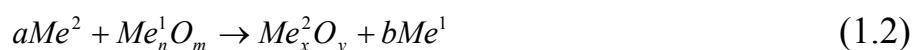
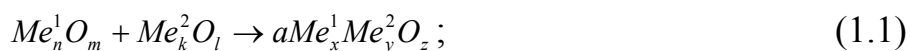
**Мета роботи** – вивчення та набуття навиків проведення термодинамічних розрахунків.

### 1.1 Інформація для самостійної підготовки

Вивчення явищ, які виникають в зоні з'єднання металів зі склом показало, що в основі взаємодії лежить теорія топохімічних реакцій, що протікають на активних центрах. Процес взаємодії включає три етапи. На першому етапі відбувається зближення з'єднувальних поверхонь за рахунок зовнішнього тиску в результаті пластичної деформації однієї або обох деталей, що з'єднуються, до утворення фізичних сил взаємодії, обумовлених силами Ван-дер-Ваальса, тобто утворення фізичного контакту.

На другому етапі відбувається активація поверхонь, наслідком якої є утворення активних центрів і перехід атомів (іонів) із стану фізичної адсорбції в стан хімічної адсорбції. З утворенням активних центрів починається заключний етап взаємодії, в результаті якого розвиваються процеси дифузії, котрі в свою чергу надають розвитку з'єднання об'ємний характер. Топохімічна реакція на заключній стадії проходить не тільки по фронту взаємодії, але і по тілу зерна. При цьому дифузійні процеси є головними, оскільки тільки вони забезпечують перенос речовини через продукти взаємодії в зоні реакції. Трьохстадійний процес взаємодії може розвиватись дискретно, тобто в окремих зонах одна стадія може випереджати іншу або ж незалежно розвиватись в декількох осередках одночасно.

При з'єднанні металів з неметалевими матеріалами на базі оксидів слід враховувати вид топохімічної реакції потрібно враховувати вид топохімічної реакції. При взаємодії металу з оксидами в умовах дифузійного зварювання найбільш вірогідними можуть бути дві топохімічні реакції: приєднання і заміщення:



При з'єднанні матеріалів по реакції (1.1) утворюється подвійний оксид. В такому випадку метал, що підлягає окислюванню, як правило, попередньо окисляють, і взаємодіють вже оксиди, які знаходяться на поверхні металу та неметалу. На деякій відстані встановлюється рівновага сил (сил Ван-дер-Ваальса), що відповідає утворенню фізичного контакту, тобто між оксидами металу та неметалу можлива слаба хімічна взаємодія.

Для того, щоб могла відбутись сильна хімічна взаємодія, яка відповідає, наприклад, рівнянню (1.1), необхідно, щоб комплекси  $Me^1-O$  та  $Me^2-O$  отримали відповідну енергію активації. Якщо при цьому активація контактуючих груп збіглася за часом, то з'являється вірогідність перерозподілу

валентних зв'язків зі створенням нових стійких електронних конфігурацій, що відповідають утворенню нового комплексу типу  $Me_x^1 Me_y^2 O_z$ . У цьому випадку взаємодія закінчується синтезом нового з'єднання, утворення якого повинне бути термодинамічно розв'язно, тобто енергія утворення нового комплексу (вільна енергія Гіббса) повинна бути менше нуля.

З'єднання металу з оксидом по реакції (1.2) відбувається також через проміжну стадію, що відповідає фізичній адсорбції. Для подальшої взаємодії атомам металу  $Me^2$  і молекулам  $Me^1 O_m$  необхідно надати додаткову енергію. У цьому випадку енергія активації буде близька по величині енергії десорбції. Тривалість активованого стану часток повинна бути достатньою для того, щоб контактуючі частки також прийшли в активований стан. Внаслідок ослаблення валентних зв'язків раніше стійкого кисневого комплексу з'являється можливість утворення нового кисневого з'єднання, наприклад,  $Me_x^2 O_y$ . Іон металу, який мав раніше загальні колективні електрони з киснем добудовує свою оболонку до утворення нейтрального атома.

Для активації хімічного комплексу  $Me-O$  необхідні витрати енергії. Ця енергія відповідає енергії хімічного зв'язку нейтральної молекули оксиду. Для переведення оксиду в активований стан необхідно затратити енергію активації десорбції того або іншого оксиду, тобто надана системі надлишкова енергія витрачається на перерозподіл електронної щільності в комплексі  $Me-O$ , що фізично виражається в ослабленні зв'язків між атомами металу й кисню. Далі виходить, що якщо розрив зв'язків двох індивідуальних комплексів  $Me^1-O$  та  $Me^2-O$  на кожній поверхні, що з'єднується, відбудеться синхронно або час перебування в активованому стані буде перекриватися, то між двома металами й киснем при термодинамічній можливості розв'язання процесу виникне нова стійка електронна конфігурація, типова для топохімічних реакцій приєднання або заміщення.

На цьому процес утворення міцних зв'язків завершується.

Термодинамічний аналіз процесів взаємодії в умовах дифузійного зварювання дуже важливий при визначенні можливості протікання тієї чи іншої реакції.

Перевага термодинамічних розрахунків полягає в тому, що можна розрахувати тепловий баланс, використовуючи довідкові дані, а потім визначити можливість протікання того чи іншого процесу. Тепловміст, теплота реакції та вільна енергія Гіббса є основними термодинамічними функціями, необхідними для оцінки теплового балансу хімічних реакцій. Вільна енергія Гіббса є термодинамічною функцією, яка дозволяє оцінювати можливість протікання хімічних реакцій при даних умовах.

У загальному випадку реакцію взаємодії можна записати як



Зміна енергії Гіббса  $\Delta G_T$  (зміна ізобарно-ізотермічного потенціалу) по методу, приведеному в [1], позначається як  $\Delta Z_0$  і визначається по формулі

$$\Delta Z_0 = -4,575 \lg K_p, \quad (1.4)$$

де  $K_p$  – константа рівноваги реакції:

$$\lg K_p = \frac{\Delta M}{T} + \Delta N, \quad (1.5)$$

де  $T$  – абсолютна температура, К;

$$\Delta M = -aM_A - bM_B + cM_C + dM_D;$$

$$\Delta N = -aN_A - bN_B + cN_C + dN_D;$$

де  $M, N$  – коефіцієнти, які вибираються з таблиць додатку [1]; для елементів, що знаходяться в стандартному стані коефіцієнти рівні нулю.

Від’ємне значення енергії Гіббса свідчить про можливість протікання цієї реакції при даних умовах, позитивне ж значення свідчить про неможливість взаємодії в даних умовах. По величині енергії Гіббса різноманітних оксидів можна судити про їх термодинамічну стійкість, а також оцінити спорідненість металів, наприклад, до кисню.

Оксиди є основними компонентами різноманітних склоподібних та керамічних матеріалів. За критерій оцінки стійкості оксиду можна взяти абсолютну величину вільної енергії, тобто, чим більше її значення, тим стійкіший оксид. Найбільш стійкими оксидами є ті, котрі мають максимальну величину вільної енергії. Вони, як правило, складають основу вогнетривів. Введення в скло таких оксидів, як  $Na_2O$ ,  $K_2O$ ,  $PbO$ , знижують температуру розм’якшення, тобто зменшують термостійкість системи.

Аналіз взаємодії металів з керамічними матеріалами показує, що механізм зв’язку більшості матеріалів здійснюється шляхом кисневих з’єднань, як правило, нижчої валентності, через які і здійснюється перехід від металевої решітки до оксидних структур кераміки. Порівняння енергії Гіббса оксидів металу при енергетичних умовах, близьких до процесу взаємодії в умовах дифузійного зварювання, дозволяє вибрати найбільш оптимальну пару для створення міцного з’єднання, а термодинамічні розрахунки дозволяють оцінити можливість протікання реакції взаємодії.

## 1.2 Порядок виконання роботи

1.2.1 Отримати завдання (пара матеріалів, які входять в конструкцію зварного вузла).

1.2.2 Провести огляд літературних даних та визначити спосіб отримання нероз’ємного з’єднання із заданої пари матеріалів, визначити температурний інтервал, при якому отримують зварне з’єднання.

1.2.3 Встановити хімічний склад матеріалів.

1.2.4 Провести термодинамічні розрахунки та визначити найбільш вірогідний механізм утворення зварного з’єднання (вид реакції взаємодії).

1.2.5 Провести аналіз отриманих результатів та зробити висновки

### **1.3 Зміст звіту**

- 1.3.1 Назва роботи і її мета.
- 1.3.2 Необхідні теоретичні дані.
- 1.3.3 Порядок виконання роботи.
- 1.3.4 Експериментальні результати.
- 1.3.5 Аналіз отриманих результатів і висновки по роботі.

### **1.4 Питання для самоконтролю**

- 1.4.1 Стадії утворення зварного з'єднання при дифузійному зварюванні металу зі склом.
- 1.4.2 Види топохімічних реакцій взаємодії.
- 1.4.3 Поняття вільної енергії.
- 1.4.4 Сутність термодинамічних розрахунків.

### **Рекомендована література**

1. Владимиров Л.П. Термодинамические расчеты равновесия металлургических реакций. – М.: Металлургия, 1970. – 528 с.
2. Казаков Н.Ф. Диффузионная сварка материалов. Изд. 2-е, перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 1976. – 312 с.
3. Казаков Н.Ф. Диффузионная сварка материалов: Справочник. – М.: Машиностроение, 1981. – 271 с.
4. Бачин В.А. Диффузионная сварка стекла и керамики с металлами. – М.: Машиностроение, 1986. – 184 с.
5. Бачин В.А., Квасницкий В.Ф., Котельников Д.И., Новиков В.Г., Полушкин Г.П. Теория, технология и оборудование диффузионной сварки: Учебник для вузов по специальности “Оборудование и технология диффузионного соединения металлических и неметаллических материалов”. – М.: Машиностроение, 1991. – 352 с.
6. Любимов М.Л. Спаи металла со стеклом. – М.: Энергия, 1968. – 280 с.
7. Прецизионные сплавы. Справочник. Под ред. Б.В. Молотилова. – М.: Металлургия, 1974. – 448 с.



## Лабораторна робота №2

### ОБРОБКА ПОВЕРХНІ СКЛА ПЕРЕД ЗВАРЮВАННЯМ

**Мета роботи** – вивчити методики механічної та хімічної обробки скла та оцінити якість проведеної підготовки скляних поверхонь.

#### 2.1 Інформація для самостійної підготовки

Кераміка, скло, напівпровідники та інші неметалеві матеріали широко використовуються в багатьох галузях сучасної науки та техніки. Поряд з отриманням нових неметалевих матеріалів зі спеціальними властивостями часто виникає проблема створення нероз'ємних з'єднань їх з металами. В електронній, авіаційній, приладобудівній, космічній, електротехнічній та інших галузях вирішуються чисельні проблеми, пов'язані з розробкою та виготовленням різноманітних металокерамічних та склометалевих вузлів для досягнення самих різноманітних цілей та задач.

В першу чергу вирішується питання захисту термостійкими та теплостійкими неметалевими матеріалами металевих вузлів та деталей, що піддаються дії теплових, механічних та інших впливів, крім того, створення приборів та пристроїв нового покоління вимагає від вузлів та деталей сполучення специфічних властивостей, притаманних неметалевим та металевим матеріалам.

Найважливішими характеристиками стекел всіх класів є: термічне розширення, безпосередньо пов'язана з ним термостійкість, характер залежності в'язкості від температури. Температурне розширення характеризується коефіцієнтом термічного розширення  $\alpha$  ( $KTP$ )

$KTP$  має визначальне значення для термостійкості стекел, а також для оцінки придатності окремих видів стекел до зварювання одне з одним та з різноманітними металами. Слід відмітити, що термостійкість прямо пропорційна механічній міцності скла та обернено пропорційна  $KTP$ , а також залежить від розмірів і форми деталей, дефектів у склі та величини залишкових напружень. Відповідним підбором складу різних оксидів можна досягти зміни  $KTP$  від  $5 \cdot 10^{-7} K^{-1}$  (кварцове скло) до  $100 \cdot 10^{-7} K^{-1}$  (платінітове скло).

Процесу з'єднання кварцових стекел постійно приділяється пильна увага. Перспективним технологічним процесом, що має широкі технічні можливості, є дифузійне зварювання, оскільки воно забезпечує з'єднання елементів без зміни їх форми.

Кварцовим склом називають однокомпонентне силікатне скло, яке складається практично із одного кремнезему ( $SiO_2$ ). Воно володіє комплексом виключно цінних фізико-хімічних властивостей: вогнетривкістю, термостійкістю, стійкістю до дії кислот, діелектричними та акустичними властивостями, прозорістю в широкому діапазоні ультрафіолетових, видимих, інфрачервоних хвиль та радіочастот. Ці властивості визначають широке використання виробів із кварцового скла в атомній енергетиці, хімії, оптичному та прецизійному приладобудівництві, світлотехніці, металургії та інших областях.

Кварцові стекла мають фізичні характеристики, які є стабільними в широкому діапазоні температур (табл. 2.1).

Таблиця 2.1 – Фізичні властивості кварцових стекел

Скло	Фізичні властивості					
	Температура розм'якшення, $K$	$KTP \cdot 10^7, K^{-1}$	Пористість, %	Границя міцності, $MПа$ , при		
				стиску	згині	розтягу
Оптичне:						
КВ, КУ	1443	5,5	0	650	110	60
КВ-Р, КИ	1493	5,5	0	650	110	60
Особливо чисте:						
тип I	1573	–	0	650	110	60
тип II	1373	–	0	650	110	60
Керамічне	1373–1423	5,8	5–15	300–400	40–50	20

Оптичні стекла – це однорідні прозорі не пофарбовані спеціально стекла. Кожному склу встановленого хімічного складу з відповідними оптичними властивостями присвоєна марка, яка складається із умовного позначенні типу та порядкового номера скла даного типу, наприклад, К-8 (крон-8). Основною властивістю оптичного скла, що відрізняє його від скла технічного, є висока оптична однорідність. Із оптичного скла виготовляються деталі для різноманітних приборів. Чим точніший, чутливі ший та відповідальніший прибор, тим більш високою повинна бути оптична однорідність.

Електротехнічні стекла знаходять використання головним чином в електровакуумній промисловості. Ряд електротехнічних стекел був спеціально розроблений для отримання надійних з'єднань з металами. Їхні  $KTP$  в деяких випадках близькі до  $KTP$  деяких металів та сплавів.

В електровакуумній промисловості використовуються стекла приблизно 50 марок (табл. 2.2). Вони володіють однією, характерною тільки для них, властивістю утворювати в межах певних груп надійні вакуумнощільні спаї одне з одним чи з деякими металами і сплавами.

Найбільше розповсюдження для з'єднання дифузійним зварюванням отримали стекла молібденової групи. По хімічному складу це боросилікатні стекла з високим вмістом оксидів  $SiO_2$  та  $B_2O_3$  (85–90 %) і повною відсутністю оксидів лужноземельних металів. Оксиди кремнію і бору наближають  $KTP$  молібдену і ковару, з якими добре зварюються ці стекла.

С48-1 – лужне боросилікатне скло. Його особливість – полого крива температурної залежності в'язкості в області розм'якшення, що має важливе значення при з'єднанні скла з коваром. У ковару в точці Кюрі, рівній 708  $K$ ,

різко збільшується  $KTP$ , а скло при цьому знаходиться в пластичному стані і може іти за зміною  $KTP$  ковару. В період твердіння скла його  $KTP$  і ковару близькі один до одного. Це скло утворює міцні вакуумнощільні спаї з коваром і молібденом, має високі діелектричні властивості.

Таблиця 2.2 – Фізичні властивості стекол молібденової групи та оптичних стекол, що використовуються в промисловості

Скло	Температура розм'якшення, $K$	$KTP \cdot 10^7, K^{-1}$ , при 293–573 $K$	$E, ГПа$	Тимчасовий опір, $МПа$	
				розтягу	стиску
С47-1	863	47	630	90	1090
С48-1	828	48	645	77	1080
С48-2	843	48	–	–	–
С48-3	1083	48	–	–	–
С49-1	853	49	625	30–50	–
С49-2	858	49	667	30–50	850
С49-3	788	49	–	–	–
С50-1	893	50	–	–	–
С50-2	838	50	–	–	–
ЛК-4	853	51	649	–	–
К-8	953	76	823	–	–

Поверхня скла після механічної обробки покрита сіткою мікротріщин, які суттєво знижують міцність як самого скла, так і з'єднання, виконаного по потрісканій поверхні. Тому для підвищення якості з'єднання вказаний шар треба видаляти травленням. З цією метою використовують розчин, що складається з 4 мас. ч. концентрованої плавикової кислоти, 60 мас. ч. води, 33 мас. ч. концентрованої азотної кислоти, 2 мас. ч. поверхнево-активної речовини ОП-7.

Розчин використовують при нормальній температурі. Співвідношення кислот можна змінювати. При збільшенні кількості плавикової кислоти вірогідність витравлювання скла збільшується. Після обробки розчином скло необхідно ретельно промити в проточній воді.

Плавикова кислота (10–15 %-на) є найбільш ефективним засобом, так як розчиняє оксид кремнію. При цьому всі адсорбовані поверхнею скла домішки легко видаляються.

Таким способом з поверхні скла легко видаляються графітові покриття, срібні, золоті або платинові плівки, а також покриття, що містять низько плавкі стекла та металеві плівки. В усіх цих випадках плавикова кислота проникає в пори покриття і витравлює скло, в результаті чого покриття відшаровується і змивається водою.

Коли травлення поверхні скла не допускається, слід відмовитись від використання плавикової кислоти. В цьому випадку скло необхідно прокип'ятити в 5 %-му розчині перекису водню, додати мурашину кислоту,

довести  $pH$  розчину до 11, ретельно промити в проточній, а потім в дистильованій воді та висушити в чистій атмосфері.

Розчин перекису водню, мурашиної кислоти та води можна використовувати, не боячись витравити скло.

Найкращі результати забезпечує перший спосіб очищення, так як в результаті витравлювання поверхневих шарів видаляються мікротріщини, що підвищує його міцність. Однак необхідно пам'ятати, що така обробка зменшує прозорість полірованих поверхонь оптичних стекол.

Очищення скла в тліючому розряді використовують, як правило, після хімічної обробки. Цим способом з поверхні скла видаляють останні сліди органічних домішок та вологи перед зварюванням чи нанесенням на скло металевих або оксидних покриттів термічним осадженням у вакуумі чи катодним розпиленням. В вакуумі порядку  $13,3 \text{ Па}$  створюється тліючий розряд і діє на скло протягом декількох хвилин. Після тривалої дії розряду на склі можна спостерігати тонкий шар вуглецю, що виникає внаслідок розпаду органічних речовин.

## **2.2 Обладнання та матеріали**

2.2.1 Станок для різання скла типу ЗВ642 з охолодженням зони різання проточною водою, відрізнi алмазні круги діаметром 100 мм.

2.2.2 Шліфувально-полірувальний станок.

2.2.3 Трубки зі скла марки “Пірекс” та стержні круглого перерізу зі скла марки С48-1, пластини з віконного скла.

2.2.4 Оптичний мікроскоп МИМ-7, фотоапарат.

2.2.5 Реактиви: віск, каніфоль, розчин їдкої натрію (з розрахунку 25 г натрію на 1 л дистильованої води), дистильована вода, ацетон, концентрована азотна кислота (густина 1,4), перекис водню, мурашина кислота, плавикова кислота.

2.2.6 Електроплитка з плавним регулюванням потужності.

2.2.7 Інструменти: пінцет, салфетки, термостакани, термометр.

## **2.3 Порядок виконання роботи**

Перед початком проведення робіт ознайомитись з інструкцією з техніки безпеки, з будовою і роботою обладнання, отримати завдання.

### **2.3.1 Різання скляних трубок та стержнів**

2.3.1.1 Приготування клеючо-армуючого складу із розрахунку 25 % мас. ч. каніфолі та 75 % мас. ч. воску при температурі 373 К.

2.3.1.2 Приклеювання скляних трубок та стержнів до скляної пластини з наступним охолодженням до кімнатної температури.

2.3.1.3 Приклеювання скляної пластини до металевієї пластини з наступним охолодженням до кімнатної температури.

2.3.1.4 Закріплення отриманої збірки на супорті відрізнi машини.

2.3.1.5 Різання скляних трубок та стержнів на деталі необхідних розмірів.

2.3.1.6 Очищення та просушування скляних деталей.

2.3.1.7 Контроль якості різання.

### **2.3.2 Шліфування та полірування поверхні скляних деталей**

2.3.2.1 Приклеювання скляних деталей до металевих дисків.

2.3.2.2 Шліфування водяною суспензією карбідів кремнію: діаметр часток 40 мкм; час шліфування 3-10 хв.

2.3.2.3 Шліфування водяною суспензією карбідів кремнію: діаметр часток 28 мкм; час шліфування 3-7 хв.

2.3.2.4 Шліфування водяною суспензією карбідів кремнію: діаметр часток 10 мкм; час шліфування 2-5 хв.

2.3.2.5 Полірування скляних деталей водяною суспензією оксидів заліза (поліроля) на смоляному полірувальнику. Час полірування при обертах полірувальника 80 об/хв. 45 хв. Спочатку, протягом 20 хв., використовувати густу фракцію. Далі використовувати більш рідку і остаточно проводити процес, використовуючи майже воду.

### **2.3.3 Очищення скляних деталей після операцій шліфування та полірування**

2.3.3.1 Завантаження скляних деталей у розчин їдкого натрію. Очищення в розчині лугу здійснювати при температурі 371–373 K протягом 10–15 хв. (при періодичному перемішуванні).

2.3.3.2 Промивання в гарячій та холодній дистильованій воді.

2.3.3.3 Обробка в концентрованій азотній кислоті (густина 1,4) при кімнатній температурі протягом 5–10 хв. з наступним промиванням в дистильованій воді (до 3 хв.) і просушуванням при температурі 393 K протягом 20–30 хв.

2.3.3.4 Контроль скляних деталей зовнішнім оглядом для виявлення сколів на полірованих поверхнях.

2.3.3.5 Встановити зразки на штатив мікроскопа, виявити на поверхні подряпини, зробити фотозйомку.

### **2.3.4 Травлення поверхонь скляних деталей**

2.3.4.1 Провести травлення поверхонь скляних деталей реактивами визначеного складу відповідно до отриманого завдання.

2.3.4.2 Встановити зразки на штатив мікроскопа, виявити на поверхні подряпини, зробити фотозйомку. Провести аналіз отриманих результатів та зробити висновки.

## **2.4 Зміст звіту**

2.4.1 Назва роботи і її мета.

2.4.2 Необхідні теоретичні дані.

2.4.3 Обладнання та матеріали.

2.4.4 Порядок виконання роботи.

2.4.5 Експериментальні результати.

2.4.6 Аналіз отриманих результатів і висновки по роботі.

## **2.5 Питання для самоконтролю**

2.5.1 Які завдання вирішуються при використанні в будові різноманітних приладів скляних та керамічних деталей та вузлів?

2.5.2 Основні фізико-хімічні властивості кварцових, оптичних та електротехнічних стекол.

2.5.3 Принципи вибору скла при конструюванні склометалевих вузлів.

2.5.4 Призначення та сутність видів обробки скла перед зварюванням.

## **2.6 Інструкція з техніки безпеки**

2.6.1 Всі роботи проводити з дозволу викладача.

2.6.2 Увага! В роботі використовується хімічними реактивами. Всі роботи виконувати у витяжній шафі.

2.6.3 Користуватись спецодягом, засобами захисту органів дихання та очей.

2.6.4 Знімати зразки пінцетом.

## **Рекомендована література**

1. Бачин В.А. Диффузионная сварка стекла и керамики с металлами. – М.: Машиностроение, 1986. – 184 с.
2. Бачин В.А., Квасницкий В.Ф., Котельников Д.И., Новиков В.Г., Полушкин Г.П. Теория, технология и оборудование диффузионной сварки: Учебник для вузов по специальности “Оборудование и технология диффузионного соединения металлических и неметаллических материалов”. – М.: Машиностроение, 1991. – 352 с.
3. Хоменко Н.Н., Лысенко Ю.М. Влияние полирования на поверхностные свойства стекла // Физика и химия обработки материалов. – 1992. – №3. – С. 99-104.

## **Лабораторна робота №3**

### **ОБРОБКА ПОВЕРХОНЬ МЕТАЛУ ПЕРЕД ЗВАРЮВАННЯМ**

**Мета роботи** – вивчити методики підготовки металевих поверхонь до зварювання з неметалевими матеріалами та оцінити якість проведеної підготовки.

#### **3.1 Інформація для самостійної підготовки**

Зі стеклами й керамікою дифузійним зварюванням з'єднують порівняно невелике число металів і сплавів. Це пояснюється тим, що крім експлуатаційних характеристик, наприклад корозійної стійкості, механічної міцності, вакуумної щільності, потребується одержати високонадійне склометалеве або металокерамічне з'єднання й зберегти електроізоляційні, оптичні, п'єзоелектричні або феромагнітні властивості керамічного виробу, що входить до складу вузла. Надійність з'єднань багато в чому визначається погодженістю коефіцієнтів термічного розширення деталей, що з'єднуються.

Основні вимоги, пропоновані до конструкційних металів для склометалевих і металокерамічних вузлів, наступні.

1. Коефіцієнт термічного розширення металів і сплавів повинен добре збігатися в широкому діапазоні температур з коефіцієнтом термічного розширення керамічних або скляних матеріалів. Висока термічна й механічна надійність з'єднань досягається в тому випадку, якщо неузгодженість коефіцієнта термічного розширення деталей, що зварюються, в інтервалі температур від нормальної до температури зварювання не перевищує 10 %. Варто мати на увазі, що значення коефіцієнта термічного розширення для тих самих матеріалів істотно залежить від цілого ряду факторів: коливань хімічного складу, профілю матеріалу, ступеня деформації, умов виміру, точності апаратури й ін.

2. Металеві деталі, а також різного роду прокладки повинні мати малу межу текучості, низьким модулем пружності й високими значеннями відносного подовження. Це дозволить у результаті пластичної деформації металевої деталі зменшити рівень залишкових напружень, що виникають у зоні з'єднання при охолодженні деталей після зварювання. Такі конструкційні метали, як мідь, нікель, алюміній, незважаючи на більші значення коефіцієнта термічного розширення, з успіхом застосовуються в склометалевих та металокерамічних конструкціях. При виборі металів необхідно враховувати загальне правило: чим менше домішок, тим вище пластичні властивості, тобто нижче рівень залишкових напружень.

3. Метали повинні мати гарні вакуумні властивості: бути газонепроникними при мінімальних товщинах, характеризуватися малим газовиділенням, низькою швидкістю випаровування, а їхні пари мати низьку пружність.

4. Метали повинні бути технологічними в процесі виготовлення вузла й стійкими в процесі експлуатації, тобто повинні піддаватися різним видам

механічної обробки, добре зварюватися й паятися, не втрачаючи первісних властивостей.

Аналіз вимог, пропонованих до конструкційних матеріалів, показує, що в цей час відсутні метали, які повністю задовольняли б висунутим вимогам. З великої кількості металів і сплавів у вітчизняній промисловості для з'єднання зі склом і керамікою найбільш широко використовують залізонікелеві сплави, наприклад ковар 29НК, сталь 12Х18Н10Т, а із чистих металів мідь, нікель, титан, алюміній, молібден, вольфрам (табл. 3.1)

Таблиця 3.1 – Властивості металів та сплавів, що використовуються для зварювання зі склом

Метал або сплав	Температура плавлення, $K$	$KTP \cdot 10^7, K^{-1}$ , при 293–473 $K$	$E, ГПа$	Тимчасовий опір розтягу, $МПа$
Алюміній	933	238	66–73	80–110
Мідь	1356	165	117–130	160–500
Титан	1943	82	98–117	450–1020
Залізо	1804	125	207–217	180–620
Нікель	1725	133	180–227	320–1080
Тантал	3269	65	186–190	1400–1800
Платина	2044	91	100–175	140–370
Вольфрам	3683	44	365–400	1800–4150
Молібден	2933	55	280–330	700–1000
Цирконій	2225	60	90–100	350–1200
Паладій	1825	119	112–130	140–540
Платиніт	–	60–65	–	280–380
46Н	–	77	180–227	320–1080
Ковар	1723	50	–	540
12Х18Н10Т	1698	173	190–200	560–630

**Алюміній.** Завдяки високим пластичним властивостям і високій хімічній активності алюміній знаходить широке застосування при з'єднанні дифузійним зварюванням різних стекел складного складу й чистого кварцового скла. Алюміній використовують у вигляді проміжної прокладки. Частина напружень, що виникли в з'єднаннях алюмінію зі склом, вдається зменшити в результаті релаксації напружень у металі при повільному охолодженні виробу після зварювання. Однак, як показала практика, охолодження з малою швидкістю при температурах нижче  $0,4T_{пл} Al$  є малоефективним.

Очищення алюмінію перед дифузійним зварюванням полягає в знежиренні органічними розчинниками, травленні в 10 %-ному розчині їдкою калію й освітленні поверхні в азотній кислоті. Окислювати алюміній перед зварюванням немає необхідності, оскільки він взаємодіє зі складними стеклами так само, як і з кварцовим склом, по реакції заміщення.



**Мідь.** Завдяки ряду чудових властивостей мідь широко використовують для одержання з'єднань зі склом не тільки як конструкційний матеріал, але і як проміжну прокладку. Так через мідну прокладку вдається надійно з'єднувати не тільки кварцові стекла, але й стекла складного складу, як правило, тугоплавкі.

Через дуже високий *KTP* міді не існує стекол, що погоджуються з нею по *KTP*, тому з'єднання міді зі склом можливе тільки методами неузгодженого з'єднання.

Для з'єднань придатна мідь, яка не має тенденції до водневої хвороби, що проявляється в тому, що після відпалу у водневому середовищі мідь стає надзвичайно крихкою й непридатною для з'єднання зі склом. Навіть ледь помітні ознаки водневої хвороби приводять до порушення вакуумної щільності спаїв.

З домішок особливо шкідлива дію на мідь здійснює фосфор, вміст якого звичайно обмежують 0,003 %, і кремній (припустимий вміст не більше 0,75 %). Цим вимогам відповідає мідь, яку отримують плавкою у вакуумі.

Для одержання міді із дрібнозернистою структурою її розкисляють марганцем. У такої міді розмір кристалів не перевищує 0,05 мм (без розкислювача розміри кристалів 0,1–0,15 мм). Перед зварюванням мідь обробляють у такий спосіб: занурюють на кілька секунд у розчин азотної кислоти, швидко промивають у проточній, а потім у дистильованій воді. Після цього деталі поміщають у вакуумну камеру й створюють розрідження 0,133 Па й нагрівають до 1223 К. Після п'ятихвилинної витримки здійснюють охолодження й при 573 К – впуск повітря. У результаті одержують рівномірний шар оксиду міді (1) червоних кольорів.

**Залізо і його сплави.** Основною причиною обмеженого застосування з'єднань заліза й сталі зі склом є дуже високі *KTP* заліза й сталі  $[(12,5-15,1) \cdot 10^{-6} K^{-1}]$ . Високий *KTP* заліза може бути знижений шляхом сплавлення його з нікелем, хромом і кобальтом. Сплави заліза з хромом придатні для з'єднання з м'якими стеклами, сплави заліза з нікелем – для з'єднання з м'якими стеклами з більш низьким *KTP*, а сплави заліза з нікелем і кобальтом – для зварювання з твердими стеклами.

Криві *KTP* сплавів *Fe-Ni* мають різкий злам при порівняно низьких температурах. Це пов'язане із втратою магнітних властивостей. Температуру, при якій відбувається втрата магнітних властивостей, називають точкою Кюрі. Сплави *Fe-Ni* застосовують тільки для з'єднання з м'якими стеклами, коли температура зламу близька за своїм значенням температурі трансформації скла. Для стекол, як правило, справедлива зворотна залежність. Скло з малим *KTP* має більш високу температуру трансформації й навпаки.

Важливою є та обставина, що додавання кобальту приводить до зменшення *KTP* без зсуву точки Кюрі. Так, наприклад, сплав *Fe-Ni* (46 % Ni) має *KTP*  $70 \cdot 10^{-7} K^{-1}$ , а точка Кюрі відповідає 703 К. Заміна Ni 18% Co знижує *KTP* до  $43 \cdot 10^{-7} K^{-1}$ , а точка Кюрі не зміщується. Це явище послужило основою для проведення досліджень сплавів типа ферніко, ковар і інвар, які широко

використовуються для з'єднання зі стеклами, спеціально розробленими для цих сплавів.

**Ковар (29НК)** – сплав спеціально розроблений для з'єднання зі стеклами типу С47-1, С48-1, С49-2, він добре погоджується з ними по *KTP*. У широкому температурному діапазоні цей сплав можна з успіхом застосовувати й для зварювання з оптичними стеклами, що мають  $KTP (45-50) \cdot 10^{-6} K^{-1}$ .

Особливість сплаву ковар – висока температура точки Кюрі, що майже збігається з температурою трансформації боросилікатних стекол.

Обробка ковару перед дифузійним зварюванням полягає в знежиренні, травленні й наступному окислюванні. Хімічну обробку деталей роблять безпосередньо перед окислюванням. Після хімічної обробки деталі з ковару піддають спеціальному окислюванню.

Оксидна плівка звичайно утворюється нерівномірно, у більшості випадків окислювання є структурно чутливим процесом, тобто окислювання йде вибірково по границях, а потім уже по поверхнях зерен. Швидкість окислювання залежить від розмірів зерен: чим більше розмір зерен, тим повільніше йде процес окислювання, тобто чим довші границі, що є найбільш активними в процесі окислювання, тим утвориться більша кількість оксидів. При вивченні характеру окислювання ковару встановлено, що окислювання по границях зерен відбувається більш інтенсивно, ніж по їхніх поверхнях. Хімічною обробкою можна досить повно видалити оксидні шари з металів, однак окремі зародкові утворення оксидних плівок все-таки залишаються.

Якщо ковар окисляється при температурі вище  $1223 K$  протягом 5 хв. і більше, то на його поверхні утворяться оксидні шари із пластинчастою структурою. У випадку окислювання при  $1023-1123 K$  шляхом миттєвого впуску повітря у вакуумну камеру утвориться тонка оксидна плівка, структуру якої не можна виявити навіть за допомогою електронного мікроскопа.

Очевидно, не встигає відбутися збірна рекристалізація й структура настільки дрібнозерниста, що зерна не можна розрізнити. Окремі великі кристали є вихідними оксидними утвореннями, не вилученими при хімічній обробці поверхні.

Для кращої адгезії оксидів варто уникати надлишкового полірування поверхні під зварювання. Поверхня деталей повинна мати сірі кольори, металевий блиск повинен бути повністю відсутнім. Після зварювання кольори зони з'єднання залежать від марки скла й товщини оксиду, він змінюється від ясно-сірого до коричневатого-сірого. Поява металевого блиску вказує на незадовільне окислювання, а надмірне потемніння – на надлишкове окислювання металевої поверхні.

При обробці ковару перед з'єднанням необхідно мати на увазі можливий перехід  $\gamma$ -модифікацій в  $\alpha$ -модифікацію, тому що в холодному стані при механічній обробці відбувається часткова перекристалізація. Тому перед використанням ковар необхідно піддавати досить тривалому відпалу при високій температурі. Гарні результати дає відпал в атмосфері вологого водню, коли з поверхні металу одночасно видалається вуглець, що впливає на якість з'єднання.

Досвід показує, що витримка від 15 до 30 хв. при 1200–1300 K забезпечує виконання цих умов.

Гарні результати забезпечує вакуумний відпал ковару, який можна сполучати із процесом утворення оксидних плівок на поверхні сплаву шляхом впуску повітря у вакуумну камеру при охолодженні при температурі 1023 K.

Окисляти ковар на повітрі навіть при 923 K протягом 5 хв. навряд чи доцільно, оскільки утворюються товсті, пухкі, що легко відшаровуються, оксидні шари темних кольорів.

Також звертають увагу на те, що температуру, при якій варто робити впуск повітря в камеру, треба вибирати диференційовано залежно від маси деталі. Нижня температура інтервалу 923–1123 K відповідає масивним деталям, а верхня – тонкостінним. Деталі з більшою масою охолоджуються повільніше, а тонкостінні швидше, тому навіть при меншій температурі початку окислювання встигають утворюватися оксидні шари достатньої товщини. І навпаки, якщо тонкостінні деталі окисляти при низькій температурі, то швидке їхнє охолодження не забезпечує якісного окислювання. Утворюються тонкі нерівномірні шари кольорів мінливості.

Таким чином, при з'єднанні скла зі сплавами окислювання останніх також необхідно, як і чистих металів, якщо взаємодія зі склом здійснюється по реакціях приєднання, тобто через кисневі з'єднання металів.

З огляду на, що процес окислювання сплавів носить селективний характер, для створення на поверхні необхідного оксиду варто вибирати такий режим обробки, що забезпечив би утворення на поверхні необхідного оксидного шару.

## **3.2 Обладнання та матеріали**

3.2.1 Установка вакуумного напилення УВН-2М-2.

3.2.2 Піч з електропідігрівом .

3.2.3 Циліндричні заготовки з алюмінію, міді, вуглецевої сталі, ковару, шайби зі стекол марок С48-1 та С49-3.

3.2.4 Ацетон.

3.2.5 Інструменти: пінцет, салфетки, штангенциркуль, мікрометр.

## **3.3 Порядок виконання роботи**

3.3.1 Ознайомитись з інструкцією з техніки безпеки.

3.3.2 Ознайомитись з будовою та роботою установки для вакуумного напилення.

3.3.3 Вивчити методику роботи, отримати конкретне завдання, розробити план досліджень відповідно до методик, описаних в п. 3.1.

3.3.4 Підготувати зразки металів та сплавів: протерти (3-4 рази) салфеткою, змоченою ацетоном; просушити на повітрі при кімнатній температурі.

3.3.5 Провести окислювання металів та сплавів.

3.3.6 Розмістити скляні шайби на металевих зразках. Здійснити нагрівання збірок в печі з електропідігрівом до температур, що відповідають температурам

текучості скла, здійснити ізотермічну витримку та наступне повільне охолодження.

3.3.7 Провести оцінку реакційної здатності металевої поверхні шляхом визначення крайового кута змочування.

3.3.8 Провести аналіз отриманих результатів та зробити висновки

### **3.4 Зміст звіту**

3.4.1 Назва роботи і її мета.

3.4.2 Необхідні теоретичні дані.

3.4.3 Обладнання та матеріали.

3.4.4 Порядок виконання роботи.

3.4.5 Експериментальні результати.

3.4.6 Аналіз отриманих результатів і висновки по роботі.

### **3.5 Питання для самоконтролю**

3.5.1 Основні вимоги, пропонувані до конструкційних металів для склометалевих і металокерамічних вузлів.

3.5.2 Види взаємодії металів при зварюванні зі стеклами.

3.5.3 Способи підготовки металів до зварювання зі скляними та керамічними матеріалами.

3.5.4 Фактори, що здійснюють негативний вплив на якість підготовки поверхонь металів до зварювання.

### **3.6 Інструкція з техніки безпеки**

3.6.1 Всі роботи проводити з дозволу викладача.

3.6.2 Працювати на установці для вакуумного напилення тільки під керівництвом викладача.

3.6.3 Забороняється працювати на установці при відкритих щитках.

3.6.4 Не доторкатись до різного роду струмопровідних дротів.

3.6.5 Знімати зразки пінцетом.

### **Рекомендована література**

1. Бачин В.А. Диффузионная сварка стекла и керамики с металлами. – М.: Машиностроение, 1986. – 184 с.
2. Бачин В.А., Квасницкий В.Ф., Котельников Д.И., Новиков В.Г., Полушкин Г.П. Теория, технология и оборудование диффузионной сварки: Учебник для вузов по специальности “Оборудование и технология диффузионного соединения металлических и неметаллических материалов”. – М.: Машиностроение, 1991. – 352 с.
3. Прецизионные сплавы. Справочник. Под ред. Б.В. Молотилова. – М.: Металлургия, 1974. – 448 с.

## Лабораторна робота №4

### ДИФУЗІЙНЕ ЗВАРЮВАННЯ В ВАКУУМІ МЕТАЛУ ЗІ СКЛОМ

**Мета роботи** – визначити оптимальні параметри режиму дифузійного зварювання в вакуумі скла з металом дослідним шляхом.

#### 4.1 Інформація для самостійної підготовки

Дифузійне зварювання являє собою різновидність зварювання тиском. При даному способі утворення з'єднання відбувається за рахунок взаємної дифузії атомів контактуючих поверхонь і обумовлено дією трьох основних параметрів, за якими необхідний ретельний контроль. Це температура зварювання  $T_{зв}$ , тиск зварювання  $P_{зв}$ , та час витримки  $\tau_{зв}$  при заданих температурі та тиску.

Схема процесу дифузійного зварювання в вакуумі показана на рис. 4.1.

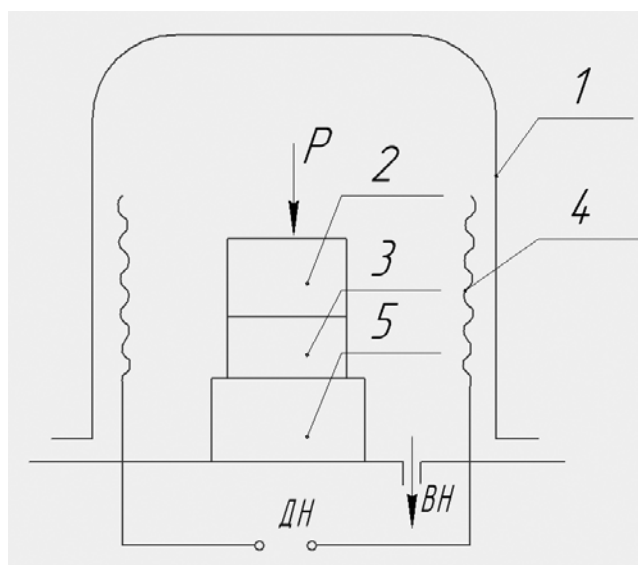


Рис. 4.1. Схема дифузійного зварювання в вакуумі:

ДН – джерело нагріву; ВН – вакуумний насос;

1 – вакуумна камера; 2, 3 – матеріали, що зварюються; 4 – нагрівач;  
5 – зварювальний стіл.

Визначальною властивістю скла є його здатність поступово й безупинно змінювати в'язкість у певному інтервалі температур. Динамічна в'язкість (внутрішнє тертя) – властивість рідин чинити опір переміщенню однієї частини рідини щодо іншої. В'язкість скла в точці трансформації дорівнює  $10^{12,3} \text{ Па}\cdot\text{с}$ . До температури трансформації скло знаходиться в крихкому стані, а вище цієї точки переходить у в'язкий стан і не руйнується ні при механічних ударах, ні при раптовому різкому збільшенні температури. Стан скла при температурі розм'якшення характеризує тугоплавкість даного скла, його в'язкість рівна  $10^{6,6} \text{ Па}\cdot\text{с}$ .

Зміна температури скла в області точки розм'якшення на  $100 \text{ K}$  приводить до зміни в'язкості приблизно на два порядки. Знання кривої в'язкості скла певної марки має велике значення для правильного ведення не тільки процесу

виробництва скла, але й для розробки технологічних режимів з'єднання стекол один з одним і з металами. Для призначення правильного режиму зварювання особливо важливо знати температуру нижньої зони відпалу, точку трансформації скла  $T_g$ , температуру 15-хвилинного відпалу й температуру розм'якшення  $T_f$  (табл. 4.1).

Таблиця 4.1 – Значення  $T_g$  та  $T_f$  для деяких промислових стекол

Скло	$T_g, K$	$T_f, K$	$(T_f - T_g), K$
Листове	823	973	150
Оптичне Ф-2	703	843	140
Пірекс	873	973	100
Кварцове	1523	1773	250

Температуру зварювання вибирають вище температури трансформації, але незначно, щоб не викликати більшу пластичну деформацію скляної деталі, і в той же час стискаюче навантаження варто передавати в той момент, коли скло переходить з крихкої області в пластичну. Після ізотермічної витримки доцільно повністю зняти стискаюче навантаження і провести додаткове нагрівання до температури 15-хвилинного відпалу, коли в'язкість скла ще достатньо низька, з метою зняття залишкових напружень. Теоретично ця температура відповідає температурі склування  $T_g$ . Для більшості стекол вища температура відпалу складає 770–870 K. Нижня температура відпалу відповідає в'язкості скла  $10^{12,3} Pa \cdot s$ . Так, при в'язкості  $10^{12,3} Pa \cdot s$  залишкові напруження знімаються протягом 15 хвилин, а при в'язкості  $10^{13,5} Pa \cdot s$  – протягом 4 годин.

Теплопровідність стекол і практично всіх керамічних матеріалів низька, тому нерівномірний нагрів (або охолодження) зварного з'єднання, металевої і скляної деталі приводить до виникнення значних механічних напружень, які знижують міцність, а, в ряді випадків, руйнують зварне з'єднання. Крім того, при нагріві або охолодженні масивних скляних деталей внаслідок низької теплопровідності зовнішні шари охолоджуються значно швидше внутрішніх, особливо тих, які знаходяться в контакті з металевими деталями. Найбільш небезпечними для скла є напруження розтягу. Якщо вони перевищують границю міцності скла, відбувається його руйнування.

У зв'язку з тим, що відпал зварного вузла суміщають з циклом зварювання, операції зварювання та відпалу взаємопов'язані. При нагріванні деталей під зварювання необхідно вибирати таку швидкість нагріву, яка не викличе розтріскування скляних заготовок. В посібниках по відпалу для розрахунку швидкості нагрівання звичайно приводять формулу

$$v_n = \frac{30}{a^2}, \quad (4.1)$$

де  $a$  – половина товщини скляної деталі.

Невеликі деталі нагрівають зі швидкістю до 120 K/год.

Прискорити процес зняття напружень може навіть незначне підвищення температури відпалу (на 20–30 K) порівняно з температурою зварювання.

Особливо це важливо для так названих довгих стекол, у яких великий інтервал між температурою відпалу і температурою початку деформації. Час витримки виробів при вищій температурі відпалу, необхідний для зменшення напружень в будівельних та побутових стеклах, розраховують по емпіричній залежності  $\tau_g = 120a^2$ , а для технічних стекол –  $\tau_g = 150a^2$ .

Знання температури розм'якшення попереджає про небезпеку перегріву скла й деформацію його під власною вагою, а знання температури нижньої зони відпалу дозволяє вибрати такий режим охолодження деталей, що зварюються, при якому в з'єднанні ще вдається за рахунок релаксації понизити залишкові напруження. Цей інтервал охолодження, у якому відбувається зняття залишкових напружень у склі, носить назву *відповідального охолодження*. Нижче цієї температури залишкові напруження в склі практично не релаксують, оскільки в'язкість скла істотно зростає.

Час повільного охолодження залежить від теплофізичних властивостей скла і розмірів скляної деталі. Його визначають із критерію Фур'є:

$$Fo = \frac{c\tau_{ox}}{\delta_{cm}^2}, \quad (4.2)$$

де  $c$  – температуропровідність скла;

$\tau_{ox}$  – час охолодження;

$\delta_{cm}$  – товщина скла.

При регулярному режимі для пластини  $Fo \geq 1$ ;  $\tau_{ox} = a^2/c$ , а для кулі  $Fo \geq 0,34$ ;  $\tau_{ox} = R^2/c$ .

Температура відпалу, підвищена на 20–30 K відносно температури зварювання, дозволяє прискорити зняття напружень в склі, що дає можливість здійснювати відповідальне охолодження зі швидкістю в 5–8 разів більше звичайної. Однак для так названих коротких стекол не можна набагато підвищувати температуру витримки, так як це може привести до деформації скляної деталі.

При охолодженні в певному інтервалі температур відпалу швидкість охолодження можна обирати в залежності від величини допустимих в готових виробах залишкових напружень. Для технічного скла, коли залишкові напруження не повинні перевищувати 5 % від руйнівних,  $v_{ox} = 0,33/a^2$ , а для тарного та інших видів невідповідального скла допустимі напруження, рівні 5–20 % від руйнівного навантаження, тому  $v_{ox} = 1,3/a^2$ .

Швидке охолодження розпочинається після охолодження деталі до нижньої температури відпалу. На цьому етапі напруження пов'язані з градієнтом температур зовнішньої та внутрішньої зон скла, вони зникнуть при вирівнюванні температури. Однак в зварних з'єднаннях цього, як правило, не відбувається, оскільки *КТР* металу і скла ніколи ідеально не співпадають.

При розробці технології дифузійного зварювання конкретних матеріалів оптимальні параметри режиму зварювання встановлюються експериментально.

Встановлена залежність початку деформування скляних зразків від температури зварювання та тиску дозволяє варіювати параметри режиму

зварювання у певній області, не переходячи границю початку пластичного деформування скла і, тим самим забезпечує незмінність геометричних розмірів скляних деталей (табл. 4.2).

Для отримання надійних зварних з'єднань скла зі склом чи з металом дуже часто використовують проміжні прокладки із металів, які є: 1) активаторами поверхонь, що зварюються, внаслідок більш високих в порівнянні з основним матеріалом пластичних характеристик; 2) компенсаторами напружень, що виникають при створенні з'єднань із матеріалів з різними *KTP*; 3) прискорювачами процесу масообміну чи хімічними активаторами; 4) буферними шарами, що запобігають утворенню небажаних фаз. Найбільш розповсюдженими проміжними матеріалами, що служать для з'єднання стекол, є алюміній та його сплави, мідь, ковар, нікель, ніобій, титан.

Таблиця 4.2 – Рекомендовані режими дифузійного зварювання стекол

Пара, що з'єднується	Матеріал прокладки	Режим зварювання		
		$T_{зв}, K$	$P_{зв}, MPa$	$\tau_{зв}, хв.$
С49-2-29НК	–	863	5	20
ЛК-4-Мо	Al-Ni	803	10	40
ЛК-4-ЛК-4	Al	773	12	40
К-8-К-8	Al	853	5	30
К-8-К-8	Ti	953	4	20

Примітка: Розрідження 0,0133 Па

Проміжні прокладки, не погоджені з основним матеріалом по *KTP*, повинні бути товщиною 0,01–0,3 мм. При збільшенні товщини прокладки метал виступає в ролі самостійного конструкційного матеріалу.

Глибина вакууму залежить від матеріалу металевої деталі чи проміжних прошарків, що використовуються при створенні з'єднання. Слід пам'ятати, що механізм взаємодії металів при дифузійному зварюванні відрізняється від механізму взаємодії стекол, коли з'єднання здійснюється через перехідні оксидні шари. Глибокий вакуум може змінити стехіометрію першопочаткових оксидів, вирощених на металі. Так, при зварюванні кварцу через оксид міді (1) при глибині вакууму більше 0,0133 Па спостерігається дисоціація проміжного шару, що послаблює з'єднання. З'єднання цих матеріалів на повітрі недостатньо міцне в результаті окислення оксиду (1) до оксиду (2). Оптимальний вакуум для даного випадку 1,33–0,133 Па.

Змінюючи глибину вакууму та температуру зварювання можна контролювати процеси окислення металевих поверхонь, що використовуються в якості проміжних прокладок, та відновлення (дисоціації) окислів на цих поверхнях.

## 4.2 Обладнання та матеріали

4.2.1 Установка вакуумного напилення УВН-2М-2, модернізована для проведення дифузійного зварювання в вакуумі.



4.2.2 Установка для механічних випробувань зварних з'єднань.

4.2.3 Зразки зі скла С48-1 та ковару, підготовлені при виконанні лабораторних робіт № 2 та № 3.

4.2.4 Ацетон.

4.2.5 Інструменти: пінцет, салфетки, штангенциркуль.

### **4.3 Порядок виконання роботи**

4.3.1 Ознайомитись з інструкцією з техніки безпеки.

4.3.2 Ознайомитись з будовою та роботою установки для дифузійного зварювання.

4.3.3 Вивчити методику роботи, отримати конкретне завдання, розробити план досліджень відповідно до методик, описаних в п. 4.1.

4.3.4 Підготувати зразки до зварювання: протерти (3-4 рази) салфеткою, змоченою ацетоном; просушити на повітрі при кімнатній температурі.

4.3.5 Встановити зразки зі скла та ковару у вакуумній камері та провести зварювання на режимах відповідно до розробленого плану досліджень.

4.3.6 Провести механічні випробування зварних з'єднань на згин.

4.3.7 Провести аналіз отриманих результатів та зробити висновки.

### **4.4 Зміст звіту**

4.4.1 Назва роботи і її мета.

4.4.2 Необхідні теоретичні дані.

4.4.3 Обладнання та матеріали.

4.4.4 Порядок виконання роботи.

4.4.5 Експериментальні результати.

4.4.6 Аналіз отриманих результатів і висновки по роботі.

### **4.5 Питання для самоконтролю**

4.5.1 Стадії утворення зварного з'єднання при дифузійному зварюванні металу зі склом.

4.5.2 Вплив властивостей скла на вибір параметрів режиму зварювання.

4.5.3 Вплив режимів нагрівання та охолодження на якість зварних з'єднань.

4.5.4 Роль проміжних прокладок при дифузійному зварюванні металів зі стеклами та особливості їх вибору.

4.5.5 Вплив величини розрідження в вакуумній камері на якість зварних з'єднань.

### **4.6 Інструкція з техніки безпеки**

4.6.1 Всі роботи проводити з дозволу викладача.

4.6.2 Працювати на установці для дифузійного зварювання в вакуумі тільки під керівництвом викладача.

4.6.3 Забороняється працювати на установці при відкритих щитках.

4.6.4 Не доторкатись до різного роду струмопровідних дротів.

4.6.5 Знімати зразки пінцетом.

**Рекомендована література**

1. Казаков Н.Ф. Диффузионная сварка материалов. Изд. 2-е, перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 1976. – 312 с.
2. Казаков Н.Ф. Диффузионная сварка материалов: Справочник. – М.: Машиностроение, 1981. – 271 с.
3. Бачин В.А. Диффузионная сварка стекла и керамики с металлами. – М.: Машиностроение, 1986. – 184 с.
4. Бачин В.А., Квасницкий В.Ф., Котельников Д.И., Новиков В.Г., Полушкин Г.П. Теория, технология и оборудование диффузионной сварки: Учебник для вузов по специальности “Оборудование и технология диффузионного соединения металлических и неметаллических материалов”. – М.: Машиностроение, 1991. – 352 с.
5. Любимов М.Л. Спаи металла со стеклом. – М.: Энергия, 1968. – 280 с.
6. Прецизионные сплавы. Справочник. Под ред. Б.В. Молотилова. – М.: Металлургия, 1974. – 448 с.

## Лабораторна робота №5

### ЗВАРЮВАННЯ В ТВЕРДІЙ ФАЗІ МОНОКРИСТАЛІЧНОГО КРЕМНІЮ З БОРОСИЛКАТНИМ СКЛОМ

**Мета роботи** – вивчити вплив параметрів режиму зварювання на кінетику формування зварних скло-кремнієвих з'єднань.

#### 5.1 Інформація для самостійної підготовки

Зварювання в твердій фазі в електростатичному полі здійснюють по схемі, представленій на рис. 5.1. Для цього необхідні фіксація, підігрів деталей та прикладення електричного потенціалу [1].

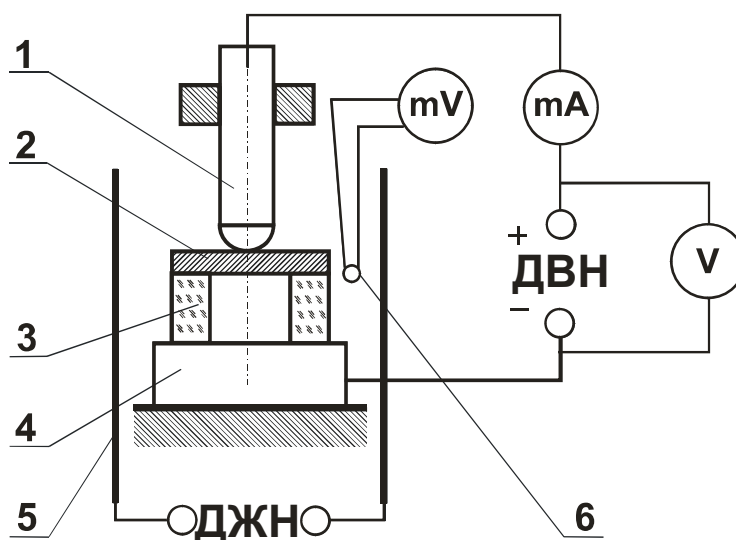


Рис. 5.1. Схема зварювання в твердій фазі в електростатичному полі [1]:  
 ДЖН – джерело живлення нагрівача; ДВН – джерело високої напруги;  
 1 – електрод; 2 – кремнієва деталь; 3 – скляна деталь; 4 – столик;  
 5 – нагрівач; 6 – термопара.

Відмінною особливістю зварювання в твердій фазі в електростатичному полі є його можливість застосування для зварювання матеріалів, один із яких повинен бути діелектриком, що включає оксиди лужних матеріалів (боросилкатне скло).

Основними параметрами процесу є температура, величина зварювальної напруги та час зварювання. Зварюванню повинно передувати отримання плоскопаралельних поверхонь деталей високого класу шорсткості ( $R_z = 0,025 \dots 0,1 \text{ мкм}$ ).

В основу процесу покладені нагрів матеріалів із відполірованими та приведеними в контакт поверхнями та подача високої напруги, причому повинна дотримуватись певна електрична полярність: на провідник подається позитивний потенціал, а на діелектрик – від'ємний. Виключення зовнішнього стискаючого зусилля як одного із параметрів зварювання в твердій фазі стало можливим в силу того, що при цьому способі зварювання виникають

електростатичні сили стиснення між контактуючими поверхнями. Під дією електростатичних сил стиснення поверхні притягуються одна до одної, в результаті чого утворюється фізичний контакт. Витримка під напругою на протязі певного часу сприяє збільшенню міцності зварного з'єднання завдяки проходженню через скло струму і розвитку міграційної поляризації та електрохімічних процесів в зоні зварювання [2, 3, 4].

Основою процесу з'єднання металів (напівпровідників) з окисдовмісними матеріалами (склом) являється топохімічна взаємодія за участю іонів кисню, що протікає по реакціям заміщення та приєднання. При цьому формування з'єднання прийнято розглядати по тристадійній схемі, що припускає послідовне протікання стадій утворення фізичного контакту, активації поверхонь, що зварюються, хімічної взаємодії.

Як вказується в [5], всі явища, що відбуваються при зварюванні кремнію зі склом, пов'язані з рухомістю іонів натрію. Пов'язаний з іонним струмом "натрієвий ефект" призводить до протікання гетерогенних електрохімічних процесів. В результаті цих процесів в прианодній області скла, що безпосередньо прилягає до аноду, залишаються некомпенсовані заряди аніонів кисню, які беруть участь в утворенні з'єднання скла з кремнієм на основі окислювальних процесів. За допомогою пошарової Оже-спектроскопії вдалося встановити, що перехідна зона з'єднання складається в основному із діоксиду кремнію.

В цілому відмічається, що чим більша величина зварювальної напруги, тим вища якість з'єднання та менший час зварювання. Однак збільшення напруги зварювання можливе до деякої межі, вище якої розпочинається пробій, здатний призвести як до локального чи повного руйнування матеріалів, що з'єднуються, так і до загального порушення процесу зварювання.

Більш детально, стосовно зварювання в твердій фазі в електростатичному полі боросилікатного скла "Пірекс" з монокристалічним кремнієм, це питання досліджувалось в роботі [6], де відмічається, що величина напруги перекриття (напруги, що викликає поверхневі розряди на склі) залежить від відстані між електродами на поверхні скла, температури зварювання та конструкції вузла, що зварюється (рис. 5.2).

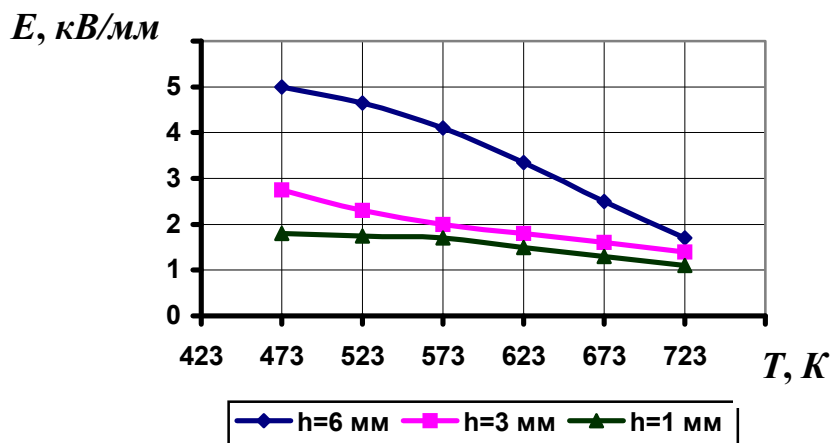


Рис. 5.2. Залежність напруги перекриття для скла "Пірекс" різної товщини від температури зварювання [6,7]

В роботі [5] показана можливість візуального контролю за процесом зварювання: по різкому спаданню струму зварювання та по сірому кольору, що з'являється в зоні з'єднання (рис. 5.3).

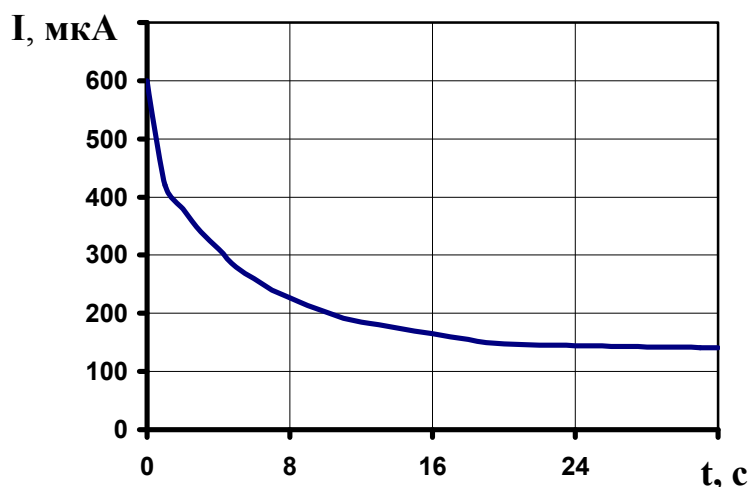


Рис. 5.3. Характер зміни зварювального струму в процесі зварювання [5]

Експеримент, що відображує формування з'єднання у часі і заповнення повітряного зазору продуктом реакції, був проведений автором [8]. Доказом наявності повітряного зазору перед зварюванням є інтерференційні смуги рівної товщини, виявлені при спостереженні збірки скла з кремнієм перед зварюванням зі сторони скла в білому світлі (рис. 5.4, а). При зварюванні від'ємний потенціал подавали на скло за допомогою тонкого дротяного електроду.

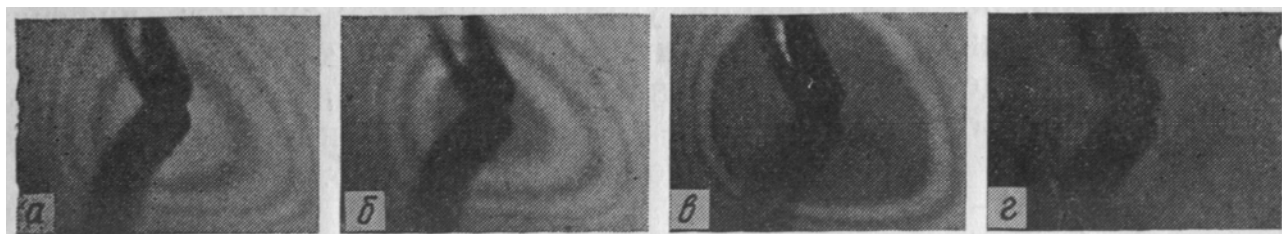


Рис. 5.4. Зміна інтерференційної картини в контактній зоні скла з кремнієм у часі ( $U_{зв} = 400 \text{ В}$ ,  $T_{зв} = 673 \text{ К}$ ) [8]

Під дією прикладеної електричної напруги інтерференційні смуги поступово зміщувались до периферії пластинки, а потім повністю зникали. Після цього утворювалось однотонне сіре забарвлення в зоні з'єднання кремнію зі склом.

По отриманій кривій спадання струму зварювання у часі можна здійснювати контроль над завершеністю процесу зварювання шляхом визначення повного заряду (кількості електрики), що пройшов через з'єднання:

$$Q = \int_0^t I dt, \quad (5.1)$$

де  $Q$  – кількість заряду, *мкКл*;

$I$  – зварювальний струм, *мкА*;

$t$  – час зварювання, *с*.

“Універсальність” цієї кривої автори обумовлюють тим, що вона не залежить від того, при яких температурі та електричній напрузі отримано з’єднання, важливо, щоб через з’єднання в усіх випадках пройшла певна кількість електрики. Також слід відмітити, що розроблена методика є способом неруйнівного контролю міцності.

Кількісну характеристику процесу зварювання в електростатичному полі кремнію марки КЕФ-4,5/0,1 зі склом “Пірекс” дав автор роботи [1]. Для вказаної пари матеріалів питома кількість електрики складає 411 *мкКл/мм<sup>2</sup>* номінальної площі контакту.

Графічним інтегруванням залежності зміни зварювального струму в процесі зварювання можна вчислити кількість електрики яка пройшла через зразки.

Вказані матеріали в процесі виготовлення із них деталей, піддають різній механічній, хімічній та термічній дії (шліфування, полірування, дифузійне насичення домішками, розділення на заготовки, напилення тензорезистивних схем та захисних покриттів). При цьому в них виникають дефекти, що знижують їх механічну міцність (наявність на поверхнях і в об’ємі елементів тріщин, подряпин, включень та неоднорідностей).

Міцність кремнієвих елементів у з’єднаннях також може різко змінитись при використанні завищених зварювальних режимів (температури зварювання та питомого тиску). Зокрема, при температурі вище 673 *К* у кремнію під дією зовнішнього навантаження з’являється пластична деформація, і руйнівне напруження зменшується з ростом температури. Тому важливим при цьому є використання в процесі зварювання некритичних зовнішніх стискаючих зусиль, а у випадку виготовлення мініатюрних виробів і повне їх виключення.

З указаних причин максимально можлива температура зварювання має бути не більшою 673 *К*, оскільки, як вказується у [5], при збільшенні температури зварювання збільшується вихід якісних вузлів. Така температура зварювання не вплине на зміну початкових розмірів деталей із скла при зварюванні, оскільки для боросилікатних стекол температура склування, тобто нижня температура розм’якшення скла, не нижча 673 *К* [9].

## 5.2 Обладнання та матеріали

5.2.1 Модернізована промислова установка УСЭПВН-4Н для зварювання в електростатичному полі.

5.2.2 Мембрани з напівпровідникового кремнію марки КЭФ-4,5/0,1 та трубчасті деталі зі скла марки “Пірекс” висотою 1 *мм*.

5.2.3 Оптичний мікроскоп МИМ-7.

5.2.4 Електроплитка, термостакани.

5.2.5 Реактиви: розчин їдкого натрію (з розрахунку 25 г натрію на 1 л дистильованої води), дистильована вода, ацетон, етиловий спирт.

5.2.6 Інструменти: пінцет, салфетки, термометр.

### 5.3 Порядок виконання роботи

5.3.1 Ознайомитись з інструкцією з техніки безпеки.

5.3.2 Ознайомитись з будовою та роботою зварювальної установки.

5.3.3 Вивчити методику роботи, отримати конкретне завдання, розробити план досліджень.

5.3.4 Підготувати зразки скла та кремнію перед зварюванням: протерти (3-4 рази) салфеткою, змоченою етиловим спиртом або ацетоном; просушити на повітрі при кімнатній температурі; промити у розчині їдкого натрію при температурі 343 K протягом 5-15 хв.; промити в гарячій та холодній дистильованій воді; зневоднити в етиловому технічному спирті; просушити в печі при температурі 383 K.

5.3.5 Скласти деталі зі скла та кремнію, як показано на рис. 6.1, та помістити їх на столик зварювальної установки з наступним притисканням збірки електродом для подачі позитивного потенціалу.

5.3.6 Закрити камеру установки, нагріти зразки до визначеної температури, провести ізотермічну витримку, подати зварювальну напругу, вимкнути всі джерела живлення і дати зварним зразкам охолонути до температури 293–303 K.

5.3.7 На діаграмній стрічці самописця відмітити величину зварювального струму і позначити номер досліду.

5.3.8 Зняти діаграмну плівку з записом  $I = f(\tau)$  і, визначивши масштаби, розрахувати кількість електрики методом графічного інтегрування.

5.3.9 Встановити зразки на штатив мікроскопа та визначити площу зон з'єднання точковим методом за методикою, наведеною в [10].

5.3.10 Провести аналіз отриманих результатів та зробити висновки.

### 5.4 Зміст звіту

5.4.1 Назва роботи і її мета.

5.4.2 Необхідні теоретичні дані.

5.4.3 Обладнання та матеріали.

5.4.4 Порядок виконання роботи.

5.4.5 Експериментальні результати.

5.4.6 Аналіз отриманих результатів і висновки по роботі.

### 5.5 Питання для самоконтролю

5.5.1 Сутність методу зварювання в твердій фазі в електростатичному полі.

5.5.2 Стадії процесу зварювання.

- 5.5.3 Механізм утворення зварного з'єднання ?
- 5.5.4 Що входить в поняття кількості електрики?
- 5.5.5 Що таке графічне інтегрування?

## **5.6 Інструкція з техніки безпеки**

- 5.6.1 Всі роботи проводити з дозволу викладача.
- 5.6.2 Увага! В роботі використовується електрична напруга до 1000 В. Не доторкатися до струмопідводних дротів.
- 5.6.3 Не доторкатись до нагрівача.
- 5.6.4 Після виключення зварювальної напруги дати охолонути зразкам.
- 5.6.5 Знімати зразки пінцетом.

## **Рекомендована література**

1. Хоменко Н.Н. Научные и технологические основы электрохимической сварки в твердой фазе кристаллических материалов с ионопроводящими стеклами: Дис... докт. техн. наук: 05.03.06. – К., 1997. – 319 с..
2. Хоменко Н.Н. Использование свойств стекла в процессе соединения его с кремнием во внешнем электрическом поле // Электронная техника. – 1982. – Сер. 6, вып. 2 (163). – с. 61-64.
3. Хоменко Н.Н. Исследование поляризации стекол при их сварке с кремнием в электрическом поле // Электронная техника. – 1986. – Сер. 6, вып. 1(212). – С. 60-62.
4. Орешкин П.Т. Физика полупроводников и диэлектриков. – М.: Высш. школа, 1977. – 448 с.
5. Хоменко Н.Н. Технология и оборудование получения сварно-паяных соединений кремния и кобальта со стеклом: Дис. ... канд. техн. наук: 05.03.06. – Чернигов, 1985. – 210 с.
6. Хоменко Н.Н. Соединение полупроводниковых и прецизионных материалов со стеклом. – Чернигов: ВСНТО, 1984. – 54 с.
7. Хоменко Н.Н. Влияние некоторых факторов на технологичность и надежность соединений кремния со стеклом // Электронная техника. – 1983. – Сер. 6, вып. 11. – С. 75-77.
8. Хоменко Н.Н. О некоторых физических процессах при сварке кремния со стеклом в электрическом поле // Автоматическая сварка. – 1990. – №3. – С. 27-31.
9. Мачулка Г.А. Лазерная обработка стекла. – М.: Сов. радио, 1979. – 136 с.
10. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1976. – 272 с.