

УДК 621.791

А.Н. Фоканов¹, В.Ф. Подуражная¹, А.В. Тебякин¹, В.С. Каськов¹

ПАЙКА БЕРИЛЛИЕВОГО ОКНА В МЕДНУЮ РАМУ СЕРЕБРЯНЫМ ПРИПОЕМ

DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-11-1-1

Приведены результаты исследований по пайке бериллиевого окна в медную раму серебряным твердым припоем (72Ag–28Cu Cusil), по изучению структуры и вакуумной плотности паяного соединения. Разработаны технологии изготовления и подготовки изделий под пайку, выбраны режимы пайки на плоском имитаторе и изогнутом бериллиевом окне. Изготовлена партия изогнутых паяных бериллиевых окон, успешно прошедших испытания на вакуумную плотность после нагрева при температуре 650°C в течение 0,5 ч.

Исследована структура паяных соединений бериллия с медью. В микроструктуре паяного шва отмечаются зона сплавления бериллия и припоя с частичным растворением бериллия в припое, зона припоя Cusil с растворением меди. В зоне сплавления бериллия с припоем наблюдаются два переходных слоя в виде интерметаллидных фаз. В зоне припоя Cusil присутствует сплав Ag–Cu с различной концентрацией и зоны, обогащенные Cu и Ag.

Ключевые слова: пайка, бериллиевое окно, медь, серебряный припой, структура, вакуумная плотность.

The article shows the results of research on brazing the beryllium window in a copper frame by the silver 72Ag–28Cu Cusil hard brazing alloy and study of the structure and vacuum density of the brazing joint. Manufacturing techniques and preparations of products for the brazing were developed, brazing modes on the flat simulator and the bent beryllium window were chosen. A batch of bent brazing beryllium windows which successfully passed tests for vacuum density after heating to 650°C during 0,5 h was made.

The structure of brazing joints of beryllium with copper was analyzed. In microstructure of brazing the zone of fusing of beryllium and brazing alloy with partial dissolution of beryllium in brazing alloy is registered as well as Cusil brazing zone with copper dissolution. In zone of fusing of beryllium with Cusil two transitional layers in the form of intermetallic phases are observed. In the zone of Cusil brazing alloy there is the presence of Ag–Cu alloy with different concentration and the zones enriched with Cu and Ag.

Keywords: brazing, beryllium windows, copper, silver brazing alloy, structure, vacuum density.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Применение бериллия в качестве конструкционного материала вызывает необходимость изыскания припоев и технологии пайки бериллия с другими металлами. Паяные соединения бериллия с медью, монелем, нержавеющей сталью используются в деталях приборов, рентгеновских трубках, приборах рентгеноструктурного анализа, датчиках ионизирующих излучений [1–9].

Бериллий взаимодействует с кислородом воздуха с формированием устойчивого оксида. Он имеет высокую растворимость кислорода, азота и водорода при повышенных температурах. Малые количества любого из этих элементов приводят к увеличе-

нию твердости, чувствительности к надрезу и хрупкости бериллия. Пайка технического спеченного бериллия затрудняется следующими свойствами:

- наличием в его составе значительного количества оксида бериллия – до 2%;
- окисляемостью бериллия при повышенных температурах ($\geq 600^\circ\text{C}$);
- тугоплавкостью оксида бериллия с температурой плавления 2570°C ;
- слабой смачиваемостью и растекаемостью припоев по бериллию.

Таким образом, бериллий не считается легко паяемым материалом. При его пайке важно обеспечить смачиваемость его припоем с ограничением диффузии припоя в бериллий. Обычно пайку бериллия проводят в вакууме или в аргоне.

Наибольшее применение для высокотемпературной бесфлюсовой пайки твердым припоем ответственных конструкций из бериллия получили припои на основе сплавов Ag–Cu, обеспечивающие достаточно высокие и стабильные механические характеристики соединений в сочетании с хорошей герметичностью – $\sigma_{в.с} \cong 100\text{--}150$ МПа [10–12].

Однако пайка указанными припоями не лишена недостатков, а именно: серебряные припои, особенно чистое серебро, интенсивно диффундируют в бериллий, поэтому продолжительность пайки обычно небольшая, что ограничивает возможность ремонтных работ или изменение конструкций. Для замены серебросодержащих припоев в ряде случаев при пайке бериллия с медными сплавами используют быстрозакаленные припои на основе меди [13, 14].

Медь технологична при пайке, так как легко смачивается многими припоями. Пайка меди в вакууме достаточно экономична, безопасна и позволяет получать паяные швы, отличающиеся чистотой, прочностью металла шва и высокой коррозионной стойкостью. Таким образом, пайка разнородных соединений бериллия с медью может осложняться в основном проблемами, связанными с пайкой бериллия. Повышение требований к соединениям бериллия с медью при создании новых конструкций вызывает необходимость совершенствования существующих технологий пайки.

В данной статье приведены результаты исследований по пайке бериллиевого окна в медную раму серебряным твердым припоем (72Ag–28Cu Cusi1 – аналог припоя ПСр72), по изучению структуры и вакуумной плотности паяных соединений при разработке технологии пайки конструкции для компьютерного томографа.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.9. «Припои и технологии высокотемпературной диффузионной пайки с компьютерным управлением технологическими параметрами для формирования оптимальной структуры паяного соединения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

Материалы. Для изготовления бериллиевого окна использовали технический горячепрессованный бериллий, химический состав которого приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав бериллия

Содержание Be (не менее), % (по массе)	Доля примесей (не более), % (по массе)								
	O (BeO)	C	Fe	Si	Al	Ti	F	Cr	Сумма Mn, Mg, Cu, Ni
98,0	1,3 (2,0)	0,12	0,13	0,04	0,03	0,02	0,002	0,03	0,08

Для изготовления медной рамы применяли медь бескислородную марки М06 (ГОСТ 859), химический состав которой приведен в табл. 2.

Таблица 2

Химический состав меди М06

Содержание Cu (не менее), % (по массе)	Доля примесей (не более), % (по массе)												
	Bi	Fe	Ni	Zn	Sn	Sb	As	Pb	S	O ₂	P	Ag	Σ
99,97	0,001	0,004	0,002	0,003	0,002	0,002	0,002	0,003	0,003	0,001	0,002	0,003	0,03

При пайке плоского имитатора использовали серебряный припой марки ПСр72 (ГОСТ 19738), при пайке изогнутого бериллиевого окна в медную раму – припой 72Ag–28Cu Cusil (зарубежный аналог припоя марки ПСр72).

Конструкция окна. Конструкция изогнутого бериллиевого окна, впаянного в медную раму показана на рис. 1. Узел, содержащий бериллиевое окно, предназначен для работы в рентгеновской трубке для пропускания рентгеновского излучения. Соединение бериллиевого окна с медной рамой проводили пайкой импортным эвтектическим припоем 72Ag–28Cu Cusil вакуумной выплавки, имеющим температуру плавления 780°С. Узел должен быть вакуумно-плотным и термостойким. Натекание гелия через неплотности паяного узла при испытании гелиевым масс-спектрометрическим течейскаателем не должно превышать $1 \cdot 10^{-9}$ (Па·м³)/с после пайки и нагрева (1 цикл: при 650°С в течение 0,5 ч), имитирующего последующий эксплуатационный нагрев.

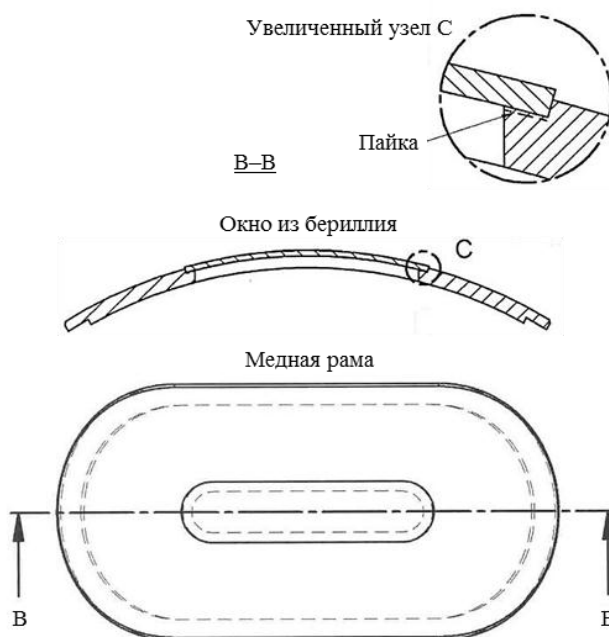


Рис. 1. Конструкция бериллиевого окна, впаянного в медную раму

Бериллиевое окно вырезали из фрезерованной заготовки по радиусам с помощью электроэрозионной резки, которую проводили с припуском 80–100 мкм на химическое травление для удаления слоя с измененной структурой, образующейся при электроэрозионной резке и механической обработке.

Медную раму изготавливали фрезерной обработкой из прокатанной полосы, изгиб медной рамы проводили при температуре окружающей среды в оснастке (рис. 2).

Для снятия остаточных напряжений и удаления газов в бериллиевом окне применяли предварительный отжиг в вакууме при температуре, превышающей температуру пайки на 20–30°С. Оснастку для пайки и медную раму также подвергали вакуумному отжигу при той же температуре.

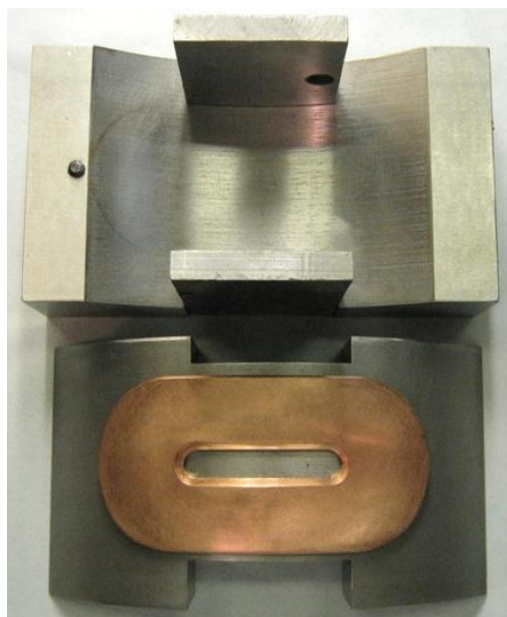


Рис. 2. Оснастка для изгиба медной рамы

Подготовку поверхности бериллия под пайку проводили с помощью травления и химической полировки. Поверхность медной рамы под пайку после механической обработки подготавливали химической полировкой. Припой вырезали из фольги лазерной резкой, поверхность припоя протравливали.

Пайка. Пайку имитаторов и медных рам с бериллиевыми окнами проводили в вакуумной печи СНВ-1-3-1,1БИ. Рекомендуемые температуры вакуумной пайки припоем ПСр72 и его аналогом – припоем 72Ag–28Cu Cusil – обычно составляют 780–860°C, а при пайке бериллия с бериллием: 820–840°C. Выдержку при пайке разнородных соединений бериллия с медью необходимо ограничивать, так как при длительной выдержке возможно формирование неблагоприятной структуры паяного соединения.

Для пайки разнородных соединений «бериллий–медь» припоем 72Ag–28Cu Cusil выбран температурный интервал 800–825°C и минимально возможный диапазон выдержки (~10–15 мин) при температуре 780°C, обеспечиваемый массой изделия вместе с оснасткой, а также скоростью их нагрева и охлаждения. Для получения паяных соединений с оптимальной структурой проведена пайка плоского имитатора припоем ПСр72 в виде фольги толщиной 0,08 мм при температурах 810–820°C с массой прижимающего груза 20 г. Формирование разнородного соединения «бериллий–медь» и режимы пайки имитатора показаны на рис. 3.

Пайку изогнутого бериллиевого окна с медной рамой проводили на оснастке из нержавеющей стали с грузом (рис. 4). Для обеспечения полного расплавления припоя по всей длине паяного шва контролировали температуры в нижней и верхней точках изогнутого бериллиевого окна с помощью термопар. Нагрев вели до достижения в верхней точке изогнутого бериллиевого окна необходимой температуры пайки и выдержки.

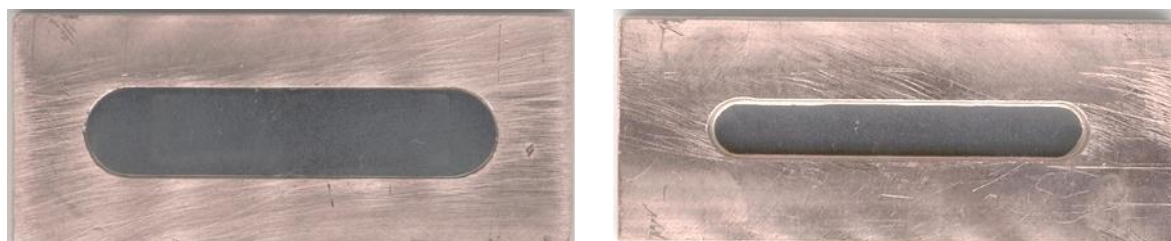


Рис. 3. Формирование паяного соединения на плоском имитаторе при температуре 820°C в течение 3 мин в вакууме при давлении $\geq 2,67 \cdot 10^{-3}$ Па



Рис. 4. Оснастка для пайки в вакуумной печи

Термический цикл пайки бериллиевого окна в верхней точке показан на рис. 5. В соответствии с указанным термическим циклом пайки время пребывания припоя CuSi1 при температуре плавления составило 10–15 мин, выдержка при температуре пайки ~3 мин. Формирование паяного соединения и внешний вид изогнутого бериллиевого окна, впаянного в медную раму, показан на рис. 6.

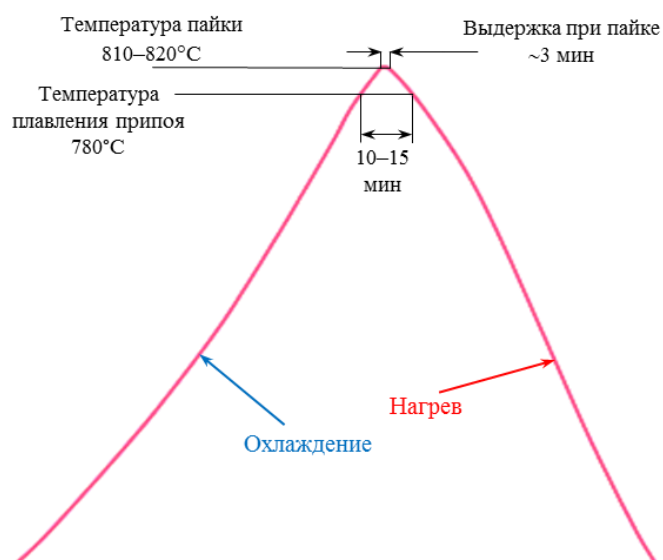


Рис. 5. Термический цикл пайки бериллиевого окна в верхней точке

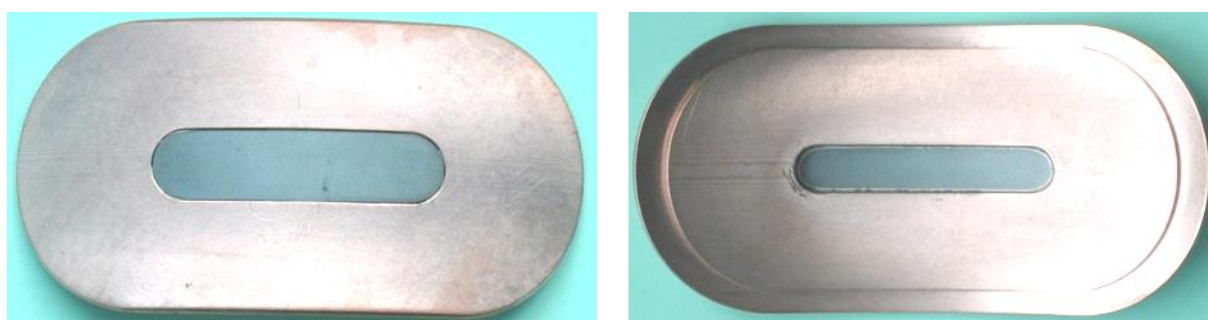


Рис. 6. Изогнутое бериллиевое окно, впаянное в медную раму

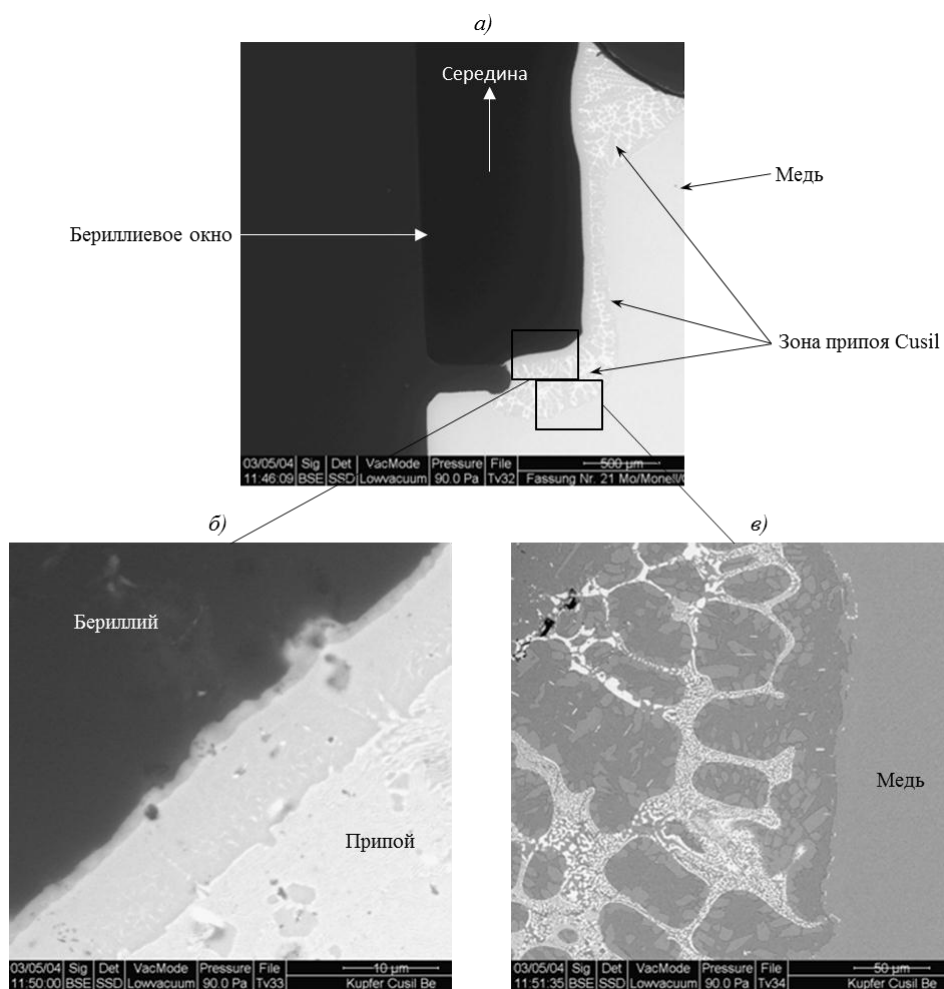


Рис. 7. Структура паяного соединения бериллиевого окна с медью на имитаторе (а), в переходной зоне около Ве (б) и в зоне припоя Cusil (в)

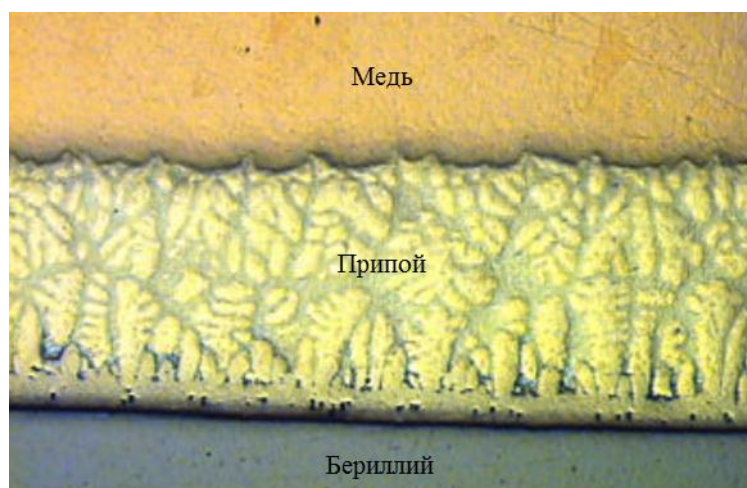


Рис. 8. Микроструктура ($\times 50$) соединения изогнутого бериллиевого окна, впаянного в медную раму

Структуры паяных соединений плоского имитатора и изогнутого бериллиевого окна, впаянного в медную раму, исследовали с помощью металлографического анализа на шлифах, вырезанных из различных областей паяных соединений (рис. 7 и 8), на растровом электронном микроскопе (REM) с изучением распределения элементов в паяном соединении методом локального EDX-анализа (рис. 9).

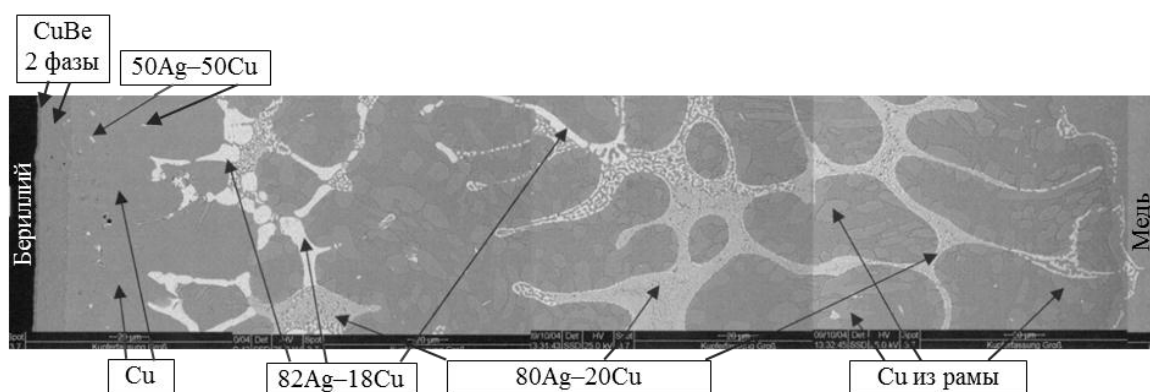


Рис. 9. Результаты EDX-анализа распределения элементов в паяном шве

Результаты и обсуждение

Бериллий в контакте с жидким припоем 72Ag–28Cu Cusil (серебряно-медная эвтектика) формирует интерметаллидные слои бериллия и меди; состав и толщина этих слоев изменяются в зависимости от температуры пайки и последующих термообработок.

Макроструктура паяного шва характеризуется растворением бериллия и меди припоем. Медный имитатор частично растворен вблизи края бериллиевой пластины, а на краю паза в медном имитаторе в направлении середины окна выражена галтель, образованная припоем (рис. 7, а).

В микроструктуре паяного шва отмечают зону сплавления бериллия и припоя с частичным растворением бериллия в припое (рис. 7, б), зона припоя Cusil с растворением меди (рис. 7, в). В зоне сплавления бериллия с припоем наблюдаются два переходных слоя: темный толщиной $\sim(1-1,5)$ мкм и более светлый толщиной ~ 10 мкм. В этой зоне также наблюдаются темные и светлые включения.

Состав двух переходных слоев, образующихся в зоне сплавления бериллия и припоя Cusil, исследован в работе [15]. Показано, что в зоне сплавления бериллия и припоя образуются две интерметаллидные фазы: CuBe_2 , примыкающая к бериллию, и CuBe , следующая за ней (рис. 7, б и 9).

В зоне припоя Cusil присутствует сплав Ag–Cu с различной концентрацией, а также зоны, обогащенные Cu (темные участки) и Ag (светлые) – рис. 9.



Рис. 10. Приспособление для испытания бериллиевого окна на вакуумную плотность

Партию изогнутых бериллиевых окон, впаянных в медную раму, подвергали испытаниям на вакуумную плотность гелиевым течеискателем ПТИ-10 в приспособлении, показанном на рис. 10. Испытания на вакуумную плотность бериллиевых окон, имеющих удовлетворительное формирование паяных соединений, показали соответствие предъявляемым требованиям.

Заключение

В результате проведенных во ФГУП «ВИАМ» исследований разработана технология и оснастка для изготовления и пайки изогнутого бериллиевого окна с медной рамой серебряным припоем 72Ag–28Cu Cusil (импортный аналог припоя ПСр72).

Разработаны технологии подготовки паяемых материалов под пайку, выбраны оптимальные режимы пайки на плоском имитаторе и изогнутом бериллиевом окне. Изготовлена опытная партия изогнутых паяных бериллиевых окон, успешно прошедших испытания на вакуумную плотность после нагрева при температуре 650°C в течение 0,5 ч, имитирующего эксплуатационный нагрев.

Исследована структура паяных соединений технического спеченного бериллия с бескислородной медью. В микроструктуре паяного шва отмечаются зона сплавления бериллия и припоя с частичным растворением бериллия в припое, зона припоя Cusil с растворением меди. В зоне сплавления бериллия с припоем наблюдаются два переходных слоя в виде интерметаллидных фаз: CuBe_2 , примыкающей к бериллию, и CuBe , следующей за ней. В зоне припоя Cusil присутствует сплав Ag–Cu с различной концентрацией, а также зоны, обогащенные Cu и Ag.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 7–17.
3. История авиационного материаловедения. ВИАМ – 80 лет: годы и люди / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2012. С. 173–180.
4. Бериллий – конструкционный материал XXI века // *Авиационные материалы и технологии: науч.-технич. сб.* / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2000. 136 с.
5. Антипов В.В. Стратегия развития титановых, магниевых, бериллиевых и алюминиевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 157–167.
6. Каськов В.С. Бериллий и материалы на его основе // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 222–226.
7. Фоканов А.Н., Каськов В.С., Подуражная В.Ф. Пайка бериллия со сплавом монель при изготовлении рентгеновских окон // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №8. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.04.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-8-2-2.
8. Фоканов А.Н., Каськов В.С., Подуражная В.Ф., Жирнов А.Д. Пайка бериллия с конструкционными металлами // *Актуальные вопросы авиационного материаловедения: тез. докл. Междунар. науч.-технич. конф.* М., 2007. С. 53.
9. Припой на основе меди: пат. 2279957 Рос. Федерация; заявл. 21.12.04; опубл. 20.07.06. Бюл. №20.
10. Справочник по пайке / под ред. И.Е. Петрунина. М.: Машиностроение, 1984. 400 с.
11. Лашко С.В., Лашко Н.Ф. Пайка металлов. М.: Машиностроение, 1988. 376 с.
12. Goldberg A. Joining of Beryllium. Lawrence Livermore National Laboratory. Livermore. 2006. P. 1–47. URL: <https://e-reports-ext.llnl.gov/pdf/330011.pdf> (дата обращения: 13.04.2016).
13. Калинин Б.А., Федотов В.Т., Севрюков О.Н. Разработка и применение быстрозакаленных сплавов для пайки и плакирования конструктивных элементов атомной техники. URL: <http://www.gidropress.podolsk.ru> (дата обращения: 13.04.2016).
14. Калинин Б.А., Федотов В.Т., Севрюков О.Н., Григорьев А.Е. и др. Аморфные ленточные припои для высокотемпературной пайки. Опыт разработки технологии и применения // *Сварочное производство*. 1996. №1. С. 15–19.
15. Papin P.A., Field R.D. and Javernick D.A. Characterization of Beryllium Copper Intermetallic Phases at a Beryllium Braze Interface by EPMA and TEM // *Microscopy and Microanalysis*. V. 11: Supplement S02. August, 2005. P. 1852–1853. URL: <http://www.journals.cambridge.org> (дата обращения: 13.04.2016).