

УДК 669.018.95

*А.Н. Няфкин¹, Ю.В. Лощинин¹, Е.И. Курбаткина¹, Д.В. Косолапов¹***ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ
ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА КАРБИДА КРЕМНИЯ
НА ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА
НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-11-53-59

Разработан и исследован металлический композиционный материал на основе алюминиевого литейного сплава марки АК7, содержащий $65\pm 1\%$ (объемн.) карбида кремния и полученный с использованием технологии вакуумно-компрессионной пропитки. Пористые заготовки с различным фракционным составом карбида кремния получены методом холодного компактирования с последующей пропиткой расплавом алюминиевого сплава. Изготовлены образцы для проведения исследований теплопроводности и теплоемкости композиционного материала с различным фракционным составом карбида кремния. Проведены измерения характеристик теплофизических свойств – теплоемкости, теплопроводности и температуропроводности в диапазоне температур от -100 до $+400^\circ\text{C}$ – композиционного материала с различным фракционным составом карбида кремния.

Ключевые слова: *вакуумно-компрессионная пропитка, высоконаполненный металлический композиционный материал, алюминиевый сплав, карбид кремния, теплопроводность, теплофизические свойства.*

*A.N. Nyafkin¹, Yu.V. Loshchinin¹, E.I. Kurbatkina¹, D.V. Kosolapov¹***INVESTIGATION OF INFLUENCE OF SILICON CARBIDE
FRACTIONAL COMPOSITION ON THERMAL CONDUCTIVITY
OF COMPOSITE MATERIAL BASED ON ALUMINIUM ALLOY**

In work the metal composite material on the basis of the aluminum foundry alloy of the AK7 brand containing 65 ± 1 vol. % silicon carbide was developed and investigated and obtained using the technology of vacuum-compression impregnation. Porous billets with different fractional composition of silicon carbide were obtained by cold compaction followed by impregnation with aluminum alloy melt. Samples were made for the study of thermal conductivity and heat capacity of a composite material with different fractional composition of silicon carbide. Measurements of the characteristics of the thermophysical properties – heat capacity, thermal conductivity and thermal diffusivity in the temperature range from -100 to $+400^\circ\text{C}$ – of a composite material with different fractional composition of silicon carbide were carried out.

Keywords: *vacuum compression impregnation, highly filled metal composite material, aluminum alloy, silicon carbide, thermal conductivity, thermophysical properties.*

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

Создание объектов новой техники, определяющих научно-технический уровень и прогресс общества, в значительной степени обусловлено наличием новых конструктивных и функциональных материалов.

В настоящее время происходит бурное развитие силовой электроники средней и большой мощности. Широкое использование новых полупроводниковых приборов в энергетике, станкостроении, железнодорожном транспорте, авиации, судостроении, военной технике позволяет создавать изделия с ранее недостижимыми свойствами.

Для силовой электроники главной проблемой является отвод тепла. Высокая тепловая нагрузка, присущая современным полупроводниковым приборам, ставит перед материаловедами задачу по разработке новых высокоэффективных, не содержащих дефицитных и дорогих компонентов, материалов с высокой теплопроводностью, низкой плотностью, низким коэффициентом линейного теплового расширения (КЛТР) и другими теплофизическими и механическими характеристиками, совместимыми с характеристиками полупроводниковых материалов. Полупроводники – это кристаллические материалы с чрезвычайно низкими значениями КЛТР. При создании элементов конструкции, в которой должны быть собраны электронные модули, необходимо учитывать, что многократное циклическое расширение и сжатие приводит к разрушению кристаллов в результате тепловых напряжений. Увеличение температуры перехода на каждые 10°C приводит к снижению надежности полупроводниковых устройств на 50%. Проблема охлаждения этих устройств становится важным фактором повышения их надежности, выраженной средним временем наработки и выхода из строя [1–3].

Основание силовых модулей выполняет две функции: равномерного распределения температуры от полупроводниковых приборов, производящих в среднем ~85% генерируемого тепла, и передачу выделяемого тепла охладителю.

С точки зрения тепловых процессов модули могут функционировать при условии, что имеется эффективный отвод тепла, осуществляемый через многослойную структуру к наружной поверхности корпуса. В связи с постоянно растущей концентрацией энергии в электронных схемах, высокая теплопроводность металлического композиционного материала становится решающим фактором при проектировании модулей с высокой мощностью. Основным критерием, обеспечивающим максимальную производительность полупроводниковых приборов, является эффективность передачи тепла от кристалла к теплоносителю, характеризуемая тепловым сопротивлением, – чем меньше тепловое сопротивление, тем лучше отвод тепла. Многократное снижение энергоемкости возможно путем использования современной высокопроизводительной техники и технологии, при создании которой широко применяются передовые системы силовой электроники. Применение высокочастотного преобразования в технологических и энергетических установках дает экономию дефицитной электротехнической меди до 10 раз. Материалоемкость, габариты и масса изделий уменьшаются в разы одновременно с увеличением КПД. Увеличиваются также пределы эксплуатации систем при циклических нагрузках, управляемость и гибкость сложных систем, их безопасность и надежность [3–7].

Применяемые в настоящее время традиционные материалы не могут соответствовать постоянно возрастающим требованиям к новым приборам силовой электроники из-за высоких значений плотности и КЛТР, а также их высокой стоимости. При проведении соединения металлокерамики с медным основанием с помощью процесса пайки качество поверхности основания ухудшается – появляются изгибы и местные напряжения.

Проблему можно решить, применив при изготовлении конструкции модуля металлический композиционный материал на основе алюминиевого сплава, армированного частицами карбида кремния с высоким содержанием армирующей фазы – до 70% (объемн.). Материал обладает уникальными свойствами, такими как низкая плотность, высокие теплопроводность и механическая прочность. В отличие от традиционных

материалов, при варьировании соотношения «матричный сплав/наполнитель» можно точно смоделировать теплофизические характеристики нового материала для применения его во многих областях промышленности в соответствии с техническими требованиями [1–6].

Цель данной работы – исследование теплофизических свойств (теплоемкости, температуропроводности и теплопроводности) композиционного материала на основе алюминиевого сплава марки АК7 системы Al–Mg–Cu–Si и карбидной фазы SiC с содержанием $65 \pm 1\%$ (объемн.), с различным фракционным составом карбида кремния марок F60 (размер частиц 320–250 мкм), F120 (размер частиц 125–100 мкм) и F220 (размер частиц 63–50 мкм) в диапазоне температур от -100 до $+400^\circ\text{C}$.

Материалы и методы

Металлический композиционный материал на основе алюминиевого сплава получали методом вакуумно-компрессионной пропитки пористых заготовок из карбидокремниевых порошков марок F60, F120 и F220 алюминиевым сплавом марки АК7 (система Al–7% (по массе) Si) [8, 9].

Исследование теплопроводности и теплоемкости твердых материалов проводили методом лазерной «вспышки». Определение теплопроводности и теплоемкости твердых материалов выполнено импульсным методом Паркера на установке TC-3000 H/L (фирма SINKU-RIKO, Япония). На оборудовании реализован один из вариантов метода – импульсный метод лазерной «вспышки» (ASTM E1461, СТП 1-595-4-234–88), по которому образец в виде диска диаметром 10 мм и толщиной 1–3 мм облучается лазерным тепловым импульсом мощностью ~ 2 Дж [10, 11]. Тепло равномерно и быстро распространяется по толщине образца и воспринимается температурным преобразователем на противоположной поверхности образца. Информация об изменении температуры во времени преобразуется в цифровую форму и запоминается быстродействующим блоком памяти [10, 12].

Теплопроводность рассчитывается по измеренным значениям удельной теплоемкости и температуропроводности из соотношения

$$\lambda = a \cdot c_p \cdot d \cdot 100 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}, \quad (1)$$

где a – температуропроводность, $\text{см}^2/\text{с}$; c_p – удельная теплоемкость, $\text{Дж}/(\text{г}\cdot\text{К})$; d – плотность, $\text{г}/\text{см}^3$.

При измерении температуропроводности определяется время $t_{0,5}$, в течение которого температура на задней поверхности образца достигает половины своего максимального значения. Температуропроводность рассчитывается из выражения, полученного из решения дифференциального уравнения теплопроводности для пластины в условиях адиабатического нагрева:

$$a = 1,38h^2/\pi^2 t_{0,5}^2 \text{ см}^2/\text{с}, \quad (2)$$

где h – толщина образца, см.

Теплоемкость определяется при повторном облучении образца лазерным импульсом при условии адиабатического нагрева образца тепловым импульсом известной энергии. При этом регистрируется значение максимальной температуры и изменение температуры образца во время его последующего охлаждения. Мощность теплового излучения импульсного лазера калибруется по стандартному образцу термодинамических свойств [13, 14].

Использовался проволочный термопарный преобразователь типа хромель-алюмель с диаметром термоэлектродов 0,1 мм. Проволочки термоэлектродов приваривают к противоположной поверхности образца (по отношению к поверхности, на которую падает излучение лазера) контактной конденсаторной сваркой. Возможно приклеивание спая термопары серебряной пастой к образцу с минимальным термическим сопротивлением для неэлектропроводных материалов.

Измерение удельной теплоемкости и температуропроводности выполняется при медленном нагреве образца в криостате с жидким азотом в среде с гелием в диапазоне температур от -100 до +400°C.

Измерение теплоемкости проводили различными методами, имеющими разные погрешности в зависимости от методики. Сопоставление результатов и построение итоговой кривой проводили по полученным значениям. Результаты представлены в виде температурных зависимостей измеренных значений теплоемкости, температуропроводности и теплопроводности, а также в виде табличных значений, полученных из аппроксимирующих уравнений [15].

Погрешность измерения при доверительной вероятности 0,95 не превышает для удельной теплоемкости 7%, температуропроводности 3% и теплопроводности 10%.

Проводили измерения объемного содержания карбида кремния в металлическом композиционном материале на основе алюминиевого сплава. Для определения объемного содержания карбида кремния в металлическом композиционном материале системы Al–SiC используется весовой метод (ГОСТ 18898–89) с предварительным растворением матрицы композиционного материала в кислоте [16].

Образец композиционного материала массой 0,4–1,5 г помещают в химический стакан емкостью 200 мл с хлороводородной кислотой для растворения алюминиевой матрицы. После окончания реакции (полного растворения матрицы) приливают дополнительный объем HCl (1:1) и выдерживают 10 мин. После этого содержимое фильтруют через фильтр «синяя лента». Нерастворимый в HCl карбид кремния промывают на фильтре до нейтральной реакции, после чего фильтр (вместе с карбидом кремния) высушивают в сушильном шкафу при температуре 130–150°C до постоянной массы.

Для расчета массового процента содержания карбида кремния в металлическом композиционном материале системы Al–SiC используют аналитические равноплечие весы типа ВЛР-200а-М или АДВ-200 с абсолютной чувствительностью $2 \cdot 10^{-4}$ г и с предельной нагрузкой 200 г. Для этого значения массы образца металлического композиционного материала системы Al–SiC и образца, полученного после растворения и сушки карбида кремния, подставляют в формулу расчета массового процента:

$$M_{\text{SiC}} = \frac{m_{\text{н.п.осадка SiC}}}{m_{\text{образца МКМ Al-SiC}}} \cdot 100\%. \quad (3)$$

Объемный процент рассчитывается через массовый при учете плотности металлического композиционного материала системы Al–SiC:

$$V_{\text{SiC}} = \frac{M_{\text{SiC}} / d_{\text{SiC}}}{\frac{M_{\text{SiC}}}{d_{\text{SiC}}} + \frac{M_{\text{AK7}}}{d_{\text{AK7}}}} \cdot 100\%. \quad (4)$$

Погрешность измерения при доверительной вероятности 0,95 не превышает 5%.

Увеличения плотности заготовки можно достичь, как известно, за счет более плотной упаковки брикета под прессом высокого давления – либо используя полифракционные порошковые смеси, либо применяя оба указанных приема.

Результаты и обсуждение

Проведено исследование теплотехнических свойств композиционного материала на основе алюминиевого сплава марки АК7 системы Al–Mg–Cu–Si, используемого для фасонного литья [16, 17], и карбидной фазы с объемным содержанием $65 \pm 1\%$ и различным фракционным составом карбида кремния марок F60, F120 и F220.

Проведены измерения характеристик теплофизических свойств – теплоемкости, теплопроводности и температуропроводности в диапазоне температур от -100 до $+400^\circ\text{C}$ – композиционного материала на основе алюминиевого сплава марки АК7 и карбидной фазы с содержанием от 64 до 66% (объемн.) карбида кремния с фракционным составом порошков марок F60 (размер частиц 320–250 мкм), F120 (размер частиц 125–100 мкм) и F220 (размер частиц 63–50 мкм).

Теплоемкость измерена на адиабатическом сканирующем калориметре SH-3000M (фирма SINKU-RIKO, Япония) при непрерывном нагреве со скоростью 3 К/мин в среде аргона в диапазоне температур от -100 до $+400^\circ\text{C}$. В качестве образца использовали набор отдельных шайб диаметром 10 мм и высотой 4 мм, а также другие мелкие элементы материала композита для плотного размещения в платиновом стаканчике – держателе образца, согласно методике измерения, представленной в стандарте [11]. Измерения выполнены с погрешностью не более 4%.

Измерения теплоемкости в диапазоне температур от -100 до $+400^\circ\text{C}$ проведены также на дифференциальном сканирующем калориметре DSC 404 F1 фирмы Netzsch.

Полученные результаты (см. рисунок, *a*) совпадают в пределах погрешности измерений и могут быть описаны уравнением регрессии

$$c_p(T) = 0,6627 + 1,533 \cdot 10^{-3} \cdot T - 1,635 \cdot 10^{-6} \cdot T^2, \quad (5)$$

где температура $-100 \leq T \leq +400$, $^\circ\text{C}$; c_p – удельная теплоемкость, Дж/(г·К).

На рисунке, *a* приведены также данные о значениях теплоемкости, полученных методом лазерной «вспышки» [15], с максимальным отклонением 6% от рассчитанных результатов по уравнению регрессии (5).

Теплопроводность композитов определена по известному выражению

$$\lambda = a \cdot c_p \cdot d \text{ Вт/(м·К)}, \quad (6)$$

где a – температуропроводность, $\text{м}^2/\text{с}$; c_p – удельная теплоемкость, Дж/(кг·К); d – плотность, $\text{кг}/\text{м}^3$.

Температуропроводность измерена методом лазерной «вспышки» на приборе LFA427 фирмы Netzsch с погрешностью не более 3% (см. рисунок, *b*).

Теплопроводность исследованных композитов представлена на рисунке, *b* и описывается уравнениями регрессии (7)–(9) со средним квадратическим отклонением $< 0,2\%$ от результатов определения по уравнению (6) для материала с фракцией карбида кремния:

– F60 (размер частиц 320–250 мкм)

$$\lambda = 190,4 - 0,544 \cdot T + 1,89 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 - 4,53 \cdot 10^{-6} \cdot T^3 + 4,48 \cdot 10^{-9} \cdot T^4; \quad (7)$$

– F120 (размер частиц 125–100 мкм)

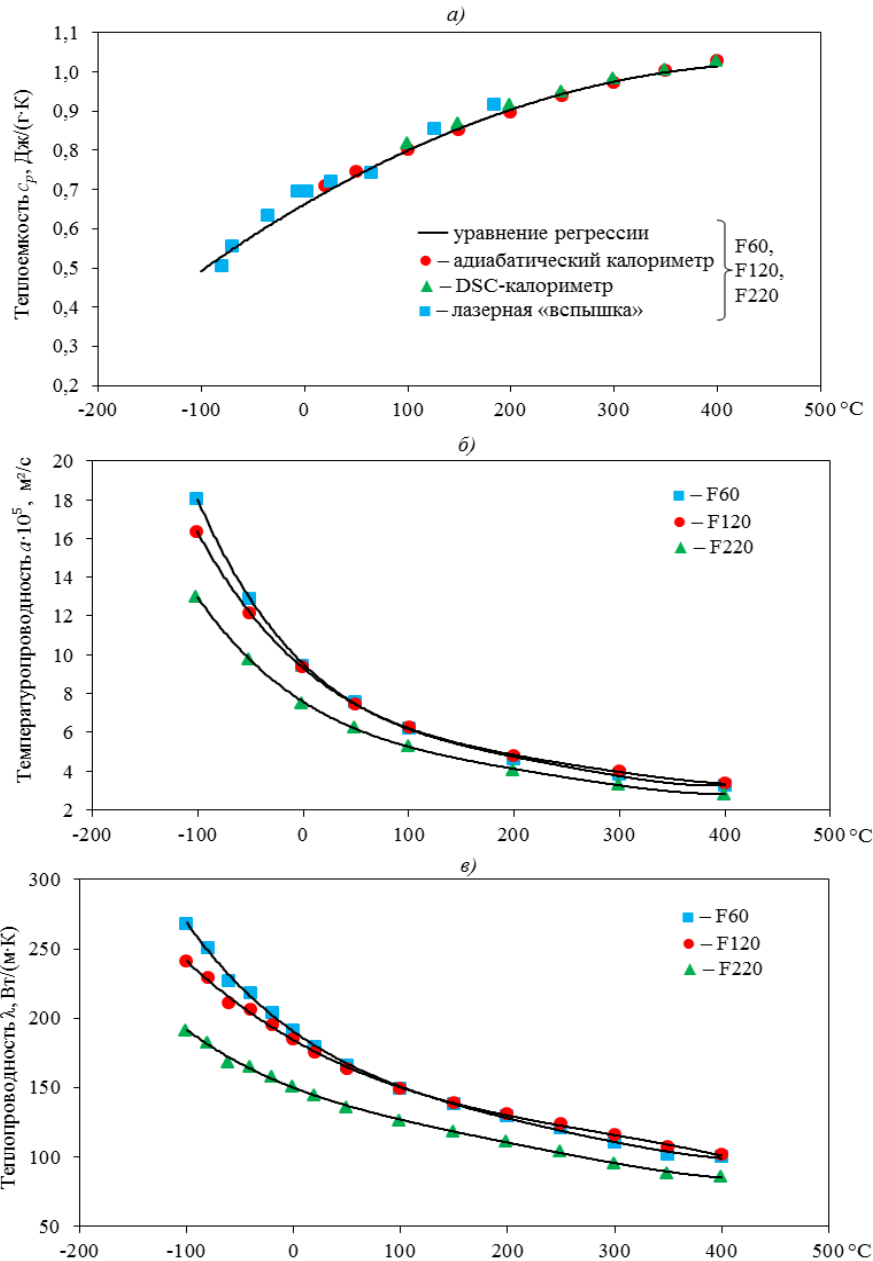
$$\lambda = 184,2 - 0,439 \cdot T + 1,13 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 - 1,56 \cdot 10^{-6} \cdot T^3 + 4,25 \cdot 10^{-9} \cdot T^4; \quad (8)$$

– F220 (размер частиц 63–50 мкм)

$$\lambda = 150,0 - 0,297 \cdot T + 0,91 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 - 2,67 \cdot 10^{-6} \cdot T^3 + 3,12 \cdot 10^{-9} \cdot T^4, \quad (9)$$

где λ , Вт/(м·К); $-100 \leq T \leq +400$, $^\circ\text{C}$.

Как и следовало ожидать, теплопроводность композитов с размером фракции F220 (размер частиц 63–50 мкм) меньше теплопроводности композитов с размером фракций F60 (размер частиц 320–250 мкм) и F120 (размер частиц 125–100 мкм) на 15–20% при температуре 20°C вследствие более высокого содержания межфазных границ гетерогенной структуры композита.



Теплоемкость (а), температуропроводность (б) и теплопроводность (е) композитов на основе сплава АК7 с 65±1% (объемн.) карбида кремния, с фракционным составом порошков марок F60, F120 и F220 в диапазоне температур от -100 до +400°С

Заключения

Отработаны методики определения комплекса теплофизических свойств, в том числе в диапазоне температур от -100 до +400°С. Изготовлены образцы с содержанием от 64 до 66% (объемн.) карбида кремния и различным фракционным составом порошков марок F60 (размер частиц 320–250 мкм), F120 (размер частиц 125–100 мкм) и F220 (размер частиц 63–50 мкм). Проведены исследования теплофизических свойств – теплопроводности, теплоемкости и температуропроводности в диапазоне температур от -100 до +400°С – металлического композиционного материала с различным фракционным составом порошков марок F60, F120 и F220 и высоким содержанием карбидной фазы (65±1% (объемн.)). Показано, что с увеличением размера частиц фракции

теплопроводность увеличивается на 15–20% при температуре 20°C вследствие низкого содержания межфазных границ гетерогенной структуры композита, при этом уменьшается объемное содержание пор. Установлена зависимость влияния деформационного воздействия на формирование заготовки заданной пористости в зависимости от размера частиц карбидной фазы, а также влияние размера частиц карбидной фазы на пропитываемость пористой заготовки расплавом матричного сплава методом вакуумно-компрессионной пропитки. Отработаны методики определения комплекса теплофизических свойств (теплоемкости, температуропроводности и теплопроводности) в диапазоне температур от -100 до +400°C.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Шавнев А.А., Няфкин А.Н. и др. Повышение надежности силовых IGBT-модулей с помощью высоконаполненного МКМ системы Al-SiC // *Авиационные материалы и технологии*. 2010. №4. С. 3–6.
2. 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.
3. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Шавнев А.А., Няфкин А.Н. и др. Свойства и применение высоконаполненного металломатричного композиционного материала Al-SiC // *Технология машиностроения*. 2011. №3 (105). С. 5–7.
4. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Гращенко Д.В., Шавнев А.А., Няфкин А.Н. Металломатричные композиционные материалы на основе Al-SiC // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №8. С. 373–380.
5. Каблов Е.Н., Чибиркин В.В., Вдовин С.М. Изготовление, свойства и применение теплоотводящих оснований из ММК Al-SiC в силовой электронике и преобразовательной технике // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №2. С. 20–22.
6. Няфкин А.Н., Гришина О.И., Шавнев А.А., Лощинин Ю.В., Пахомкин С.И. Исследование влияния состава гетерогенных систем с высоким содержанием карбидной фазы на теплофизические свойства // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №8. С. 28–34. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-8-28-34.
7. Гончаренко Е.С., Трапезников А.В., Огородов Д.В. Литейные алюминиевые сплавы (к 100-летию со дня рождения М.Б. Альтмана) // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №4. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.10.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-4-2-2.
8. Устройство для получения изделия из металломатричного композиционного материала: пат. 110310 Рос. Федерация; заявл. 31.05.11; опубл. 20.11.11.
9. Способ получения изделия из композиционного материала: пат. 2448808 Рос. Федерация; заявл. 05.10.10; опубл. 27.04.12.
10. Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbott G.L. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity // *Journal of Applied Physics*. 1961. No. 32. P. 1679–1684.
11. ASTM E 1461-01. Standard test method for thermal diffusivity by the flash method. 2001. P. 11–13.
12. Чеховской В.Я., Пелецкий В.Э. Теплофизические свойства жаропрочного сплава на никелевой основе ХН55ВМТКЮ (ЭИ929) // *Теплофизика высоких температур*. 2005. Т. 43. №1. С. 51–56.
13. Xue J., Taylor R. An evaluation of specific heat measurement methods using the laser flash technique // *International Journal of Thermophysics*. 1993. Vol. 14. No. 2. P. 313–320.
14. ГСССД 65–84. Таблицы стандартных справочных данных. Корунд синтетический. Изобарная теплоемкость в диапазоне температур 4–2300 К. М.: Изд-во стандартов, 1985. 6 с.
15. Гурвич М.Е., Лариков Л.Н., Нозар А.И. Оптимизация метода сканирующего адиабатического калориметра // *Инженерно-физический журнал*. 1981. Т. 41. №7. С. 129–135.
16. ГОСТ 18898–89 (ИСО 2738–87). Изделия порошковые. Методы определения плотности, содержания масла и пористости. М.: Изд-во стандартов, 1990. 10 с.
17. Белецкий В.М., Кривов Г.А. Алюминиевые сплавы. Состав, свойства, технологии, применение: справочник / под общ. ред. И.Н. Фридляндера. Киев: Коминтех, 2005. 365 с.