

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«УЛЬЯНОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

На правах рукописи



Савченко Евгений Геннадьевич

**УЛУЧШЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ И
ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК
ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ДАВЛЕНИЯ НА ОСНОВЕ
СТРУКТУР «КРЕМНИЙ НА САПФИРЕ»**

Специальность: 05.13.05 — Элементы и устройства
вычислительной техники и систем управления

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор,
Стучебников Владимир Михайлович

Ульяновск – 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СОКРАЩЕНИЙ.....	4
ВВЕДЕНИЕ.....	5

ГЛАВА 1. Тензорезисторные преобразователи давления на основе структур КНС и факторы, ограничивающие их характеристики

1.1. Особенности структур КНС и преобразователей давления на их основе. Конструкции ТП давления на основе КНС.....	13
1.2. Основные составляющие погрешностей ТП (нелинейность, вариация, гистерезис, ГПН, температурный гистерезис, нестабильность-ползучесть). Источники погрешностей ТП.....	27
1.3. Составляющие конструкции ТП.....	34
1.4. Постановка задачи.....	35

ГЛАВА 2. Исследование технологических особенностей изготовления упругих элементов ТП с целью улучшения метрологических характеристик преобразователей

2.1. Структура и механические свойства материалов для упругих элементов тензорезисторных преобразователей.....	38
2.2. Механические свойства припоев для пайки ПЧЭ.....	65
2.3. Структура и свойства «классического» паяного соединения титанового сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V) с сапфиром, используемого в серийно выпускаемых датчиках давления.....	72
2.4. Структура и свойства паяного соединения титанового сплава с сапфиром с использованием аморфного припоя СТЕМЕТ 1410.....	78
2.5. Структура и свойства паяного соединения титанового сплава с сапфиром с использованием аморфного припоя СТЕМЕТ 1202.....	81
2.6. Исследование паяного соединения керамики с сапфиром.....	82

ГЛАВА 3. Влияние конструктивных материалов на метрологические характеристики ТП давления на основе структур КНС

3.1. Влияние материалов на характеристики ТП давления в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С. Механизмы возникновения дополнительных погрешностей ТП.....	90
3.2. Влияние материалов на характеристики ТП давления в высокотемпературном диапазоне (+40...+450) °С.....	117
3.3. Влияние структурного состояния титановой мембраны на характеристики ТП давления на основе структур КНС.....	124
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	134
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	137
Приложение №1. Акт о внедрении результатов диссертационной работы.....	147

ПЕРЕЧЕНЬ ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СОКРАЩЕНИЙ

ГПН – гистерезис первого нагружения

КНИ – структура «Кремний на изоляторе»

КНС – структура «Кремний на сапфире»

КТР – коэффициент теплового расширения

ПГ МИДА – Промышленная группа «Микроэлектронные датчики»

ПК – персональный компьютер

ПЧЭ – полупроводниковый чувствительный элемент на основе КНС

ТГ – температурный гистерезис

ТДО – температурный дрейф начального выходного сигнала

ТДЧ – температурный дрейф чувствительности

ТКУС – температурный коэффициент удельного сопротивления

ТП – тензорезисторный преобразователь

ТР – тензорезистор

УЭ – упругий элемент

ВВЕДЕНИЕ

Постоянно развивающиеся системы контроля и управления предъявляют всё более жёсткие требования к метрологическим и эксплуатационным характеристикам входящих в их состав датчиков и, в частности, датчиков давления – важнейшего контролируемого параметра практически во всех системах управления. По различным оценкам на датчики давления приходится от 40 до 60% от общего числа датчиков физических величин [1]. При этом требования к их эксплуатационным и метрологическим характеристикам постоянно растут.

В основе большинства датчиков давления [2] лежит тензорезистивный эффект в полупроводниках или металлах и сплавах. Электрический сигнал, пропорциональный давлению, снимается с диагонали мостовой схемы, образованной тензорезисторами, находящимися на поверхности деформируемого упругого элемента (обычно мембраны чашечного типа). Наиболее распространённые в России датчики давления построены на основе тензопреобразователей (ТП) давления, в которых используются тензорезисторы из гетероэпитаксиальных структур «кремний на сапфире» (КНС). Комплексы датчиков такого типа «Сапфир» и «Сапфир-22» [5-7] были в промышленности СССР последней четверти прошлого века основным средством измерения давления. В настоящее время ряд зарубежных фирм обращается к ТП давления на основе КНС как передовому направлению в измерении давления. Стоит отметить, что ТП на основе КНС являются единственными общепромышленными преобразователями давления, полностью изготавливаемыми в современной России. Поэтому настоящая работа весьма актуальна для расширения областей применения датчиков на основе КНС, в том числе для импортозамещения и как конкурентоспособной продукции на мировом рынке.

Актуальность проблемы и степень разработанности темы исследования

В процессе разработок датчиков был исследован тензоэффект в КНС, выбран оптимальный уровень легирования (бором) кремния, формы тензорезисторов, что обеспечило высокие метрологические характеристики датчиков давления [3]. Эти работы позволили реализовать некоторые потенциальные возможности ТП на основе КНС в серийном выпуске ряда малогабаритных датчиков давления МИДА-12П, МИДА-13П, МИДА-15 [8]. Впоследствии Козловым А. И. были проведены исследования по выбору оптимального расположения тензорезисторов на поверхности мембран [10-12]. Есть работы Пирогова А. В., Скворцова П. А., посвящённые моделированию ТП на основе КНС, расчётам и коррекции конструктива мембраны [13-15,59]. Мартынов Д. Б. и Емельянов Г. А. занимались температурной компенсацией приборов на КНС и цифровой коррекцией погрешностей. Все эти работы и исследования привели к существенным улучшениям метрологических характеристик и точности приборов. Вместе с тем, в литературе отсутствуют данные о детальных исследованиях соединительного слоя сапфира с мембраной, а также свойств материала упругого элемента, которые, очевидно, оказывают серьёзное влияние на метрологические и эксплуатационные характеристики преобразователей и датчиков давления на основе КНС.

Хотя некоторые авторы высказывали мнения, что ТП давления на основе КНС достигли пределов своих возможностей [16,17], развитие этого направления показало, что предельные возможности ТП на основе КНС не достигнуты, в том числе по точности и по продвижению в область высоких температур. Вместе с тем ТП на основе КНС – это сложная трёхкомпонентная структура, и дальнейшее их развитие тормозилось отсутствием исследований металлических составляющих этой структуры и их влияния на метрологические и эксплуатационные характеристики ТП. Поэтому настоящая работа весьма актуальна для улучшения характеристик и

расширения областей применения датчиков на основе КНС, в том числе для импортозамещения и как конкурентоспособной продукции на мировом рынке.

Объект исследования

Объектом исследования в данной работе явились тензорезисторные преобразователи давления на основе гетероэпитаксиальных структур "кремний на сапфире".

Предмет исследования

Предметом исследования явились свойства металлических составляющих ТП давления и их влияние на метрологические и эксплуатационные характеристики ТП.

Цель работы

В связи с изложенным целью настоящей диссертационной работы является совершенствование метрологических и эксплуатационных характеристик преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» путём выбора наилучших материалов упругих элементов и их соединения с сапфиром.

Достижение поставленных целей обеспечивалось решением следующих задач:

- Металлографическое и рентгеноспектральное исследование паяного соединения лейкосапфира с титановым сплавом. Оценка влияния соединительного слоя на метрологические характеристики тензопреобразователей давления.
- Замена традиционного соединения припоем ПСр72 на пайку аморфным припоем на основе титана. Выбор режима пайки и исследование влияния полученного соединения на метрологические характеристики преобразователей давления.

- Исследование свойств материала упругой мембраны в широком диапазоне температур, подбор наилучшего материала, изучение влияния материала мембраны и его структурного состояния на метрологические характеристики преобразователей давления.
- Изготовление партии преобразователей давления с различными комбинациями припоев и материалов мембраны, и исследование характеристик ТП в широком интервале температур и давлений на представительных выборках преобразователей давления с разными комбинациями припоев и материалов мембраны.

Методология и методы диссертационного исследования

При решении задач исследования были применены методы металлографического и рентгеноспектрального анализа, методы статистической обработки результатов измерений, а также методы измерений метрологических характеристик измерительных приборов.

Область исследования

Область исследования соответствует паспорту специальности 05.13.05 – «Элементы и устройства вычислительной техники и систем управления (технические науки)», а именно: п. 2 – теоретический анализ и экспериментальное исследование функционирования элементов и устройств вычислительной техники и систем управления в нормальных и специальных условиях с целью улучшения технико-экономических и эксплуатационных характеристик.

Научная новизна диссертационной работы характеризуется следующими основными положениями:

1. Впервые детально исследован слой, соединяющий мембрану из титанового сплава с сапфировой подложкой чувствительного элемента мембранного датчика давления, и установлено что при стандартной пайке припоем ПСр72

в соединительном слое четко выделяются три области различной толщины с резко различающимся составом и механическими свойствами:

- мягкий слой с преимущественным содержанием серебра вблизи сапфировой подложки;
- промежуточный слой припоя ПСр72 с обычным составом;
- слой интерметаллидов титана вблизи титановой мембраны.

2. Установлено, что поскольку максимальное количество серебра содержится в мягком слое непосредственно под сапфиром, и предел пластичности этого мягкого слоя ниже термомеханических напряжений, возникающих в контактном соединении подложки с мембраной при работе датчика давления в эксплуатационных режимах, то в слое припоя возникают пластические деформации, что приводит к снижению точностных параметров и стабильности тензопреобразователей.
3. Показано, что недостатки соединения подложки с мембраной на основе припоя ПСр72, обусловленные неоднородностью его состава по толщине, можно устранить, используя высокотемпературную вакуумную пайку аморфными припоями марки СТЕМЕТ на основе титана и циркония, при этом соединительный слой однороден по химическому составу и механическим свойствам, имеет микротвёрдость больше микротвёрдости титанового сплава, что препятствует возникновению в нём пластических деформаций и ползучести при механическом нагружении.
4. Теоретически обоснован и практически исследован техпроцесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей с помощью которого удалось расширить температурный диапазон работы высокоточных ТП давления до 350 °С.
5. Экспериментально доказано, что оптимальной микроструктурой титанового сплава для упругой мембраны тензопреобразователей давления на основе структур КНС, обеспечивающей минимальные остаточные напряжения и статические погрешности датчиков является мелкозернистая структура 1–3 балла глобулярного типа.

Степень достоверности результатов работы

Достоверность разработанных научных положений и выводов подтверждена результатами опытных испытаний образцов ТП и датчиков давления МИДА, а также серийным производством приборов.

Практическая значимость диссертационной работы:

1. Благодаря уменьшению гистерезиса первого нагружения (параметр, который не поддается схемотехнической и программной коррекции) в 50–100 раз при отрицательных температурах в ТП с усовершенствованным соединением, удалось разработать и освоить выпуск датчиков давления, работающих при криогенных температурах (до $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$), а также существенно улучшить характеристики общепромышленных датчиков.
2. Изменённое соединение лейкосапфира с упругой мембраной позволило в 4–7 раз снизить вариацию и гистерезис выходного сигнала ТП, особенно при отрицательных температурах. Это привело к повышению точности датчиков на основе таких ТП.
3. Разработаны ТП и датчики давления на основе КНС, работающие до температуры $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, для измерения давления расплавов полимеров и эталонные датчики давления с точностью 0,01–0,05%. Эти приборы освоены в серийном производстве ПГ МИДА.
4. Разработан и опробован процесс термомеханической стабилизации ТП. Процесс позволяет значительно улучшить эксплуатационные и метрологические характеристики ТП.

Теоретическая значимость работы

Описана взаимосвязь механических свойств металлических элементов преобразователя давления с его метрологическими характеристиками, что даёт возможность корректировки существующих математических моделей преобразователей давления.

На защиту выносятся следующие положения:

- Обнаружена сильная неоднородность соединительного слоя между титановым упругим элементом и сапфиром, полученного обычно используемой пайкой в вакууме припоем ПСр72, как по составу, так и по микротвёрдости. Вблизи поверхности сапфира концентрируется серебро, образуя мягкий слой, пластическая деформация которого вызывает погрешности измерения давления.
- Установлено, что большие гистерезисные эффекты от давления и температуры, которые не поддаются схемотехнической и программной коррекции и существенно влияют на точность датчиков, – это не свойство ПЧЭ на основе КНС, а по большей части свойство паяного слоя. Эти эффекты можно успешно устранить, используя жесткий аморфный припой на основе титана или циркония.
- Выбор материала упругого элемента и припоя сильно влияет на гистерезис первого нагружения и на характеристики ТП в области высоких температур. Наилучшими на сегодня материалами мембран являются титановые сплавы ВТ6 и ВТ9.
- Для получения высокоточных ТП давления необходимо учитывать не только состав, но и структурное состояние металла упругого элемента.

Реализация и внедрение результатов работы

Полученные научные и практические результаты были использованы в ООО «Микроэлектронные датчики и устройства» (ООО МИДАУС) г. Ульяновск при разработке и производстве ТП и датчиков давления МИДА. Новое соединение сапфира с титановым сплавом, применённое на основании исследований, внедрено в ООО МИДАУС в разработанных и освоенных в производстве датчиках давления МИДА-12П, МИДА-13П и МИДА-15, начиная с 2015 г. Также по результатам исследований в производство внедрен процесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей, что

позволило изготавливать приборы, стабильно работающие при повышенных температурах (вплоть до 350 °С).

Апробация результатов

Основные положения диссертационной работы, научные и практические результаты исследований были представлены и получили положительную оценку на XV Международной научной конференции "Опто-, наноэлектроника, нанотехнологии и микросистемы" (г. Ульяновск, 2012), 9-й международной научно-практической конференции «Наука и техника – 2013» (Польша, г. Пшемьсль, 2013), 26-й всероссийской научно-технической конференции «Вакуумная техника и технологии - 2019» (г. Санкт-Петербург, 2020 г.), 27-й всероссийской научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология - 2020» (г. Санкт-Петербург, 2020 г.), 10-й международной научно-практической конференции «Инновационные технологии в процессах сбора, подготовки и транспортировки нефти и газа» (г. Сочи, 2021), 28-й всероссийской научно-технической конференции «Вакуумная техника и технология - 2021» (г. Санкт-Петербург, 2021 г.), 7-й международной конференции «RePlast – 2021» (г. Москва, 2021 г.).

Публикации по теме диссертации

По теме диссертации опубликовано 18 печатных работ, в том числе 9 статей в журналах из перечня российских рецензируемых научных журналов по списку ВАК, 2 статьи в журналах, индексируемых в SCOPUS.

Сведения о личном вкладе автора

Постановка задач исследования осуществлялась совместно с научным руководителем. Вклад автора заключается в выполнении теоретических и всех экспериментальных исследований, изложенных в диссертационной работе, включая экспериментальные методики исследований, подготовку шлифов для металлографического анализа, макетных образцов ТП и оснастки для

испытаний, выбор необходимого оборудования и проведение измерений, анализ и оформление результатов в виде публикаций и научных докладов.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, трёх глав, заключения, списка литературы и приложения с актом внедрения результатов диссертационной работы. Основной текст диссертации состоит из 147 машинописных страниц, 93 рисунков и 3 таблиц. Список литературы включает 95 наименований.

ГЛАВА 1. Тензорезисторные преобразователи давления на основе структур КНС и факторы, ограничивающие их характеристики.

1.1. Особенности структур КНС и преобразователей давления на их основе. Конструкции ТП давления на основе КНС.

Структуры КНС представляют из себя тонкие слои монокристаллического кремния (0,1–10 мкм), полученные обычно разложением моносилана на монокристаллическом лейкосапфире (Al_2O_3) [18]. Выбор этой технологии обусловлен возможностью снижения температуры процесса для уменьшения автолегирования кремния алюминием [19].

Технология выращивания не является простой [19]. Сильное автолегирование кремния алюминием ограничивает выбор нижнего уровня легирования, однако для тензорезисторов на основе КНС это практически не играет роли, т.к. они имеют p -тип проводимости и сильно легированы бором (концентрация дырок $p > 10^{19} \text{ см}^{-3}$). Образование эпитаксиального слоя на сапфире происходит таким образом, что атомы Si занимают на поверхности

подложки места, соответствующие атомам Al при продолжении решетки Al_2O_3 .

Для выращивания кремниевых слоев с нужной ориентацией (001) подложка сапфира должна иметь ориентацию $(01\bar{1}2)$, $(10\bar{1}2)$ или $(1\bar{1}02)$. Для тензорезисторных ПЧЭ оптимальной является структура КНС с кристаллографической ориентацией плоскости подложки $(001)_{Si} // (1\bar{1}02)_{Al_2O_3}$ (рис. 1.1) [3,20].

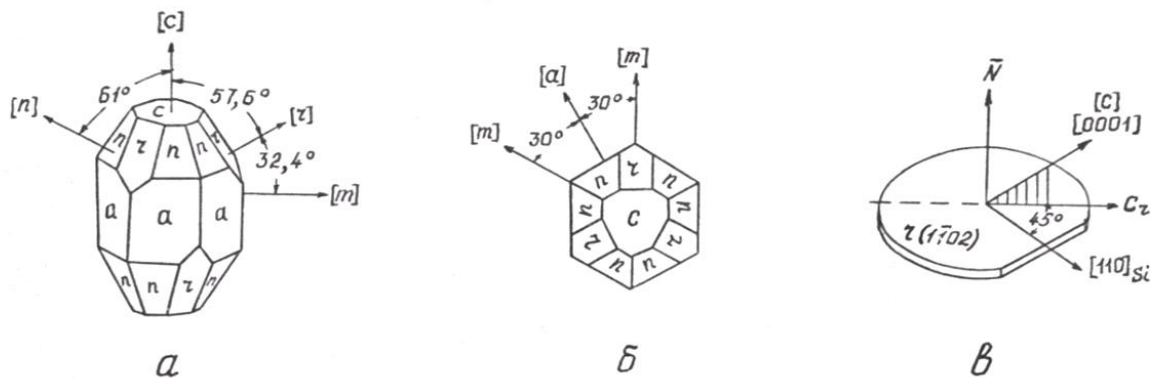


Рис. 1.1. а, б) Кристаллографические направления и плоскости в лейкосапфире ($\alpha-Al_2O_3$). в) Структура КНС на плоскости r сапфира (плоскость (001) кремниевого слоя). C_r - проекция оси C сапфира на плоскость r, N - нормаль к подложке. Срез на подложке перпендикулярен к направлению $[110]$ кремния [3,20].

Структуры с такой ориентацией наиболее широко применяются в производстве интегральных схем, и их свойства изучены наиболее полно [18,31]. Наилучшими характеристиками для тензорезисторов обладают сильно легированные (атомами бора) слои p-типа проводимости ($p > 10^{19} \text{ см}^{-3}$) [3].

Параметр несоответствия кристаллических решеток кремния и сапфира с подобной ориентацией составляет 5% [19]. Но дефектность таких слоев малая, об этом можно судить, например, по температурной зависимости подвижности носителей в слоях разной толщины (рис. 1.2).

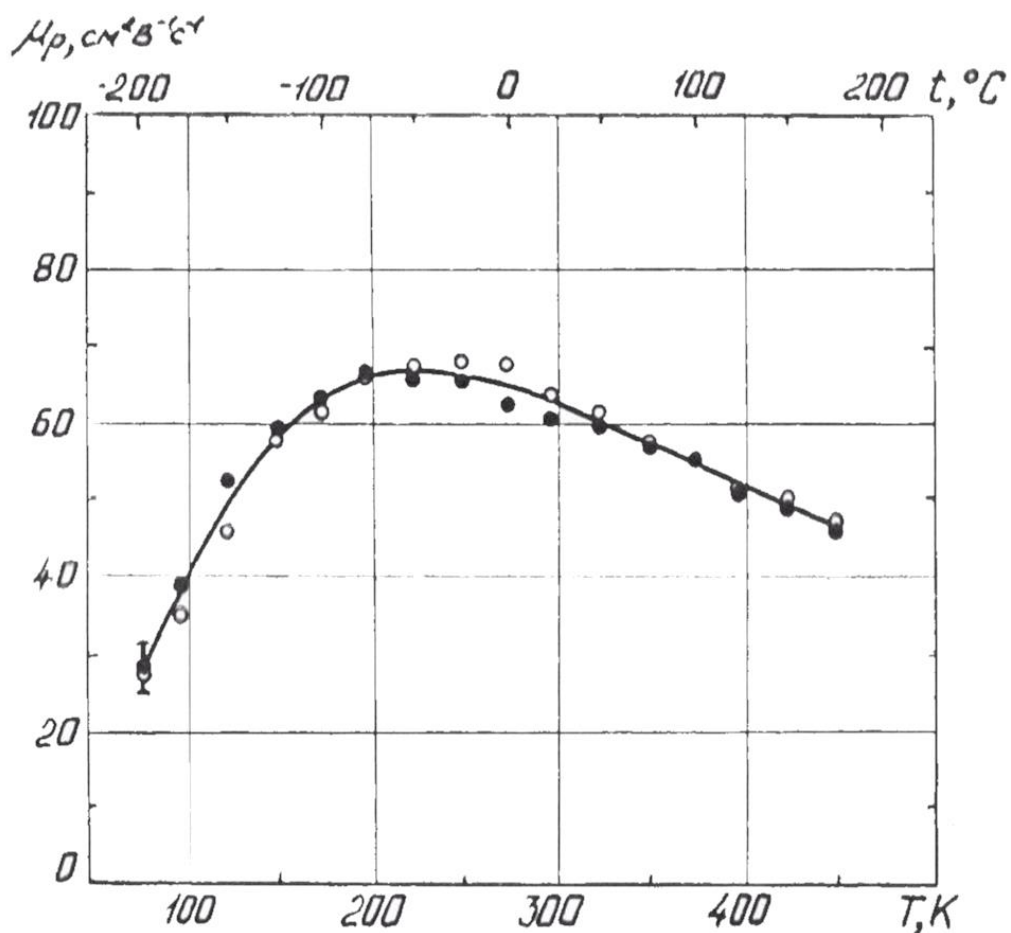


Рис. 1.2. Зависимость от температуры подвижности дырок в р-КНС с толщиной кремния 4,5 мкм (залитые точки на графике) и 0,15 мкм (пустые точки) [22].

Особенностью структур КНС является близкая к экспоненциальной зависимость удельного сопротивления от температуры (рис. 1.3а). Температурный коэффициент удельного сопротивления (ТКУС) сильно зависит от удельного сопротивления кремния (рис. 1.3б).

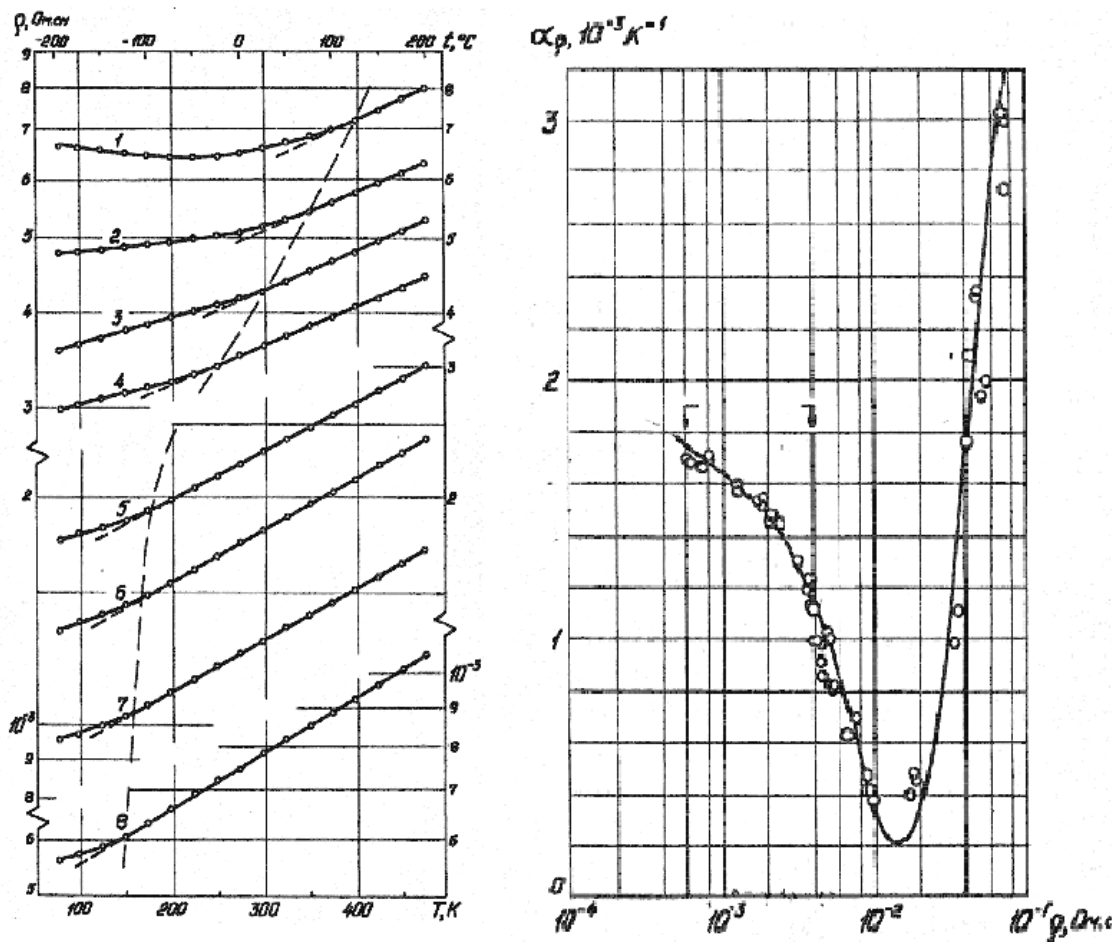


Рис. 1.3. а) Температурная зависимость удельного сопротивления слоев р-КНС с различным удельным сопротивлением: 1) $2.1 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 2) $2.8 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 3) $3.6 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 4) $4.3 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 5) $7.2 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 6) $8.5 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 7) $13 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$; 8) $23 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$ [22]. б) Зависимость ТКУС в структурах р-КНС от удельного сопротивления ($t=25^{\circ}\text{C}$). Стрелками отмечены границы области независимости ТКУС от температуры. Сплошная кривая соответствует объемному кремнию при $t=23^{\circ}\text{C}$ [23].

Тензорезистивный эффект в КНС.

Величина тензоэффекта в полупроводниковых тензорезисторах определяется изменением удельного сопротивления материала при механическом нагружении. Это обусловлено, в конечном счете, изменением зонной структуры полупроводника при деформации кристаллической решетки. Тензорезистивный эффект достаточно подробно описан в целом ряде обзоров и книг [24-28].

Для практического применения при разработке полупроводниковых ТП можно использовать феноменологическую модель тензоэффекта в

приближении линейной связи между удельным сопротивлением полупроводника ρ и механическим напряжением τ или деформацией ε . При феноменологическом описании тензорезистивного эффекта функциональная связь между вектором электрического поля E , вектором плотности электрического тока J и тензорами механических напряжений τ или деформаций ε представляется в виде:

$$E_i = (\rho_{ij}^0 + \Pi_{ijkl} \cdot \tau_{kl}) \cdot J_j = (\rho_{ij}^0 + M_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl}) \cdot J_j, (i, j, k, l = 1, 2, 3), \quad (1-1)$$

где

$$M_{ijkl} = \Pi_{ijqr} \cdot c_{qrkl}, \quad (1-2)$$

а c_{qrkl} – тензор коэффициентов жесткости.

Учитывая, что связь между векторами E и J осуществляется через тензор удельного сопротивления:

$$E_i = \rho_{ij} \cdot J_j, \quad (1-3)$$

а также то, что для большинства полупроводниковых кристаллов, в частности кремния, в отсутствие деформации удельное сопротивление изотропно, т.е.

$$\rho_{ij}^0 = \rho_0 \cdot \delta_{ij}, \quad (1-4)$$

где δ_{ij} – символ Кронекера ($\delta_{ij}=1$ при $i=j$ и $\delta_{ij}=0$ при $i \neq j$), соотношение (1-1) принимает вид:

$$\rho_i = \rho_0 \cdot (\delta_{ij} + \pi_{ijkl} \cdot \tau_{kl}) = \rho_0 \cdot (\delta_{ij} + m_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl}), (i, j, k, l = 1, 2, 3). \quad (1-5)$$

Величины π и m называются соответственно пьезо- и эласторезистивными коэффициентами (или коэффициентами пьезо- и эластосопротивления) и полностью описывают тензорезистивный эффект в полупроводнике. Наборы величин π_{ijkl} и m_{ijkl} образуют тензоры 4-го ранга [29]. Учитывая симметрию величин τ , ε , c , π , m , можно перейти к матричному обозначению [29-31].

В общем случае пьезо- и эласторезистивные коэффициенты $\pi_{\lambda\mu}$ и $m_{\lambda\mu}$ ($\lambda, \mu=1, 2, \dots, 6$) образуют матрицу с 36 компонентами. Число независимых компонент матриц в базисной системе координат x_i ($i=1, 2, 3$), связанной с кристаллографическими осями кристалла, зависит от симметрии кристалла.

При исследованиях тензорезистивного эффекта в структурах КНС экспериментально обычно определяют не коэффициенты пьезосопротивления, а коэффициенты эластосопротивления. Вызвано это тем, что механические напряжения в слое кремния отличаются от напряжений в сапфировой подложке, а вследствие связи на атомарном уровне между сапфиром и слоем кремния и малой толщины кремния деформация в слое кремния практически совпадает с деформацией поверхности сапфировой подложки.

Основные полупроводниковые материалы, представляющие наибольший интерес для применения (кремний, германий, соединения A^3B^5 и др.), имеют кубическую решетку и соответственно только три отличные от нуля коэффициенты эластосопротивления:

$$\begin{aligned} m_{11} &= m_{22} = m_{33}, \\ m_{12} &= m_{21} = m_{13} = m_{31} = m_{23} = m_{32}, \\ m_{44} &= m_{55} = m_{66}. \end{aligned} \quad (1-6)$$

Соответственно тензорезистивный эффект в кремнии описывается выражением:

$$\rho_i = \rho_0 \cdot (1 + m_{ij} \cdot \varepsilon_j), (i, j = 1 \dots 6). \quad (1-7)$$

Исследование тензорезистивного эффекта в структурах p -КНС было проведено в диапазоне температур 4...800 К [30-32] (рис. 1.4). Для p -КНС экспериментальная температурная зависимость коэффициента эластосопротивления m_{44} в определённом интервале температур хорошо описывается экспоненциальным законом [3]:

$$m_{44}(T) = m_{44} \cdot e^{\alpha_m T}. \quad (1-8)$$

В своих работах Стучебников В. М. отмечал, что: «Температурный коэффициент эластосопротивления α_m сохраняет постоянное значение в широком диапазоне температур при определенных величинах концентраций дырок» [3].

Экспоненциальная зависимость удельного сопротивления ρ и коэффициента эластосопротивления m_{44} в p -КНС обеспечивает возможность

самокомпенсации температурной зависимости чувствительности при питании током и таким образом повышает точность ТП давления [22].

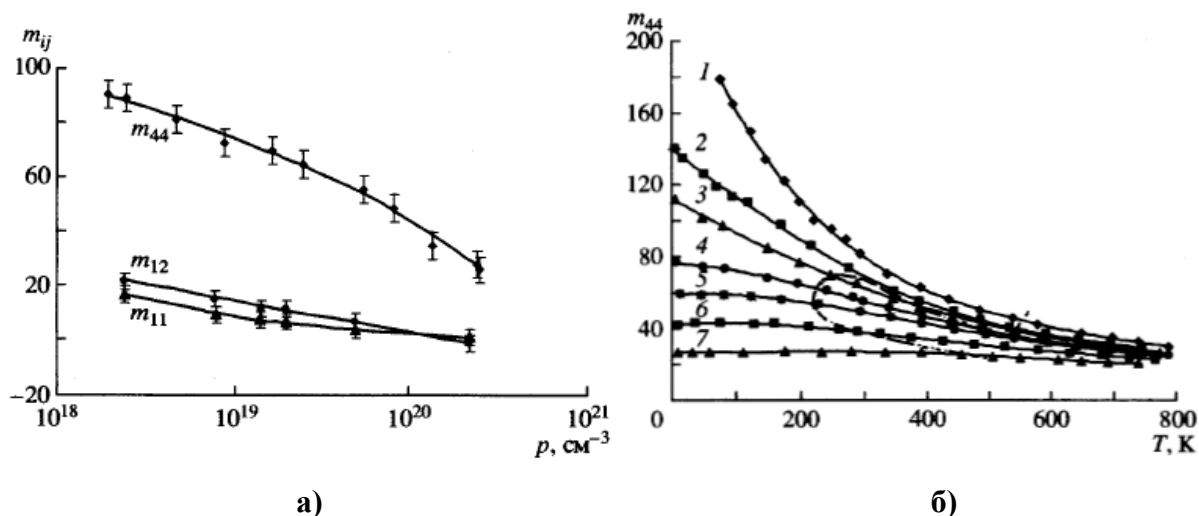


Рис. 1.4. а) Зависимость коэффициентов эластосопротивления p -КНС от концентрации дырок при комнатной температуре [3]; б) Температурная зависимость коэффициента m_{44} . Штриховой линией выделены области, в которых выполняется соотношение (1-8). Концентрация дырок: 4.6×10^{19} (1), 1.6×10^{19} (2), 2.3×10^{19} (3), 5.4×10^{19} (4), 8.4×10^{19} (5), 1.3×10^{20} (6), 2.3×10^{20} (5) [3].

Конструкция ТП давления на основе КНС.

Основной частью датчика давления является тензопреобразователь, который служит для преобразования измеряемого давления в электрический сигнал.

В настоящее время наиболее широко используется тип конструкции ТП, упругий элемент которого представляет собой «пирог», состоящий из 3-х слоёв: 1) металлическая мембрана; 2) соединительный слой; 3) упругий элемент из сапфира.

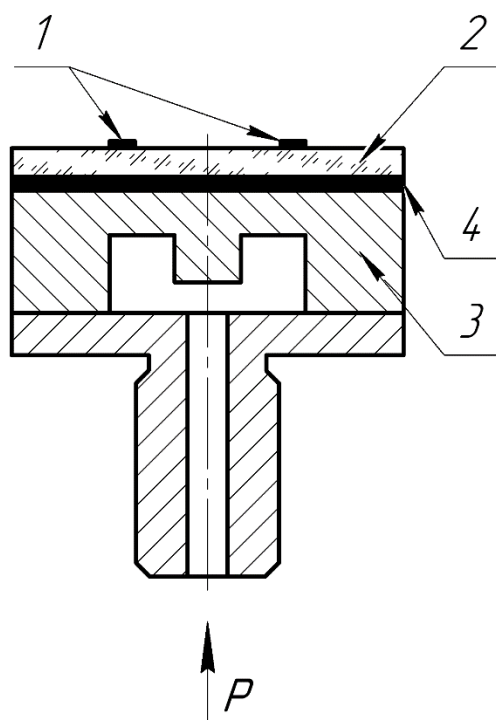


Рис. 1.5. Схематическое изображение конструкции ТП давления с трёхслойным упругим элементом из сапфира и металла. 1 – кремниевые тензорезисторы; 2 – сапфировая подложка; 3 – металлический упругий элемент; 4 – соединительный слой.

Тензопреобразователи делятся по конструкции на 2 типа: одномембранные и двухмембранные. На рис. 1.6 показаны основные конструкции ТП давления, разработанных в ПГ МИДА.

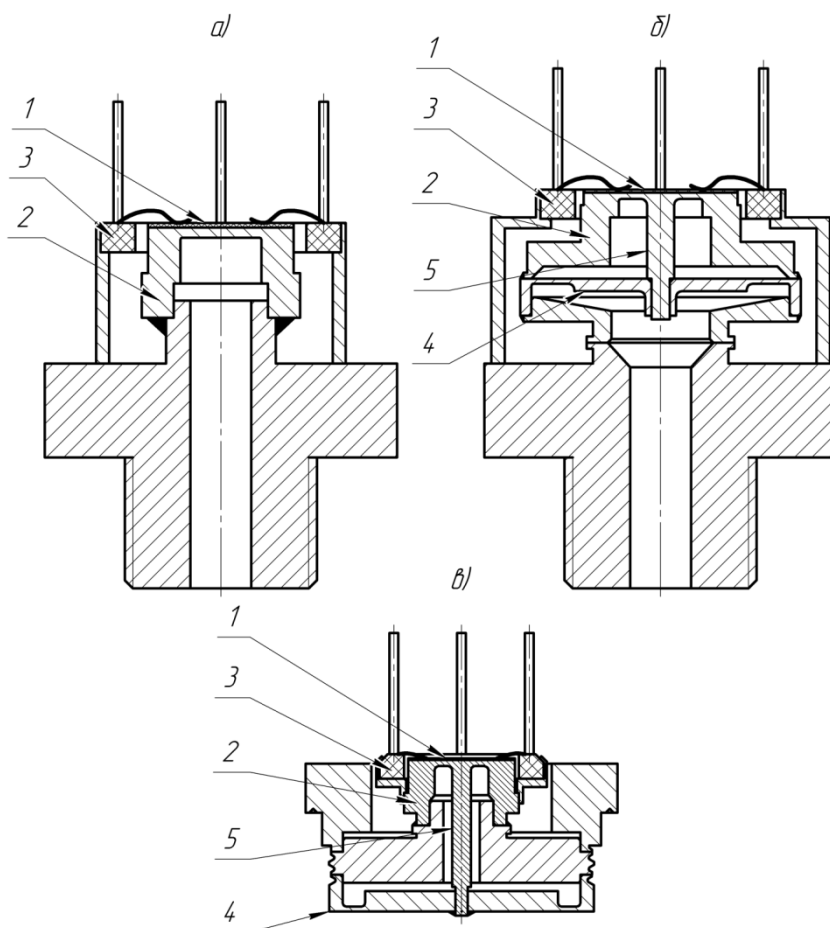


Рис. 1.6. Основные конструкции ТП избыточного давления: одномембранный (а) и двухмембранные (б, в) трёхслойные ТП: 1 – ПЧЭ на основе КНС; 2 – металлическая измерительная мембрана; 3 – коллектор; 4 – металлическая воспринимающая мембрана; 5 – шток.

Работа тензопреобразователя происходит следующим образом. Давление измеряемой среды воздействует на воспринимающую мембрану и через шток (рис. 1.6б,в), или непосредственно (рис.1.6а) на металлическую мембрану и жёстко соединённый с ней полупроводниковый чувствительный элемент с четырьмя тензочувствительными кремниевыми резисторами, расположенными на его поверхности в зонах максимальных деформаций, возникающих на мембране при подаче давления [10,11]. Тензорезисторы соединены в мостовую схему, на выходной диагонали которой возникает электрический сигнал, вызванный деформацией упругого элемента при подаче давления. В отличие от датчиков типа «Сапфир», в датчиках МИДА мостовая схема питается стабилизированным напряжением, что упрощает электронику

датчика, и при этом позволяет проводить пассивную [13] или активную компенсацию температурной погрешности ТП не хуже, чем в случае питания постоянным током [13].

Традиционно соединение ПЧЭ с мембраной производится жесткой пайкой сапфира на упругие элементы из титана и его сплавов серебро-медным припоем ПСр72 [36], что обеспечивает передачу деформации от металлического упругого элемента к ПЧЭ.

Однако, наличие в трёхслойных ТП материалов с сильно различающимися коэффициентами теплового расширения (КТР) (сапфир и титан) вызывает термические деформации ПЧЭ, изменяющие свойства тензорезисторов, что приводит к дополнительной температурной погрешности ТП из-за возникающей температурной зависимости начального выходного сигнала мостовой тензосхемы. Функция упругого преобразования у данных ТП зависит как от характеристик сапфира, так и от характеристик металла; на выбор оптимального уровня легирования структур КНС в общем случае влияет конструкция ТП. Описанная технология пайки ограничивает выбор материала для упругого элемента такого вида ТП титановыми сплавами.

ТП с ПЧЭ из КНС не только обладают достоинствами ТП с интегральными кремниевыми ПЧЭ, но и имеют ряд преимуществ [3,4]. Так в работе Стучебникова В. М. указывается: «Во-первых в ПЧЭ на основе КНС отсутствует *p-n*-переход, изолирующий тензорезисторы от подложки в твердотельных ПЧЭ, что позволяет в десятки раз повысить пробивное напряжение датчиков и значительно увеличить рабочую температуру (ПЧЭ на основе КНС в принципе работоспособны при высоких температурах вплоть до начала пластических деформаций в кремнии, т. е. приблизительно до 700 °С). Во-вторых, однородное легирование слоя кремния позволяет эффективно управлять характеристиками ПЧЭ и приборов на их основе. В-третьих, наличие прочной изолирующей подложки значительно расширяет возможности совершенствования тензочувствительной схемы и

характеристик ТП. В-четвертых, структуры КНС (и ПЧЭ на их основе) обладают высокой радиационной стойкостью. Немаловажным является и то обстоятельство, что технология изготовления преобразователей механических величин с ПЧЭ на основе КНС практически не требует чистых условий твердотельного производства» [3]. В целом применение структур КНС в тензопреобразователях давления оказалось настолько удачным, что многие крупные иностранные компании, такие как Kulite Semiconductor Products (США) [72], Yokogawa (Япония) [73], Omega (Великобритания) [74], Sensonetics (США) [75], Honeywell (США) [76], ESI Technology (Великобритания) [77], Althen (Нидерланды) [78] используют данную технологию. В России датчики и преобразователи давления на основе структур КНС, кроме Промышленной группы МИДА (г. Ульяновск) [79], производят такие компании как НПК ВИП (г. Екатеринбург) [80], Metronic (г. Москва), Микротензор (г. Орёл) [81]. При этом со временем, как правило, совершенствовались лишь технологии цифровой обработки и коррекции выходного сигнала, а не сама технология ТП.

Полупроводниковый чувствительный элемент (ПЧЭ).

ПЧЭ на основе КНС для тензопреобразователя давления представляет собой сапфировую подложку (толщиной, как правило, 80–240 мкм), на одной из сторон которой располагаются кремниевые тензорезисторы (ТР), соединенные в мостовую схему, а обратная сторона используется для напайки ПЧЭ на мембрану. На рис. 1.7 показана некоторая топология ПЧЭ для ТП давления, разработанные в ПГ МИДА. Как правило, активные тензорезисторы соединяются в замкнутую мостовую схему [3,4] с элементами балансировки, выполненными из кремния, что улучшает температурные характеристики ТП; такая схема имеет более стабильные и воспроизводимые характеристики, чем разомкнутый мост [2].

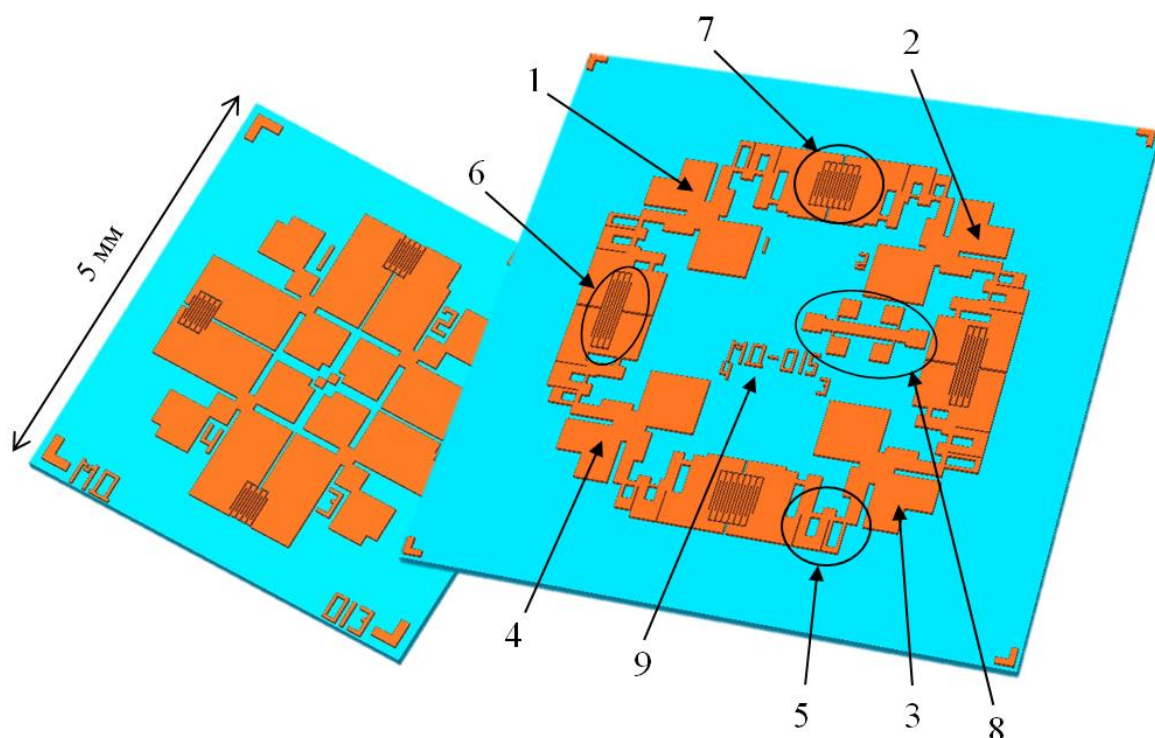


Рис. 1.7. Некоторые топологии ПЧЭ на основе КНС для тензопреобразователя давления: 1-4 – контактные площадки моста; 5 – подгоночные резисторы; 6 – тангенциальный ТР; 7 – радиальный ТР; 8 – тестовый элемент (ТЭ); 9 – маркировка. На рисунке голубой цвет – лейкосапфир, коричневый – кремний. Вся поверхность ПЧЭ за исключением контактных площадок покрыта защитным слоем из SiO_2 .

Стучебников В. М. в своих работах отмечал: «Замкнутый мост позволяет устранить влияние контактных сопротивлений металл-кремний. Для получения оптимальной топологии ПЧЭ, обеспечивающей высокие метрологические характеристики ТП, необходимо учитывать степень легирования кремния, расположение и форму тензорезисторов (включая геометрический фактор, т.е. отношение ширины ТР к их толщине), а также форму области, занимаемой тензосхемой (в достаточно больших по площади участках кремния термические напряжения могут быть анизотропными в зависимости от формы этих участков)» [3].

С целью обеспечения высокой воспроизводимости характеристик при массовом производстве ПЧЭ изготавливаются методами твердотельной

технологии. Все процессы формирования тензочувствительной схемы ПЧЭ (фотолитография, травление кремния, защита схемы, травление защитного слоя) проводятся по групповой технологии микроэлектроники. Тензорезисторы и контактные площадки формируются одновременно ионным травлением. Для дополнительной стабилизации характеристик все тензорезисторы защищаются пленкой пиролитического окисла. На одной структуре одновременно формируются тензосхемы нескольких десятков ПЧЭ (в зависимости от размеров ПЧЭ и структур КНС) (рис 1.8). После скрайбирования, шлифовки сапфировой подложки до нужной толщины и разделения на элементы ПЧЭ напаиваются твердым припоем всей поверхностью на мембранный упругий элемент ТП. Вход и выход тензосхемы соединяются с контактами коллектора ультразвуковой сваркой алюминиевых проводников.

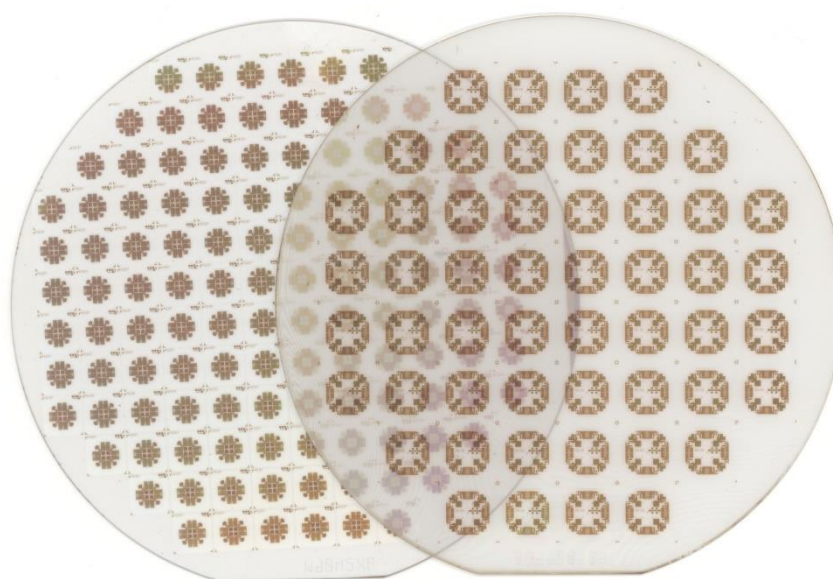


Рис. 1.8. Пластина КНС диаметром 76 мм со сформированными на ней тензосхемами.

ПЧЭ непосредственно преобразует механическую энергию в электрическую, т.к. его деформация ε вызывает изменение сопротивления тензорезисторов и появление электрического сигнала U на выходе тензочувствительной мостовой схемы. Тензорезисторы ПЧЭ имеют вид

длинных узких структур в виде меандров (рис. 1.9), которые соединены нижним основанием с сапфировой подложкой.

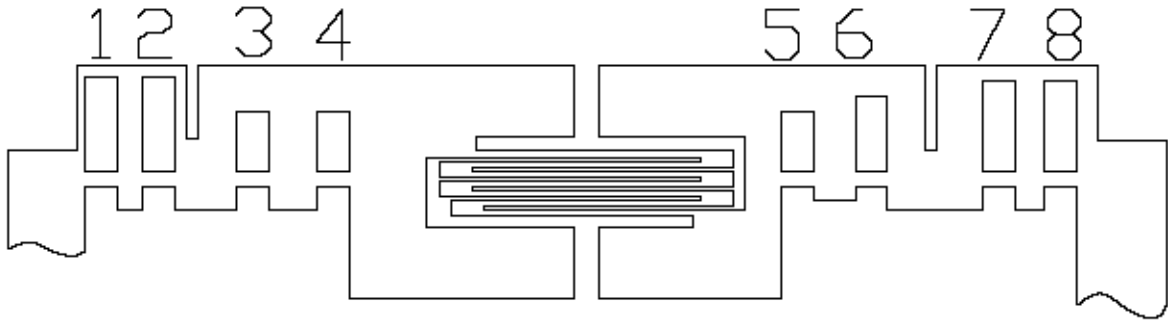


Рис. 1.9. Фрагмент тензорезистивного моста ПЧЭ для ТП давления: в центре – тензорезистор в форме меандра, цифрами обозначены подгоночные резисторы.

Обычно мостовая тензочувствительная схема состоит из четырёх попарно одинаковых ТР, два из которых увеличивают свое сопротивление под воздействием деформации ε ПЧЭ, вызванной измеряемым механическим параметром, а два - уменьшают. Если предположить, что в отсутствие измеряемого параметра сопротивления тензорезисторов одинаковы:

$$R_1(O, T) = R_2(O, T) = R_3(O, T) = R_4(O, T) = R_0(T) \quad (1-9)$$

то выходное напряжение мостовой тензочувствительной схемы при питании моста постоянным напряжением $U_{пит}$ определяется выражением:

$$U_{вых} = U_{пит} \frac{R_1 - R_2}{R_1 + R_2} \quad (1-10)$$

1.2. Основные составляющие погрешностей ТП. Источники погрешностей ТП.

Основными метрологическими характеристиками ТП согласно стандартам на датчики давления [37] являются вариация, нелинейность и повторяемость функции преобразования механической величины в электрический выходной сигнал тензомоста, которая устанавливается линейной (синяя линия на рис 1.11). Точностью ТП принято считать квадратный корень из суммы квадратов нелинейности, вариации и повторяемости. Чем точнее ТП, тем ниже будет основная приведённая погрешность датчика, построенного на его основе.

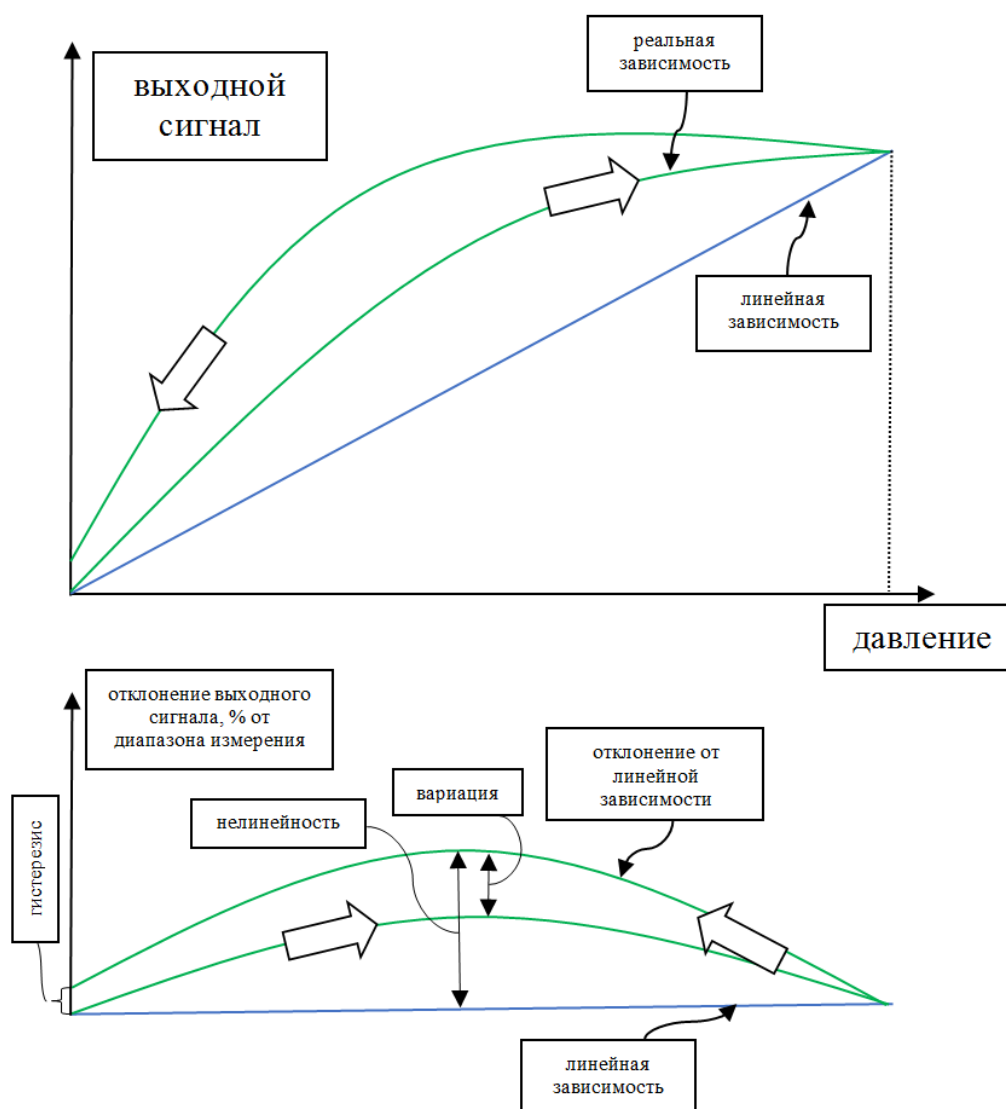


Рис. 1.10. Эюры преобразования давления в электрический сигнал.

Исследователями отмечалось, что: «Нелинейность зависит как от формы упругого элемента ТП (нелинейность механического преобразования), так и от расположения ТР относительно деформации (нелинейность механоэлектрического преобразования)» [3]. На рис. 1.11 показано распределение значений нелинейности для серийных преобразователей давления МИДА-МИ-71 (при комнатной температуре) с разными диапазонами измерения. Видно, что в улучшенных конструкциях ТП нелинейность не превышает 0.1 %.

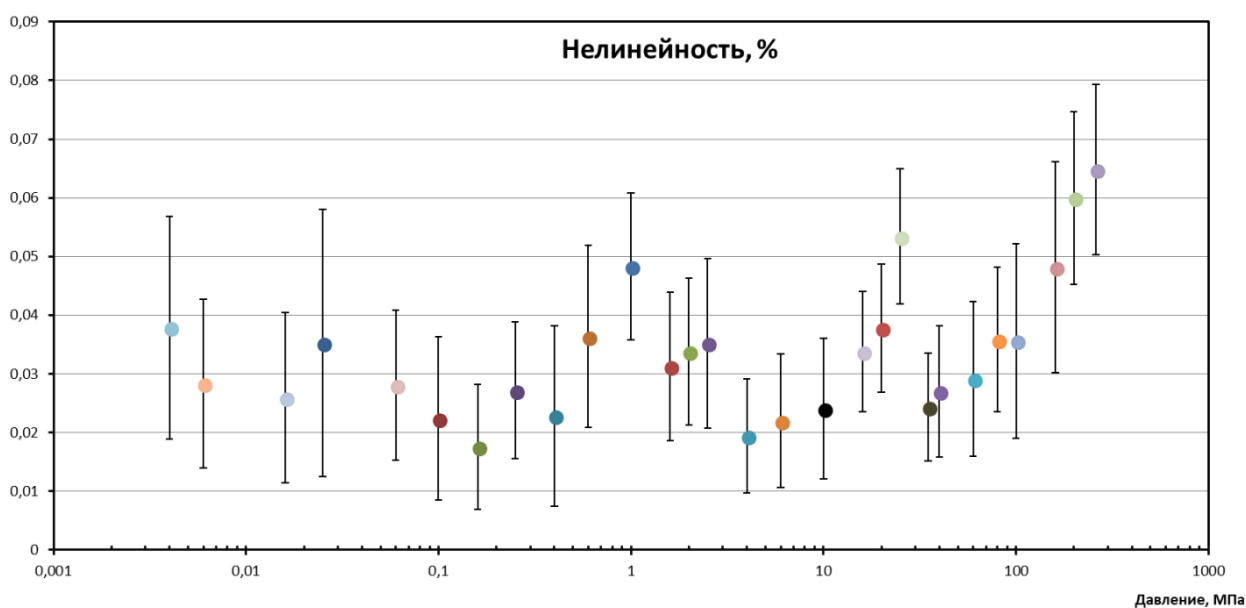


Рис. 1.11. Среднее значение и дисперсия нелинейности ТП МИДА-МИ-71 с разными диапазонами измерения (выборка: 20764 приборов).

В отличие от нелинейности, гистерезис, вариация и повторяемость не могут быть скомпенсированы электронной схемой датчика. Применение жесткого припоя (СТЕМЕТ 1202) в сочетании с соответствующими титановыми сплавами (ВТ6, ВТ9) существенно уменьшает вариацию (рис. 1.12). Повторяемость ТП при этом не хуже 0.01–0.02 % от диапазона измерения.

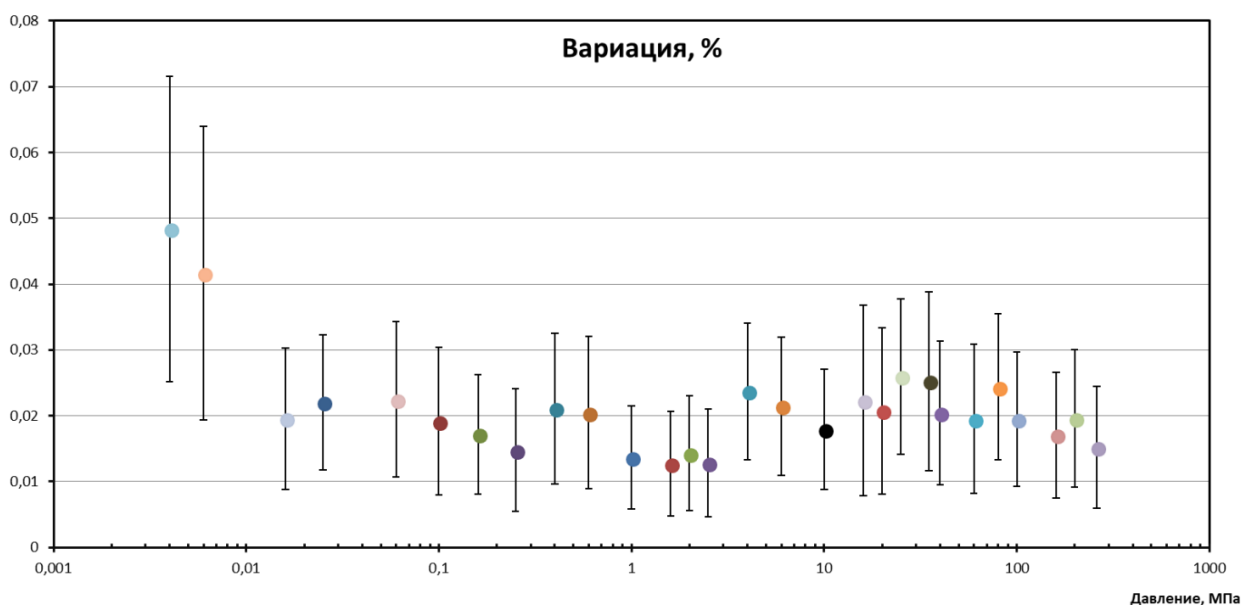


Рис. 1.12. Среднее значение и дисперсия вариации ТП МИДА-МИ-71с разными диапазонами измерения (выборка: 20764 приборов).

Кроме указанных погрешностей для ТП нормируется еще одна составляющая, которой является температурная погрешность, определяющая точность измерения давления при изменении температуры. Учёные и метрологи показывали: «для тензорезисторных датчиков механических величин, работающих в широком интервале температур, нормирование дополнительной температурной погрешности с помощью линейного температурного коэффициента ($\%/10^{\circ}\text{C}$), устанавливаемое действующим стандартом, приводит к значительному искажению результатов измерения. Более правильным является нормирование зоны температурной погрешности в интервале температур, в котором производится термокомпенсация датчиков. Это особенно важно для полупроводниковых тензорезисторных датчиков с нелинейной температурной зависимостью выходного сигнала» [33]. Следует различать аддитивную и мультипликативную составляющие температурной погрешности, поскольку они имеют различное происхождение и вносят разный вклад в суммарную температурную погрешность. На рис. 1.13 показана зона полной температурной погрешности серийных ТП.

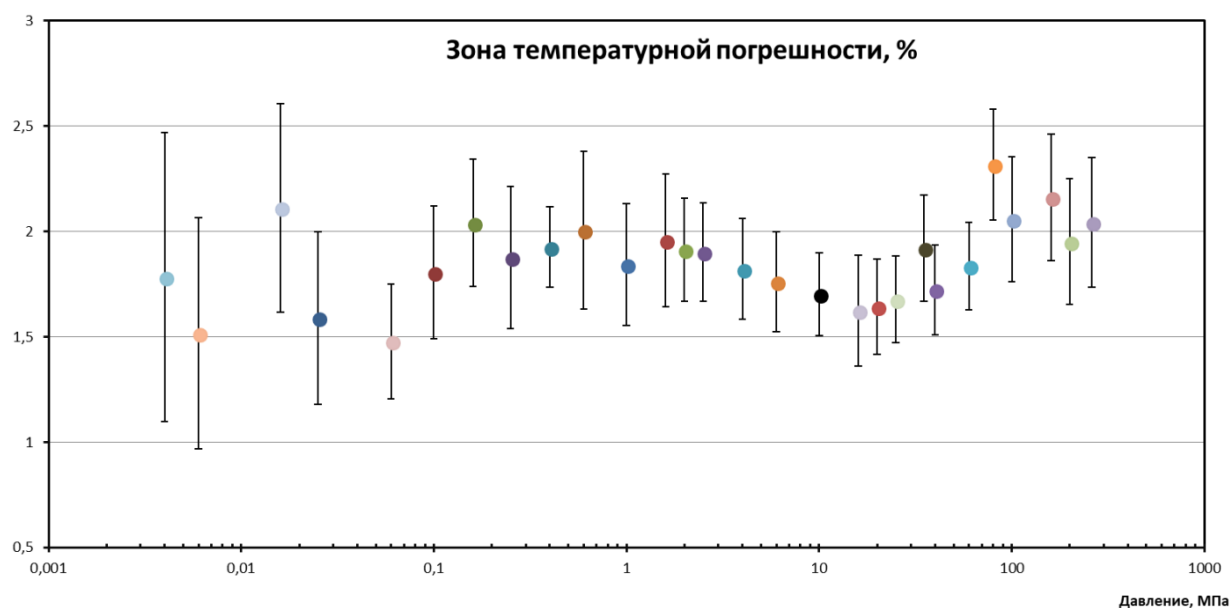


Рис. 1.13. Среднее значение и дисперсия зоны температурной погрешности ТП МИДА-МИ-71 с разными диапазонами измерения в интервале температур (-40...+80) °С при пассивной компенсации.

В работах исследователей, посвященных разработке прецизионных математических моделей преобразования и алгоритмов вычислений значений давления, указывается, что аддитивная часть погрешности проявляется в виде температурного дрейфа начального выходного сигнала. Основная причина данной погрешности – напряжения в сапфире, вызванные температурой. Также эта часть погрешности имеет фиксированное значение и не зависит от диапазона (разность между значениями выходного сигнала при номинальном давлении и в его отсутствии) ТП. Т.е. при уменьшении диапазона выходного сигнала ТП вклад аддитивной части температурной погрешности будет увеличиваться. Мультипликативная часть температурной погрешности связана с зависимостью диапазона выходного сигнала ТП от температуры, что в свою очередь объясняется температурной зависимостью упругих свойств металлической мембраны и сапфировой подложки чувствительного элемента ТП. От температуры также изменяется и коэффициент тензочувствительности. Стоит отметить, что относительная величина этой части погрешности не зависит от диапазона ТП.

Проведённые в научно-исследовательской лаборатории ООО «МИДАУС» исследования показали, что при измерении давлений также необходимо учитывать вклад динамических процессов, возникающих при адиабатическом сжатии среды. Изменение температуры измеряемой среды оказывает двойное действие на выходной сигнал ТП: во-первых, возникают термоупругие деформации чувствительного элемента; во-вторых, меняется температура слоя кремния в КНС структуре. Оба этих фактора приводят к систематической погрешности измеряемого давления. Отметим, что данный эффект проявляется при измерении достаточно высоких давлений. В связи с этим необходимо учитывать термодинамические процессы, вызванные быстрым изменением давления, сопровождающегося изменением температуры измеряемой среды. Эти процессы могут вносить заметную систематическую ошибку по двум составляющим: термоупругие деформации в измерительной мембране и температурный дрейф тензомоста. Первый процесс имеет меньшую длительность и составляет несколько десятков секунд, его вклад скомпенсировать не представляется возможным, в отличие от температурного дрейфа, длительность которого может быть весьма значительной и определяется интенсивностью теплообмена тензомоста с окружающей средой. Компенсация температурного дрейфа достигается вычислительной обработкой получаемых сигналов от тензомоста.

В настоящее время наблюдается бурное развитие различных микросхем и микроконтроллеров, позволяющих производить обработку выходного сигнала с преобразователей механических величин, в частности преобразователей давления. Особенно легко поддается цифровой обработке выходной сигнал в датчиках. В связи с этим основную часть погрешностей (нелинейная зависимость выходного сигнала от давления и температуры), свойственных преобразователям давления, оказалось возможным скомпенсировать. В данный момент нелинейность и температурная погрешность «нуля» и чувствительности не являются определяющими для точности датчиков давления. Однако, не все составляющие точности

оказалось возможным скомпенсировать схемотехническими и программными методами. При этом при повышении точности датчиков эти составляющие погрешности нельзя не учитывать. К ним относятся вариация, гистерезис, гистерезис первого нагружения (ГПН), температурный гистерезис (ТГ) и временная нестабильность.

Гистерезис первого нагружения.

При эксплуатации у потребителей датчиков давления на основе структур КНС было выявлено, что после опрессовки датчика, т.е. момента, когда на него впервые подаётся давление, наблюдается несовпадение выходного сигнала до и после подачи нагрузки в виде давления. Интересен тот факт, что это смещение начального выходного сигнала на порядок больше, чем после последующих циклов подачи давления. Согласно терминологии ГОСТ 22520–85 эта величина - гистерезис. В связи с этим в работах [9,38] было дано определение: гистерезис первого нагружения (ГПН) – параметр, показывающий величину смещения выходного сигнала именно после 1-го нагружения. Важность этого параметра обусловлена тем, что согласно ГОСТ 22520–85 перед измерением метрологических характеристик датчиков давления необходимо провести их опрессовку (подать и сбросить номинальное давление) и только потом проводить измерения нагрузочной характеристики. При таком варианте измерений гистерезис становится намного меньше. При этом при использовании датчиков давления на различных промышленных предприятиях подача первичного давления на датчик после его монтажа в систему не представляется возможной, так как сразу же начинается происходить выдача показаний с датчика. Кроме того, величина ГПН зависит от предыстории: если при повторном нагружении она практически исчезает, то после изменения температуры ТП и возврата к исходной температуре ГПН появляется вновь, причём его величина тем больше, чем больше разность температур (рис. 1.14) [9].

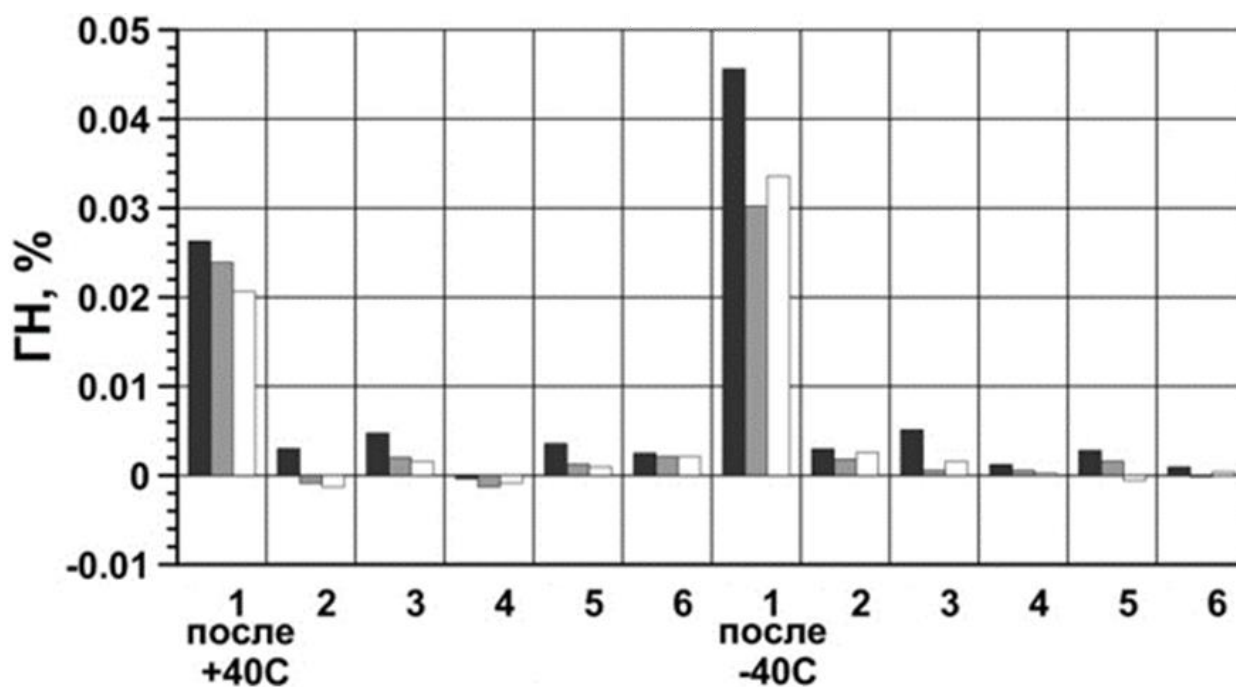


Рис. 1.14. Гистерезисы нагрузжений 3-х ТП при 80 °С после возврата с различных температур. 1–6 – номера циклов нагрузжения. Пайка припоем ПСр72.

Температурный гистерезис.

Также имеет место такая погрешность ТП как температурный гистерезис (ТГ) [39], хотя он не нормируется существующими стандартами (так же, как и ГПН).

При проведении измерений выходного сигнала ТП при фиксированной температуре выяснилось, что имеет место зависимость выходного сигнала от того, подходим ли мы к точке измерений после охлаждения или нагрева. Это говорит о различии в выходном сигнале датчика или преобразователя при одном значении давления при циклическом изменении температуры. Как следствие, появляется ещё одна не регламентированная ГОСТ 22520–85 погрешность - температурный гистерезис (рис. 1.15). Помимо циклического изменения температуры, он может проявляться в виде невозврата выходного сигнала после охлаждения или нагрева.

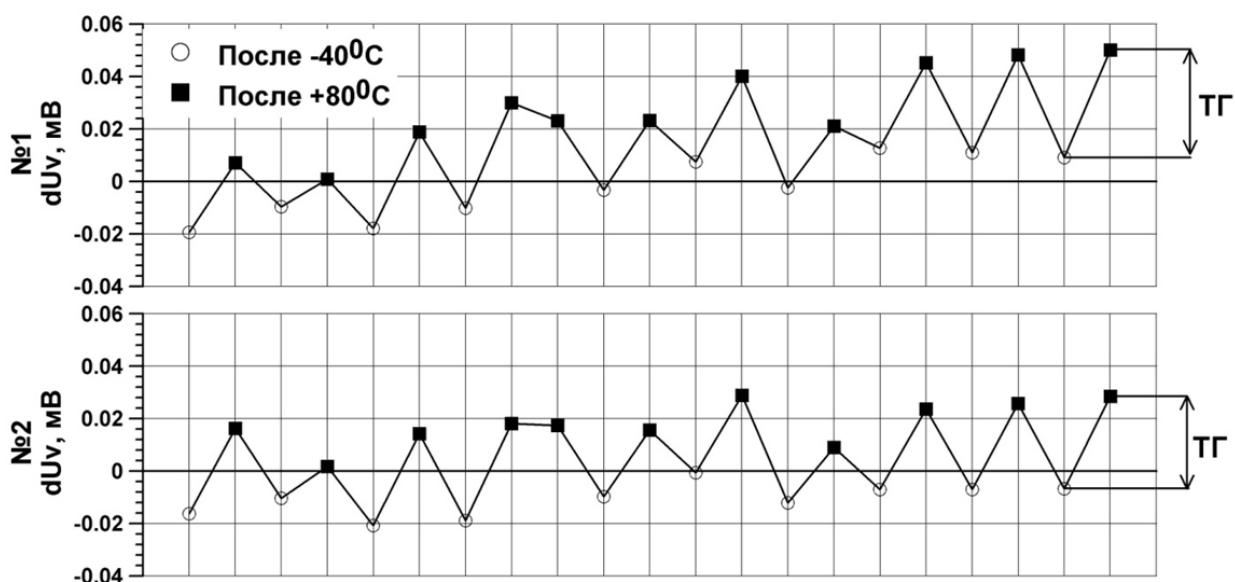


Рис. 1.15. Изменение начального выходного сигнала двух тензопреобразователей при 30 °С при циклическом изменении температуры в диапазоне (-40...+80) °С. ТГ – температурный гистерезис. [9]

1.3. Составляющие конструкции ТП.

Как уже говорилось, как правило, при изготовлении тензопреобразователей на структурах «кремний на сапфире» упругую мембрану из титанового сплава соединяют с сапфиром, являющимся подложкой ПЧЭ, с помощью технологии высокотемпературной вакуумной пайки. При этом используется припой на основе серебра ПСр72. Различия в КТР сапфира и металлической мембраны приводят к появлению существенных термических напряжений, что является источником дополнительной погрешностей при изменении температуры. Кроме того, эти напряжения могут быть источниками нестабильности и гистерезисных явлений в ТП. Поскольку сапфировая подложка представляет собой монокристалл, а титановые сплавы сохраняют упругие характеристики в широком диапазоне деформаций, то соединительный слой может быть основным источником нежелательных характеристик ТП. Несмотря на то, что преобразователи давления с КНС используются уже более сорока лет, свойства соединительного слоя, образованного при пайке серебрясодержащим припоем, остаются практически неизвестными.

Попытки жесткого соединения ПЧЭ на основе КНС таким способом с другими материалами заканчивались неудачей. Успешной была лишь пайка ПЧЭ стеклом на алюмосиликатную керамику; полученные ТП имели хорошие характеристики, но ограниченную область применения [3,66]. Также существует большое количество патентов и статей, где предложено множество различных вариантов соединения сапфира с металлами, начиная от диффузионной сварки и заканчивая использованием многослойных компенсационных прокладок, нанесением слоя кремния на сапфир, сварка в сильном электростатическом поле и прочие экзотические варианты [40-43]. Но все они либо очень сложны в исполнении, либо обладают низкими механическими свойствами.

С появлением аморфных припоев СТЕМЕТ на основе титана и циркония открылись новые возможности соединения сапфира с другими материалами, а также ранее не соединяемых пайкой материалов друг с другом. В ПГ МИДА ведутся работы по исследованию новых возможностей пайки при производстве приборов давления, результаты которых частично вошли в настоящую работу.

1.4. Постановка задачи.

Как говорилось выше, в тензопреобразователях механических величин на основе структур КНС металлические упругие элементы (обычно мембраны) традиционно изготавливаются из титановых сплавов. Это связано с тем, что сапфир хорошо и прочно соединяется с титаном и его сплавами пайкой серебрясодержащими припоями (обычно ПСр72). Вместе с тем, с самого начала был ясен недостаток титано-сапфировой конструкции, связанный со различием КТР лейкосапфира и титанового сплава. Как следствие, при нагреве возникает сильное сжатие чувствительного элемента, что приводит к появлению сильной температурной зависимости начального выходного сигнала преобразователя. Это характерно для всех титановых сплавов, но вот влиянием различных типов сплавов на метрологию ТП никто не занимался.

Подробных исследований характеристик титановых сплавов, оптимальных для ТП механических величин, также не проводилось. В разное время в ТП использовались различные сплавы титана, которые разрабатывались в основном для нужд авиационной промышленности: ВТ20, ВТ16, ВТ9, ВТ6 и другие [45]. Выбор был достаточно умозрительным; так, например, для ТП давления высокотемпературных сред в НИИ Теплоприборе использовался сплав ВТ9, разработанный для конструктивных деталей самолётов, работающих в условиях высоких температур [45].

В последнее время в промышленности быстро растёт потребность и в измерении давления при высоких температурах (200–400 °С). Ещё в 1980-х годах в НИИ Теплоприборе (г. Москва) были проведены исследования, которые показали перспективность для измерения давления высокотемпературных сред ТП давления на основе КНС [46], хотя серийное производство высокотемпературных датчиков давления на основе КНС было освоено только в конце 1990-х годов в Промышленной группе МИДА [47].

На современном этапе появилась потребность в высокотемпературных датчиках давления с высокой точностью во всём рабочем температурном диапазоне. И в этом случае поведение ТП давления на основе КНС в значительной степени определяется сложным трёхслойным строением преобразующего элемента (сапфир, припой, металл). Каждый из этих слоёв имеет свои специфические свойства (модуль Юнга, коэффициент теплового расширения, предел ползучести и т.д.), которые влияют на метрологические характеристики ТП. Недостаточно высокие упругие характеристики материалов могут вызывать определённую нестабильность выходных характеристик ТП, которую невозможно скомпенсировать электроникой.

На сегодняшний день проделано много работы по оптимизации составляющих ТП: выбор оптимальной степени легирования кремния при питании током и напряжением [3,4]; выбор оптимальной топологии и толщины слоя кремния [3,4]; выбор оптимальных размеров и формы элементов ТП [28]; выбор оптимального места расположения тензорезисторов

и оптимизация конструкции ТП [10-12, 21]. Все эти исследования были проведены в рамках стандартных составляющих (титановые сплавы, серебрясодержащий припой). При этом детальное исследование характеристик металлических составляющих ТП (металл мембраны и соединительного слоя) оставалось в стороне.

Цель данной диссертации заключалась в исследовании металлических частей ТП давления на основе КНС с целью повышения метрологических характеристик и расширения области использования ТП в сторону высоких температур. Для этого проводилось сравнение поведения в области высоких температур различных типов ТП давления на основе КНС, отличающихся материалами упругой мембраны и припоя, а также выяснение возможности технологической стабилизации характеристик ТП. Определённым стимулом к началу работ по осмысленному выбору титановых сплавов для ТП давления послужила необходимость разработать ТП давления без гистерезиса первого нагружения.

В связи со всем вышеизложенным были поставлены следующие задачи:

1. изучение свойств «классического» паяного соединения сапфира с титановым сплавом ВТ6 припоем ПСр72 и выбор более подходящего припоя;
2. изучение свойств различных металлов, используемых в мембранах, и выбор наиболее подходящего;
3. исследование возможности соединения сапфира с другими материалами, более близкими по КТР к сапфиру;
4. исследование влияния структурного состояния материала мембраны на метрологические характеристики;
5. исследование влияния свойств составляющих ТП на их характеристики в разных диапазонах температур; выбор наилучшего сочетания составляющих для высокоточных и высокотемпературных ТП давления).

ГЛАВА 2. Исследование технологических особенностей изготовления упругих элементов ТП с целью улучшения метрологических характеристик преобразователей.

2.1. Структура и механические свойства материалов для упругих элементов ТП.

Как уже говорилось, для упругих элементов ТП традиционно используются различные титановые сплавы, поскольку сапфир соединяется с металлом только при наличии титана (или циркония) [41] в соединительном слое. Поэтому большая часть исследований была проведена с титановыми сплавами. Однако, при использовании в соединительном слое материала СТЕМЕТ (подробнее ниже), стало возможно соединять сапфир с другими металлами, поскольку титан содержится непосредственно в припое. Поэтому были проведены также исследования материалов, близких по КТР к сапфиру – сплава 29НК, циркониевого сплава Э110 и алюмосиликатной керамики.

При выборе материала для изготовления мембраны тензопреобразователя необходимо знать механические свойства материала, определяющие его прочность, упругость, твердость и пластичность. Данные по указанным свойствам материалов, приведённые в литературе, во-первых, недостаточно полны и, во-вторых, часто являются обобщёнными для определённого класса металлов. Поэтому сведения о различных механических свойствах материалов необходимо получать экспериментально в процессе механических испытаний. Также для понимания величины напряжений в конструкции необходимы сведения и о такой характеристике материалов, как коэффициент теплового расширения, характеризующий относительное изменение объёма или линейных размеров тела с увеличением температуры на один Кельвин при постоянном давлении.

Рис. 2.1 демонстрирует схематическую модель материала под действием силы F , а также показывает, что на каждую из характеристик материала оказывает влияние и температура. Для разных материалов каждая из

характеристик может быть различной, как и различно влияние температуры на каждую из них. Например, для одного материала температура может оказывать существенное влияние на КТР и при этом незначительное на предел упругости, а для другого материала наоборот.

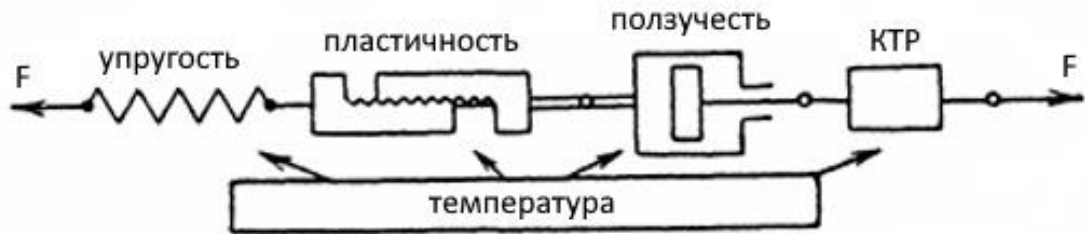


Рис. 2.1. Схематическая модель материала.[55]

Испытание на растяжение согласно ГОСТ 1497–73 – наиболее распространённый метод определения основных механических свойств материала, характеризующих его прочность, пластичность, а также модуль Юнга. Согласно литературе: «При растяжении стандартных образцов с площадью поперечного сечения S_0 и рабочей (расчётной) длиной l_0 строят диаграмму растяжения в координатах нагрузка – удлинение образца (рис. 2.2). На диаграмме выделяют три участка: упругой деформации (от 0 до нагрузки $P_{упр}$), пластической деформации (от $P_{упр}$ до P_m) и сосредоточенной пластической деформации (от P_m до P_k). Прямолинейный участок упругой деформации сохраняется до нагрузки, соответствующей пределу пропорциональности $P_{пц}$.

Тангенс угла наклона прямолинейного участка характеризует модуль упругости первого рода E .

На небольшом участке от $P_{пц}$ до $P_{упр}$ нарушается линейная зависимость между P и Δl из-за упругих несовершенств материала, связанных с дефектами решётки.

Пластическая деформация выше $P_{упр}$ идет при возрастающей нагрузке, так как металл в процессе деформирования упрочняется (наклёп)» [35].

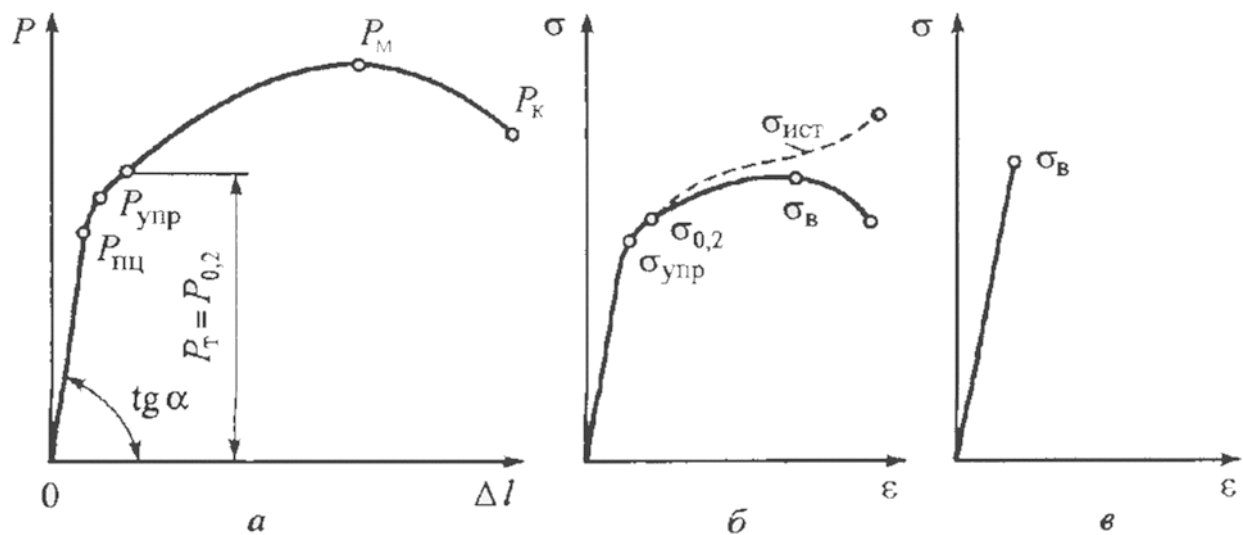


Рис. 2.2. Диаграмма растяжения пластичного металла (а) и диаграммы условных напряжений пластичного (б) и хрупкого (в) металлов. Диаграмма истинных напряжений (штриховая линия) дана для сравнения [48].

Также исследователи, занимающиеся испытаниями материалов, отмечают: «Наклёп металла увеличивается до момента разрыва образца, хотя растягивающая нагрузка при этом уменьшается от P_m до P_k (см. рис. 2.2а). Это объясняется появлением в образце местного утонения – шейки, в которой в основном сосредотачивается пластическая деформация. Истинное напряжение определяется делением действующей в определённый момент нагрузки на площадь шейки, которую образец имеет в этот момент. Несмотря на уменьшение нагрузки, растягивающие напряжения в шейке повышаются до тех пор, пока образец не разорвётся. Об этом свидетельствует диаграмма истинное напряжение – деформация (рис. 2.2б). Истинные напряжения в повседневной практике не применяют, а пользуются условными напряжениями, считая, что поперечное сечение S_0 образца остаётся неизменным. Напряжения $\sigma_{упр}$, σ_t и $\sigma_в$ – стандартные характеристики прочности. Каждая получается делением соответствующей нагрузки $P_{упр}$, P_t , P_m на начальную площадь поперечного сечения S_0 » [36].

Также согласно литературе известно: «Пределом упругости $\sigma_{упр}$ называют напряжение, при котором пластическая деформация достигает заданного значения, установленного техническими условиями. Обычно

используют значения остаточной деформации 0,005; 0,02 и 0,05 %. Соответствующие пределы упругости обозначают $\sigma_{0,005}$, $\sigma_{0,02}$, $\sigma_{0,05}$. Предел упругости – важная характеристика пружинных материалов, которые используются для упругих элементов приборов и машин, а также для упругих элементов ТП давления.

Условный предел текучести – это напряжение, которому соответствует пластическая деформация 0,2 %; его обозначают $\sigma_{0,2}$. Физический предел текучести σ_T определяют по диаграмме растяжения, когда на ней имеется площадка текучести. Однако при испытаниях на растяжение большинства металлов площадки текучести на диаграммах нет. Выбранная пластическая деформация 0,2 % достаточно точно характеризует переход от упругих деформаций к пластическим, а напряжение $\sigma_{0,2}$ несложно определить при испытаниях независимо от того, имеется или нет площадка текучести на диаграмме растяжения.

Временное сопротивление (предел прочности) характеризует его прочность:

$$\sigma_B = \frac{P_M}{S_0}.$$

Пластичность характеризуется относительным удлинением δ и относительным сужением ψ :

$$\delta = \frac{l_k - l_0}{l_0} \times 100 \% ; \psi = \frac{S_k - S_0}{S_0} \times 100 \%,$$

где l_k – конечная длина образца; l_0 и S_0 – начальная длина и площадь поперечного сечения образца; S_k – площадь поперечного сечения в месте разрыва» [35].

Допустимое напряжение, которое используют в расчётах, выбирают меньше $\sigma_{0,2}$ (обычно в 1,5 раза) или меньше σ_B (в 2,4 раза).

Титановые сплавы, используемые в упругих элементах датчиков давления, обладают рядом интересных свойств. Титан обладает полиморфизмом: титан имеет ГЦК решетку, но при нагреве до 882 °С его

решётка переходит в ОЦК. Такая особенность титана и его сплавов даёт возможность увеличивать его прочностные характеристики, используя термообработку. Термообработка повышает пределы прочности, упругости и текучести титановых сплавов.

Согласно литературным данным [49,55,82,83,84] титан обладает склонностью к ползучести даже при температуре 20-25 °С. Чистый титан согласно [54] обладает следующими свойствами: 1) существенное (до 2-х раз) снижение предела прочности при увеличении температуры до 250 °С; 2) примеси азота и кислорода, а также пластическая деформация повышают сопротивление ползучести; 3) предел ползучести титана составляет $\approx 60\%$ от предела текучести; 4) высокая прочность не только при комнатной температуре, но и при сверхнизких температурах (при температуре жидкого гелия предел прочности титана составляет 1250 МПа). Это свойство титана и его сплавов позволяет изготавливать датчики давления на основе структур КНС, работающих в условиях крайне низких («криогенных») температур [35,53]. Такие датчики давления изготовлены и в МИДА [89] (рис. 2.3).



Рис. 2.3. Датчики давления МИДА-12П-12-КР для измерения давления в диапазоне температур (-200... +40) °С.

При деформации титана выше зоны его предела упругости можно добиться значительного повышения прочностных характеристик (рис. 2.4).

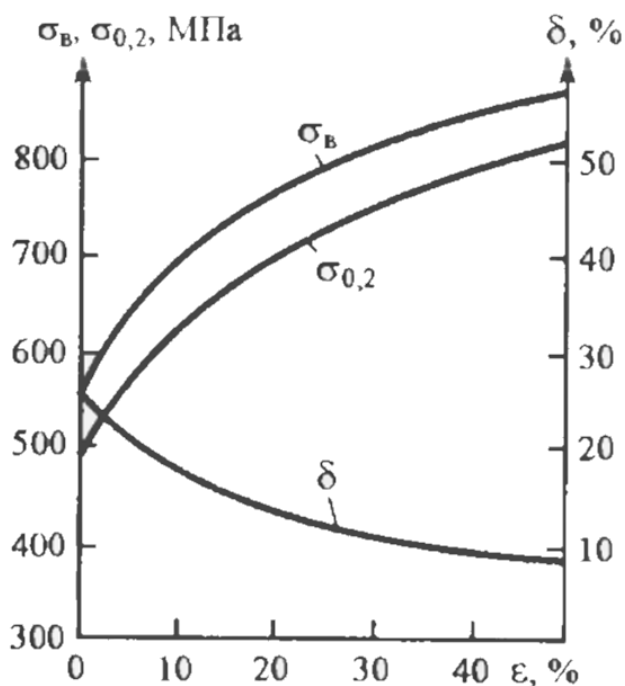


Рис. 2.4. Зависимость механических свойств чистого титана от степени пластической деформации [52].

Из рис. 2.4 видно, что при величине деформации 20% предел прочности титана возрастает на 50%. Для снятия упрочнения применяют рекристаллизационный отжиг 625-775 °С.

При повышении температуры титан и его сплавы активно поглощает газы: начиная с 50-70 °С – водород, свыше 400-500 °С – кислород и с 600 °С – азот, окись углерода и углекислый газ. В свою очередь, согласно [35]: «механические свойства титановых сплавов сильно зависят от наличия примесей, особенно водорода, кислорода, азота и углерода, которые образуют с титаном твёрдые растворы внедрения и промежуточные фазы: гидриды, оксиды, нитриды, и карбиды. Небольшое количество кислорода, азота и углерода повышает твёрдость, временное сопротивление и предел текучести, однако при этом значительно уменьшается пластичность, ухудшается свариваемость». Для улучшения характеристик высокотемпературных датчиков давления с мембранами из титановых сплавов нужно увеличивать предел текучести материала мембраны; следовательно, согласно вышеизложенной информации, нужно: делать выдержки при температуре

выше 400 °С для насыщения титанового сплава кислородом; вводить пластические деформации в мембрану путём подачи давления, превышающего номинальное (термомеханическая обработка тензопреобразователя).

Сплавы титана в зависимости от микроструктуры после отжига делятся на α , $\alpha+\beta$, и β сплавы. Наиболее распространёнными являются двухфазные $\alpha+\beta$ титановые сплавы (рис. 2.5), т.к. они обладают наилучшими механическими характеристиками при удовлетворительной пластичности, т.е. они достаточно беспрепятственно обрабатываются резанием.



Рис. 2.5. Типичные микроструктуры двухфазных титановых сплавов после отжига. а – пластинчатая, б – смешанная (дуплексная), в – равноосная (глобулярная). [60]

Теоретически оптимальной микроструктурой для упругого элемента датчика давления является равноосная (глобулярная) микроструктура (рис. 2.5в), при этом чем мельче размер зерна, тем лучше, т.к. чем больше межзёрренных границ, тем выше сопротивление металла ползучести [54, 55].

Также для двухфазных титановых сплавов применима упрочняющая термообработка, которая состоит из закалки при 800–820 °С и старения при 530-550 °С для $\alpha+\beta$ сплавов (рис 2.6).

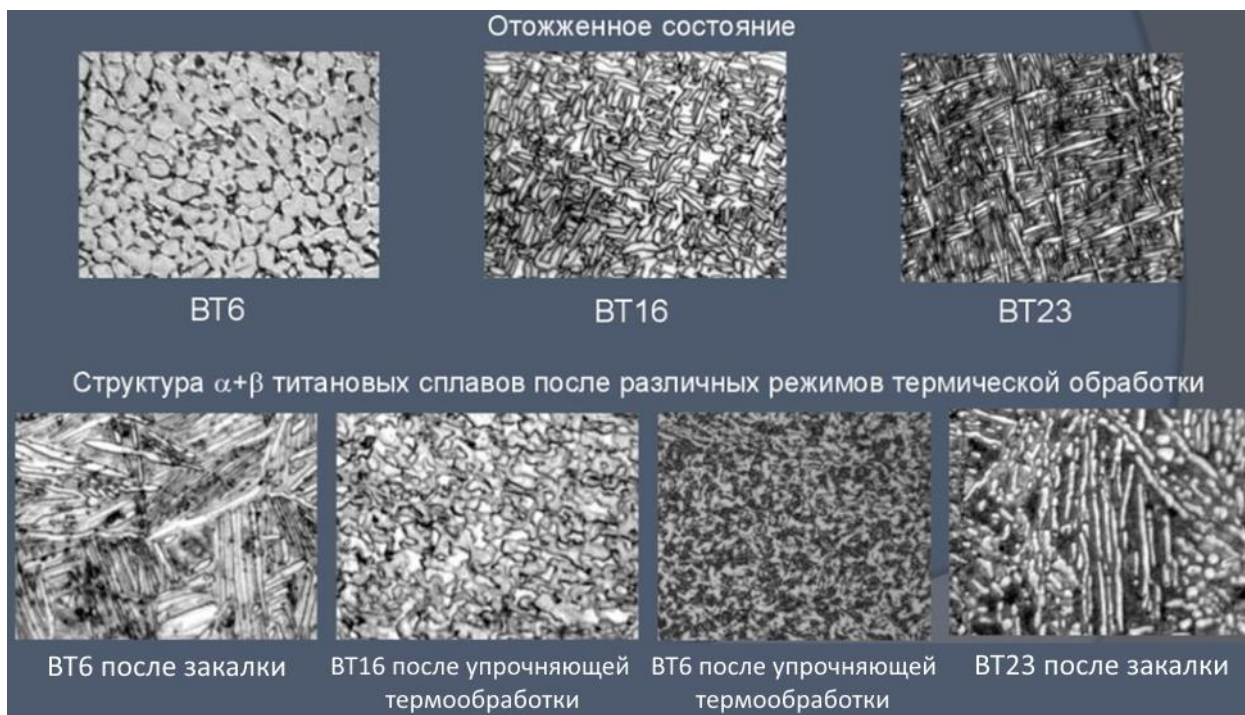


Рис. 2.6. Микроструктура промышленных $\alpha+\beta$ сплавов. [45]

Исследование титановых сплавов с ультрамелкозернистой структурой, полученной равноканальным угловым прессованием [56], показало, что, используя этот метод, удаётся повысить микротвёрдость и прочность исходного сплава при комнатной температуре и снизить напряжения течения при повышенных температурах. Данные свойства очень актуальны для упругих элементов датчиков давления.

Применительно к датчикам можно сделать следующий вывод: 1) для изготовления упругих элементов оптимально использовать сплавы с наиболее мелкозернистой структурой глобулярного типа; 2) для увеличения механических характеристик упругих элементов датчиков давления необходимо делать выдержки при температуре выше 400 °С для насыщения титанового сплава кислородом, а также вводить пластические деформации в мембрану путём подачи давления, превышающего номинальное. И как следует из [54, 55], эффективная деформация будет наблюдаться при повышенных температурах. Под эффективной понимается деформация, после которой наблюдается увеличение механических характеристик материала. В

соответствии с данной информацией для улучшения характеристик ТП давления была введена операция термомеханической стабилизации, которая заключается в выдержке приборов под давлением при повышенной температуре. Более подробно термомеханическая стабилизация будет осуждена в следующей главе.

Чтобы связать характеристики ТП при различных температурах с механическими характеристиками материала мембраны, а также подобрать наиболее подходящий сплав, обеспечивающий высокие упругие характеристики в широком диапазоне температур, были экспериментально получены диаграммы растяжений титановых сплавов ВТ6, ВТ9, ВТ16, ОТ4 (их характеристики приведены в таблице 2.1). Т.к. при использовании припоя СТЕМЕТ (подробнее ниже), стало возможно соединять сапфир с другими металлами, были проведены также исследования материалов, близких по КТР к сапфиру – сплава 29НК, циркониевого сплава Э110. Для испытаний каждого из сплавов было подготовлено 9 образцов (по 3 для каждой из температур), их размеры и общий вид представлены на рис. 2.7.

Сплав	Номинальный химический состав (Ti - остальное), % мас.	Назначение	Год разработки или начала применения
ВТ6	6Al-4V (США)	Сварные листовые детали, штамповки, фасонное литье	1956
ВТ9	6Al-3Mo-1,5Zr	Детали, работающие при повышенных температурах	1952
ВТ16	2,3Al-5Mo-4,5V	Детали крепления	1963
ОТ4	4Al-1,5Mn	Сварные детали сложной формы	1957
ВТ22	5,5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe	Крупные нагруженные штамповки (деталли шасси и др.)	1965

Таблица. 2.1. Состав и назначение титановых сплавов. [54]

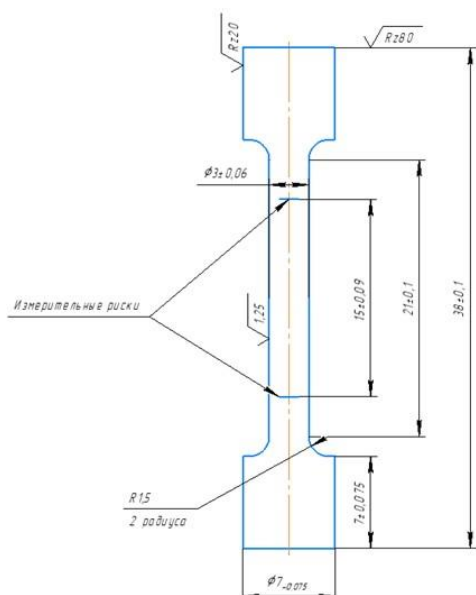


Рис. 2.7. Общий вид образцов (№9 тип IV согласно ГОСТ 1497-84) для испытаний на растяжение.

Механические испытания на растяжение выполнялись на разрывной машине LFM 125 (рис. 2.8). Данная испытательная машина оснащена термокамерой. Все группы образцов прошли испытания при трёх температурах: 20 °С, 150 °С, 300 °С.

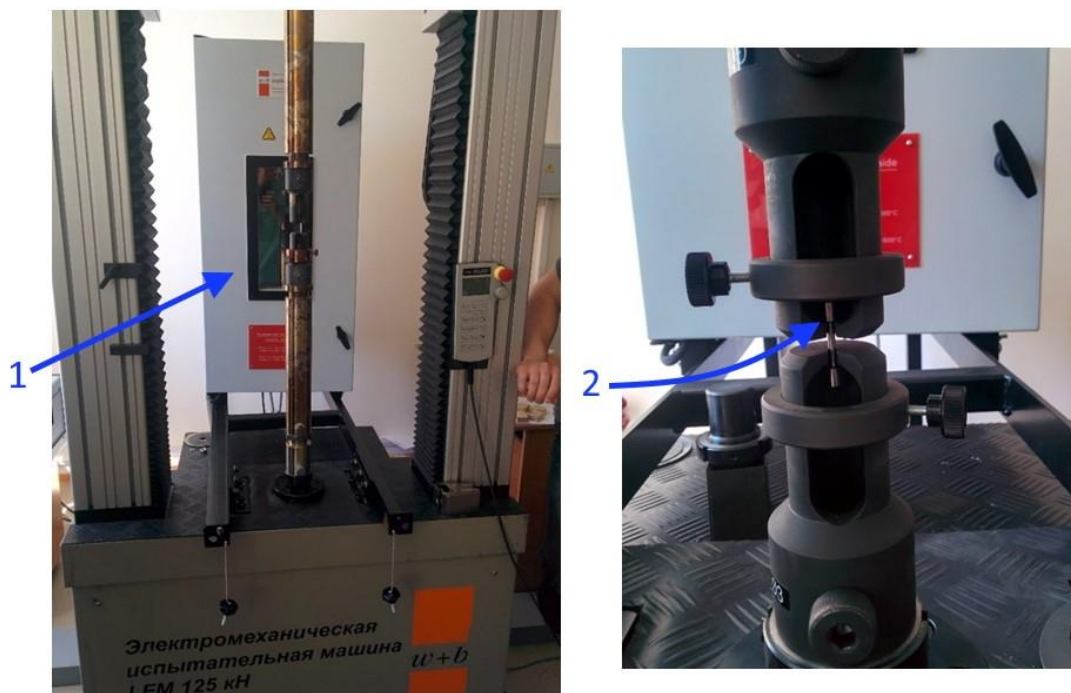


Рис. 2.8. Процесс испытаний на электромеханической испытательной машине LFM 125. 1 – термокамера для проведения испытаний при повышенных температурах, 2 – закреплённый образец.

Полученные диаграммы растяжений (зависимость деформации от силы) при трёх температурах (20 °С, 150 °С, 300 °С) для дальнейшего анализа были перестроены в диаграммы напряжений, которые приведены на рис. 2.9–2.11.

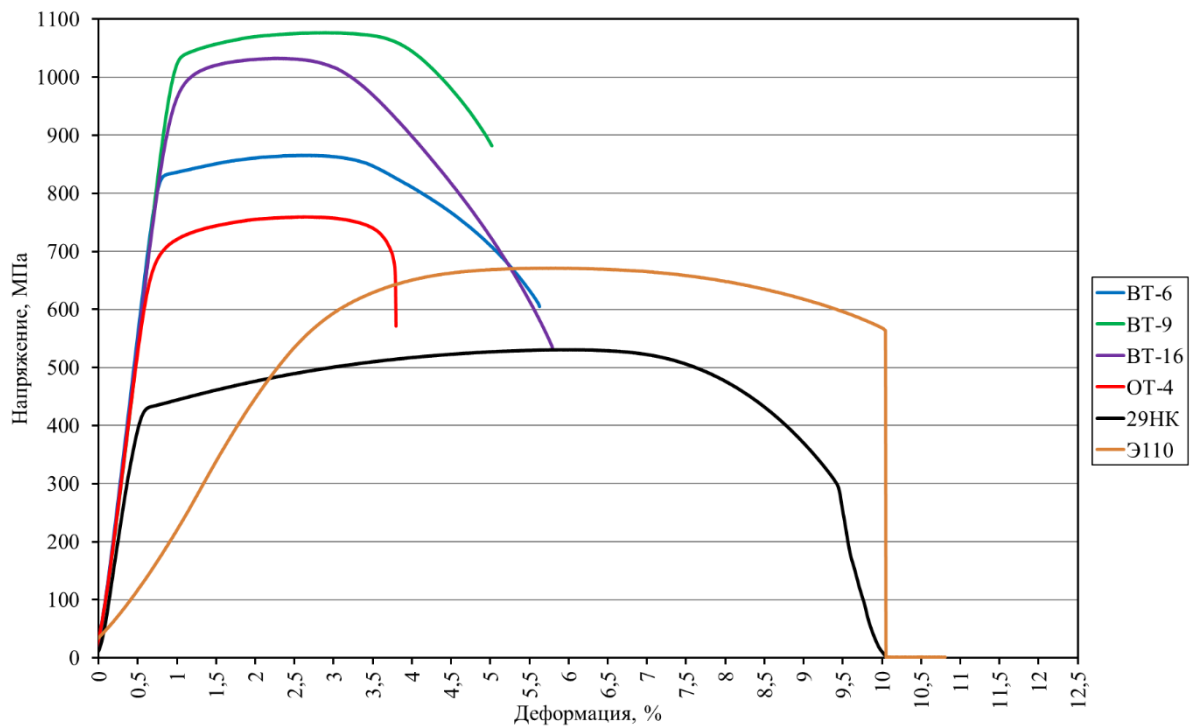


Рис. 2.9. Диаграммы напряжений сплавов при 20 °С.

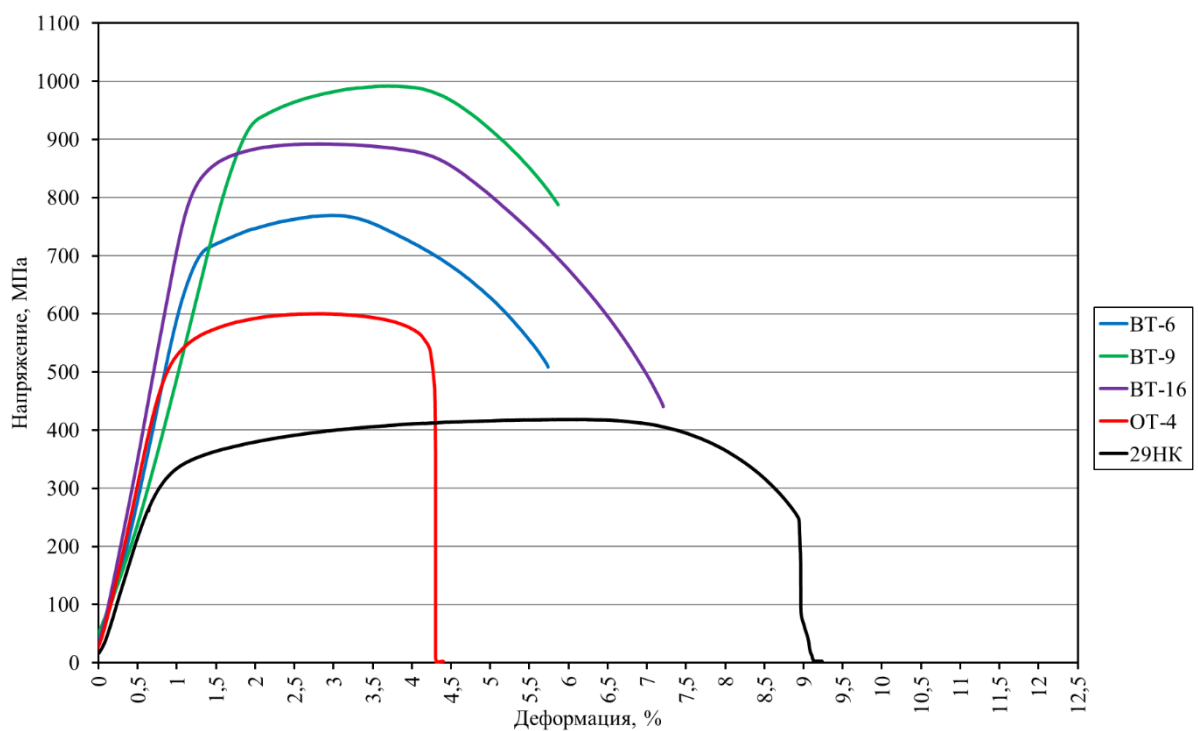


Рис. 2.10. Диаграммы напряжений сплавов при 150 °С.

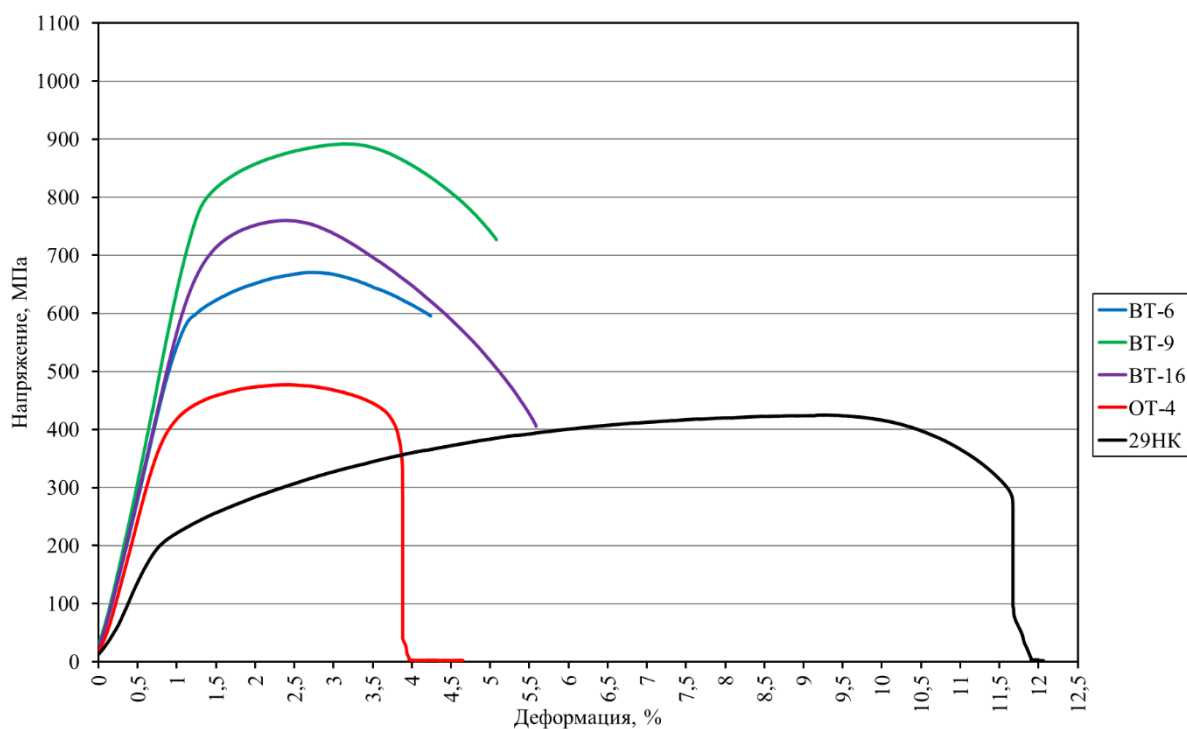


Рис. 2.11. Диаграммы напряжений сплавов при 300 °С.

Из рис. 2.9 видно, что сплав 29НК обладает самыми низкими механическими свойствами, что, применительно к тензопреобразователям давления, может проявляться в виде существенных гистерезисных явлений от давления (ГПН, гистерезис). Связаны эти гистерезисные явления с пластическими деформациями металла, которые, как видно, могут возникать при напряжениях выше 400 МПа. Этот сплав был выбран из соображений близости его КТР к лейкосапфиру вплоть до температур 350 °С [49], так что, используя сплав 29НК можно получить преобразователи с низким температурным дрейфом сигнала. Также сплав 29НК гораздо в большей степени, чем титановые сплавы, подвержен наклёпу [49], что ведёт к улучшению механических характеристик в процессе наработки ТП при изготовлении.

Для титанового сплава ВТ6 напряжения, необходимые для пластической деформации, составляют уже 800 МПа. Но надо учитывать и то, что тензопреобразователь – сложная структура металл-припой-сапфир, и локальные напряжения в различных зонах (особенно при повышенных

температурах) во время нагружения с большой долей вероятности могут превышать пределы упругости металла. К тому же изначально разные механические напряжения, возникающие после пайки, уже присутствуют в структуре металл-припой-сапфир еще до подачи давления и повышения температуры. А эти напряжения зависят от согласованности КТР трёх компонентов: металла, припоя и сапфира. Поэтому из данных рис. 2.9 нельзя однозначно сделать вывод о том, что, например, мембраны для преобразователей давления лучше делать из сплава ВТ9, а не из сплава 29НК, т.к. несмотря на то, что предел упругости сплава ВТ9 в 2,5 раза выше, температурная согласованность (а следовательно и термические напряжения после пайки) у сплава 29НК с сапфиром лучше ввиду близости их температурных коэффициентов расширения. Всё зависит от того, чего мы хотим добиться: низкий температурный дрейф – 29НК, высокую перегрузочную способность ТП – титановый сплав с самым большим пределом прочности, отсутствие гистерезиса от давления (пластическая деформация) – титановый сплав с самым большим пределом текучести.

Как видно из приведённых диаграмм, даже в зоне упругой деформации (зоне действия закона Гука), возможно наблюдение неидеально упругого поведения. Стоит отметить, что качественно заниматься вопросами так называемой неполной упругости материалов начали лишь в начале 21-го века [52]. Неполная упругость по большей части связана с тем, что при напряжениях значительно ниже тех, которые вызывают макроскопическую пластическую деформацию металлического образца, в отдельных его зёрнах начинается локальная (микроскопическая) деформация, связанная с перемещением дислокаций.

Рассмотрим титановый сплав ВТ6, т.к. на сегодняшний день в большинстве случаев мембраны для преобразователей давления на КНС изготавливаются из этого материала ввиду его большой распространённости и доступности. Из рис. 2.12 видно что предел прочности, предел упругости, модуль Юнга и предел текучести титанового сплава ВТ6 уменьшается с

увеличением температуры. Такая тенденция справедлива для всех титановых сплавов.

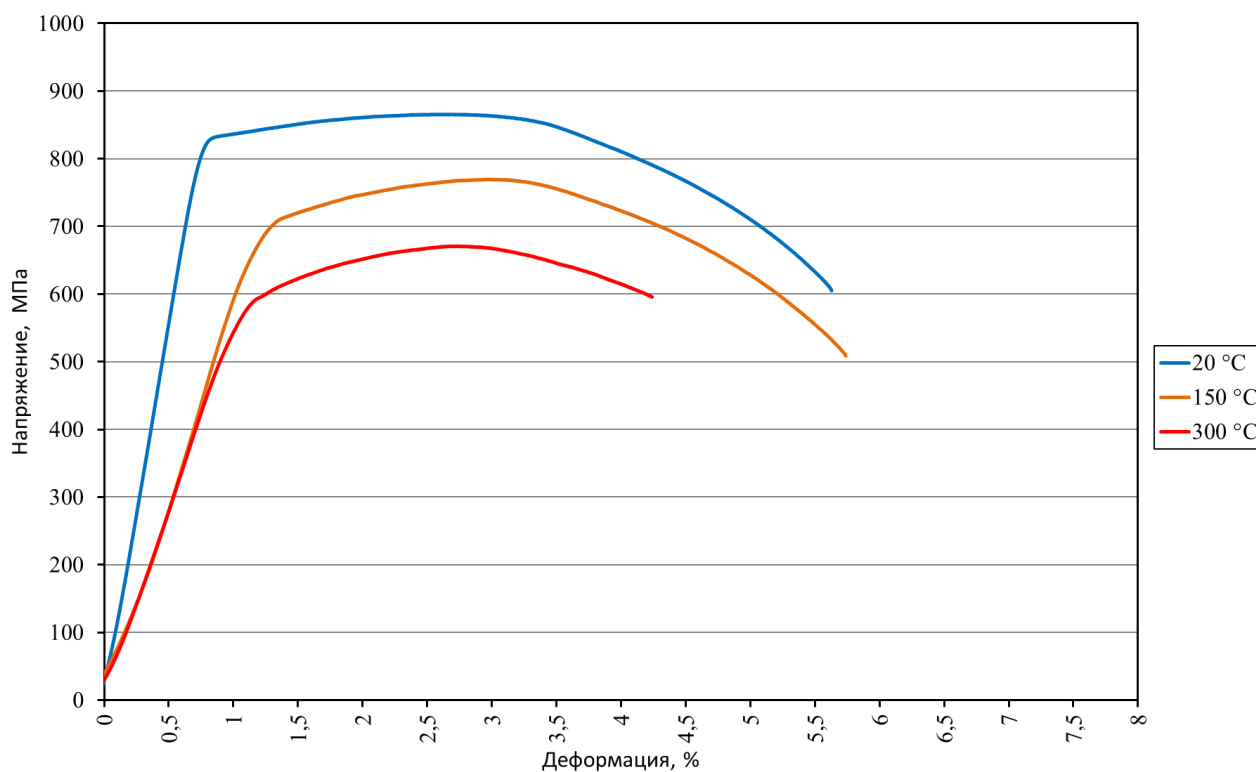


Рис. 2.12. Диаграммы напряжений сплава ВТ6 при различных температурах.

Из рис. 2.13 видно что, в отличие от титановых сплавов, сплав 29НК подвержен наклёпу при температуре 300 °C, это демонстрирует поведение красной кривой (нарастание напряжения на участке пластической деформации, сечение образца сужается, а напряжение при этом растёт – происходит упрочнение). Более того, предел прочности при 300 °C после наклёпа даже превысил предел прочности этого сплава при 150 °C. Применительно к ТП давления эту особенность можно использовать, выдерживая преобразователи под давлением, превышающем номинальное, при температуре ~300 °C, после чего упругие элементы таких преобразователей будут иметь повышенные механические характеристики, в частности, предел прочности. Побочным эффектом такой стабилизации является сильное смещение начального выходного сигнала ТП из-за перераспределения термических деформаций, но в ПЧЭ предусмотрена балансировка начального разбаланса моста с помощью подстроечных

резисторов, поэтому смещение нуля в процессе стабилизации легко корректируется.

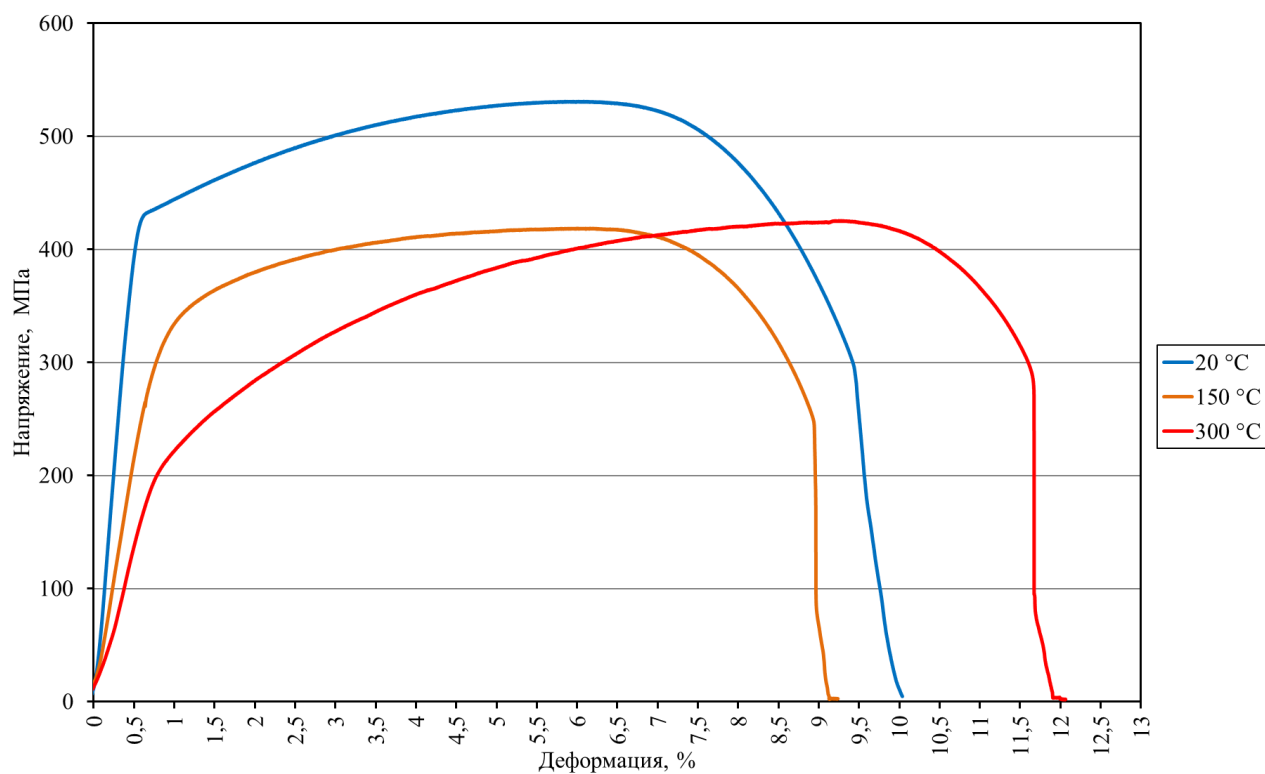


Рис. 2.13. Диаграммы напряжений сплава 29НК при различных температурах.

На рис. 2.14 представлена зависимость модуля Юнга E материалов от температуры. Значения модуля Юнга получены из диаграмм напряжений (рис. 2.9 – рис. 2.11).

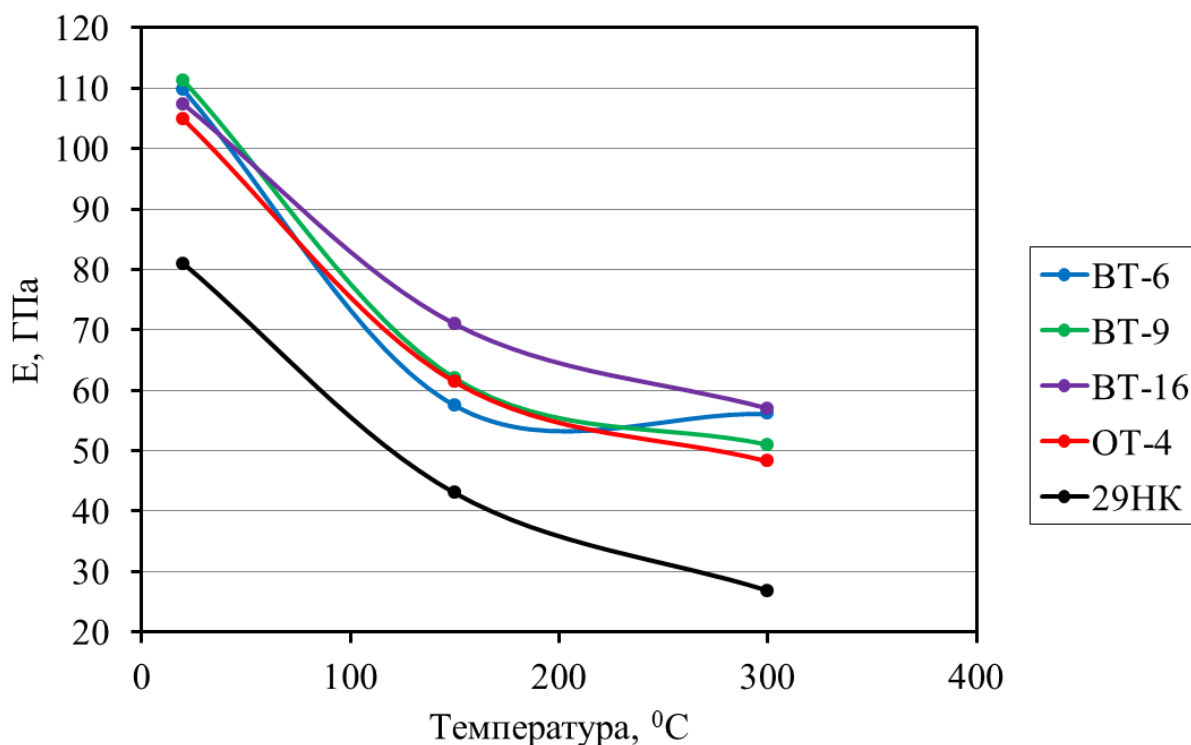


Рис. 2.14. Изменение модуля Юнга сплавов при нагреве.

Согласно литературным сведениям [54, 55] наиболее подходящим титановым сплавом для высоких температур (400-450 °C) из доступных является BT9. Для титанового сплава BT6 максимальная рабочая температура составляет 350 °C [54]. Под максимальной рабочей температурой понимается температура, при которой сплав может длительно работать без «деградации» своих механических характеристик. Также было экспериментально подтверждено, что сплав BT9 обладает самым высоким пределом текучести при всех температурах из испытанных сплавов (рис. 2.15).

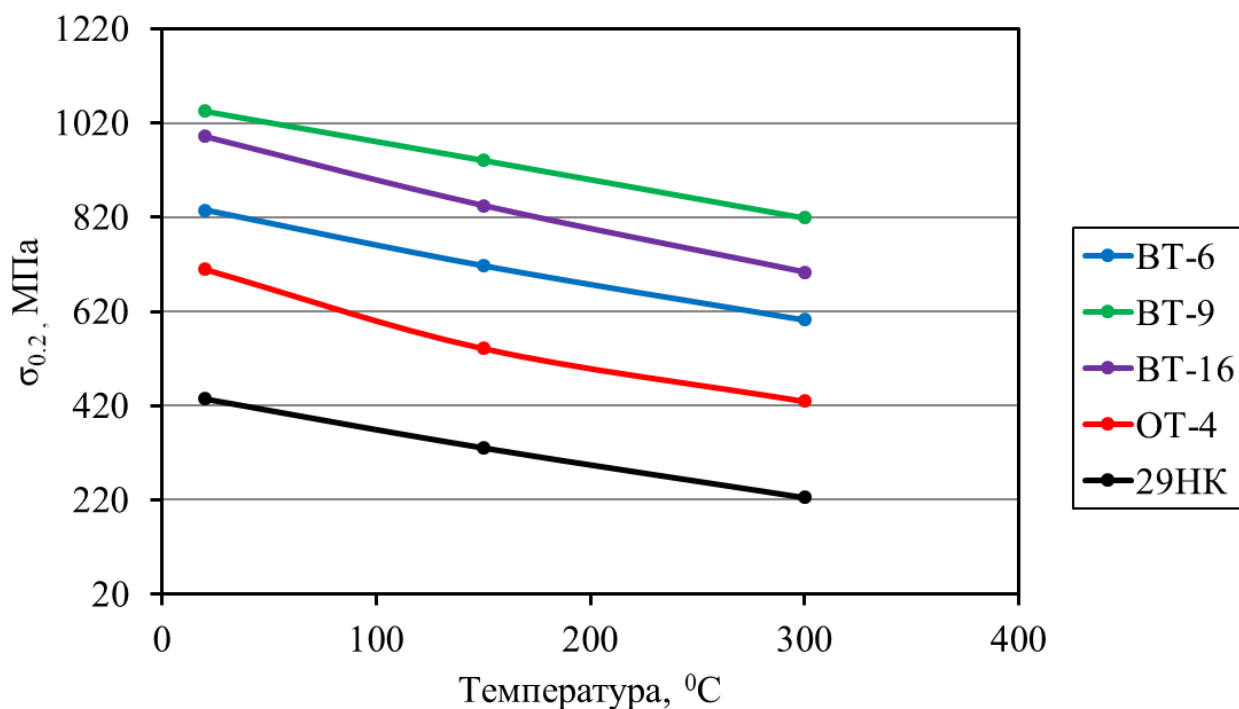


Рис. 2.15. Изменение предела текучести сплавов при нагреве.

Все полученные на разрывной машине экспериментальные данные собраны в таблицу 2.2.

	Предел прочности [МПа]	Модуль Юнга [ГПа]	σ _{0.2} [МПа]	Температура, °С
BT6	866	110	835	20
	770	57	717	150
	671	56	602	300
BT9	1077	111	1045	20
	992	62	941	150
	892	51	819	300
BT16	1033	107	992	20
	893	71	845	150
	760	57	703	300
OT4	760	105	710	20
	600	61	542	150
	478	48	430	300
29HK	531	81	435	20
	419	43	331	150
	425	27	225	300

Таблица. 2.2. Зависимость механических свойств от температуры, полученная экспериментально.

В промышленной группе МИДА при изготовления датчиков мембранные элементы изготавливаются из сплава ВТ6, а не из сплава ВТ9, в отличие от других производителей [80,81]. Сплав ВТ6 является в сравнении с ВТ9 более доступным, а его механические характеристики не хуже при соответствующей обработке. Кроме того, сплав ВТ6 является намного более изученным [71,82-84].

Для более глубокого понимания влияния термообработки на сплав ВТ6 были экспериментально получены диаграммы напряжений для данного сплава на образцах с различной термообработкой. Упрочняющая термообработка проводилась согласно [57]: закалка в масле при температуре 925 °С, затем 3 часа старение при 500 °С. Из рис. 2.16 видно что с помощью термообработки можно на примерно на 20% поднять предел упругости, правда при этом резко снижается пластичность металла.

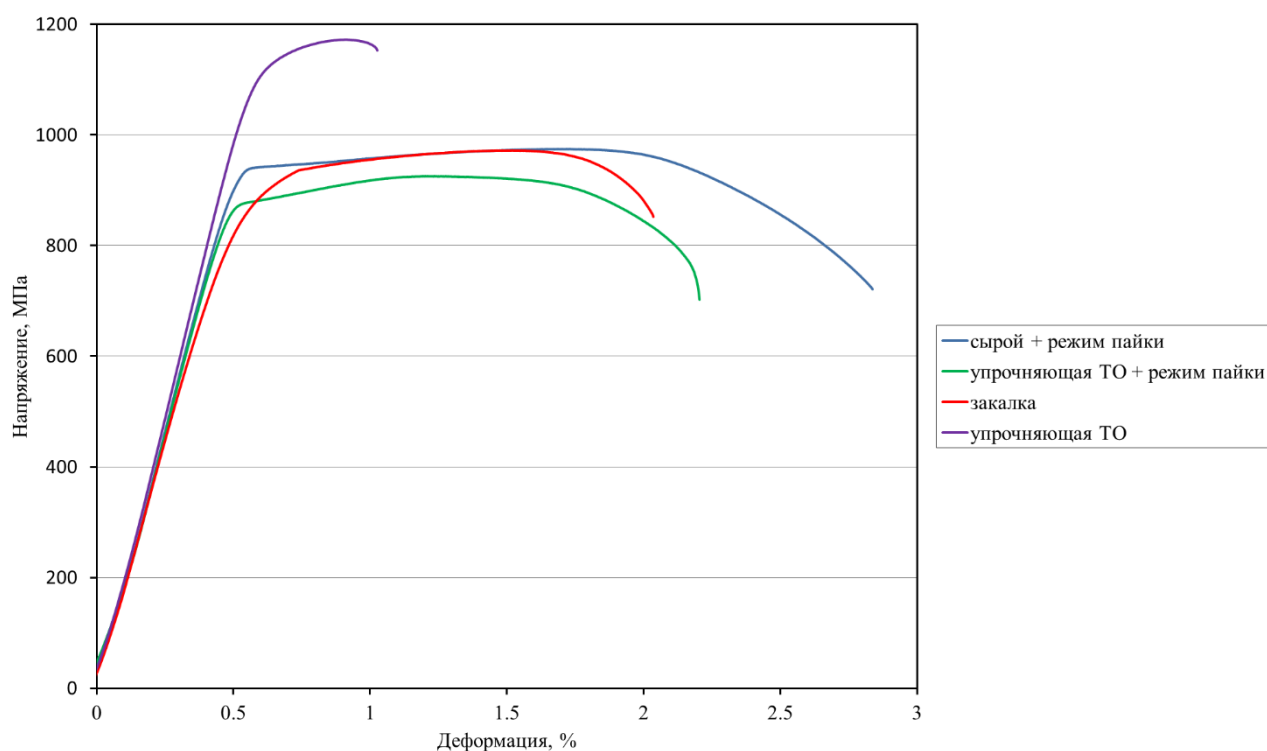


Рис. 2.16. Диаграммы напряжений сплава ВТ6 с различной термообработкой при комнатной температуре.

Согласно [53] механизм упрочнения двухфазных титановых сплавов при термической обработке примерно такой же, как и у других металлических

сплавов. Нагрев (до температур закалки) приводит к появлению нестабильных фаз (α' , α'' и др.). Затем эти фазы при старении распадаются, в результате чего образуются стабильные α и β фазы. Количество и распределение этих фаз определяет итоговую прочность материала. В качестве дополнительных «упрочнителей» могут выступать олово и цирконий. Из [54] известно, что если необходимо увеличить предел прочности двухфазного титанового сплава, то для этого необходимо произвести его закалку (температура закалки находится в интервале 820-880 °С) из $\alpha+\beta$ области (при этом структура будет состоять из α -фазы и неустойчивой β -фазы). Затем проводится старение (480-550 °С) сплава, что приводит к разложению неустойчивой β -фазы. В итоге всё это приводит к получению мелкодисперсной смеси $\alpha+\beta$ фаз с высоким пределом прочности. Также стоит отметить, что последующий нагрев материала выше температуры старения приведёт к уменьшению предела прочности (разупрочнению). В последние годы появился новый способ повышения прочности титановых сплавов – высокотемпературная термомеханическая обработка [54,58]. Термомеханическая обработка $\alpha+\beta$ сплавов может привести к повышению прочности на 20 % (по сравнению с пределом прочности титанового сплава после упрочняющей термообработки (закалка+старение)). Пластичность материала при этом сохраняется.

Как видно из рис. 2.16, упрочняющая термообработка действительно подняла предел прочности и упругости сплава. На рис. 2.17 можно увидеть разницу в характере разрыва образца с упрочняющей термообработкой и без нее. В первом случае произошло хрупкое разрушение (короткий участок текучести на диаграмме напряжений), а во втором случае – вязкое разрушение (продолжительный участок текучести на диаграмме напряжений).



Рис. 2.17. Образец из сплава ВТ6 с упрочняющей термообработкой (слева, фиолетовая кривая на рис. 2.16) и без нее (справа, синяя кривая из рис. 2.16).

Но что касается использования этих свойств сплава применительно к преобразователям давления, то после изготовления упругого элемента происходит пайка на него ПЧЭ при температуре порядка 850 °С, и этот нагрев приводит к тому, что металл из упрочнённого состояния возвращается в исходный (зелёная кривая на рис. 2.16). А термообработка мембраны с напаянным ПЧЭ не представляется возможной. В связи с этим упрочняющая термообработка сплава ВТ6 применительно к его использованию в преобразователях давления смысла не имеет. А вот закалка, как будет показано в следующей главе, смысл имеет, т.к. закалка исходной мембраны + режим пайки ПЧЭ суммарно и являются упрочняющей термообработкой, что приводит к повышению механических свойств, что особенно важно при работе ТП в области повышенных температур.

Также, как следует из [54, 60], температура пайки чувствительного элемента КНС (850 °С) с мембраной из титанового сплава близка к температуре полиморфного превращения сплава. В связи с этим происходит интенсивное увеличение размера зёрен до 600 мкм, а также наблюдается снижение твердости сплава до 250 ± 20 HV. Отсюда можно сделать вывод: для

сохранения высоких механических свойств титановых сплавов температура и время пайки должны быть минимально возможными.

Микроструктура.

Также важное значение имеет и характер микроструктуры сплавов. Согласно [55-58] механические свойства прутков с глобулярной мелкозернистой структурой существенно выше по сравнению со свойствами прутков с крупнозернистой пластинчатой структурой. Проще говоря, чем ниже балл согласно шкале микроструктур (рис. 2.18), тем лучше.

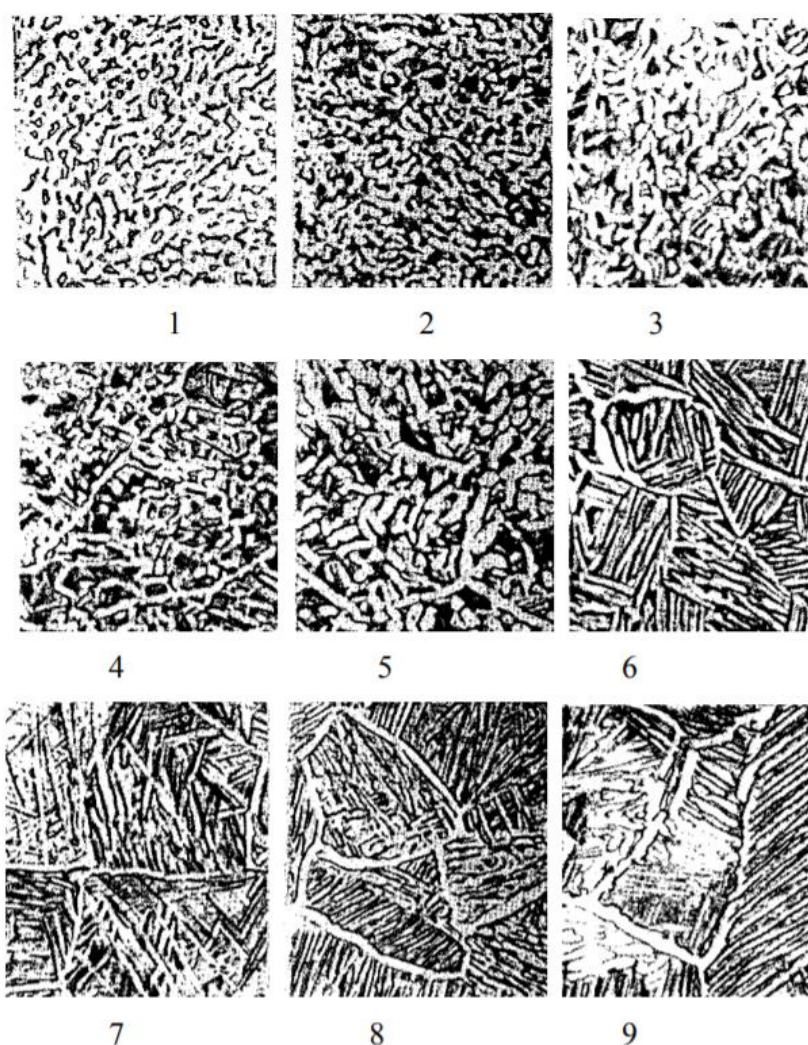


Рис. 2.18. Шкала микроструктур титановых сплавов, $\times 300$. [86]

Все титановые сплавы о которых идёт речь в данной работе, за исключением ВТ16, имеют 1-3 балл. Сплав ВТ16 имел структуру 6-го балла игольчатого типа (рис 2.19б).

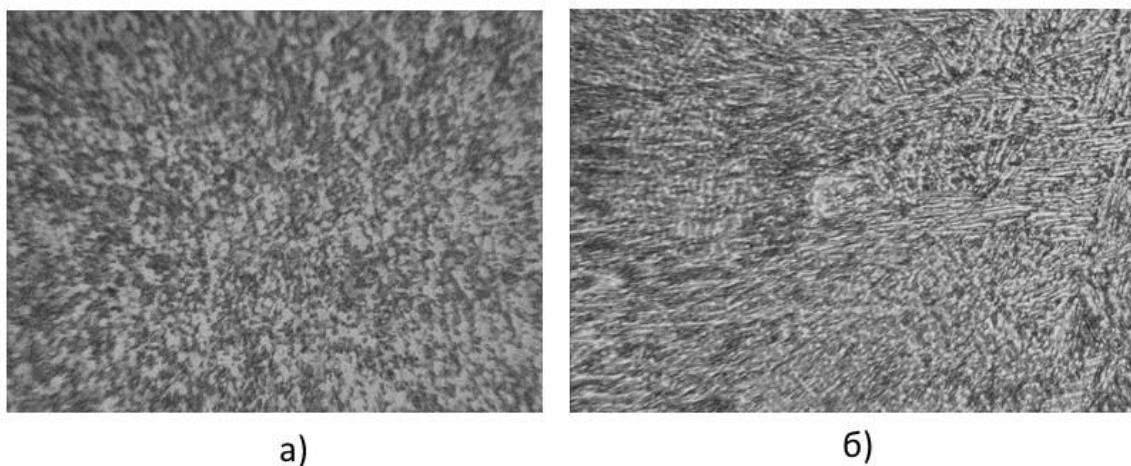


Рис. 2.19. Микроструктура титанового сплава VT6 (а), VT16 (б).

Увеличение $\times 300$.

Микроструктура титановых сплавов формируется в процессе проката прутков и зависит от режимов проката (температуры, степени деформации и др.). В связи с этим при изготовлении приборов давления на основе структур КНС целесообразно вводить входной контроль прутков титановых сплавов, идущих на изготовление мембран, изготавливая их из прутков с оптимальной (мелкозернистой, глобулярной) структурой 1-3 балла. Также, как уже упоминалось ранее, есть ряд исследований [56] титановых сплавов с ультрамелкозернистой структурой, полученной равноканальным угловым прессованием. Титановый сплав с такой микроструктурой перспективен для изготовления упругих элементов в датчиках давления, особенно при измерении давления в условиях высоких температур. В ПГ МИДА планируются работы по исследованию сплавов с такой микроструктурой.

Коэффициент теплового расширения.

В связи с отсутствием в литературе полных данных по коэффициентам теплового расширения наших материалов в широком диапазоне температур, было решено экспериментально получить кривые температурной зависимости линейного расширения материалов.

Оборудование: дилатометр Linseis L75HX500LT.

Абсолютная погрешность измерения температуры: $\pm 1,4$ °С.

Относит. погрешность измерений относительного удлинения: $\pm 5\%$.

Режим проведения анализа: изменение температуры в диапазоне от -50 до 20 °С со скоростью 2 °С в минуту, от 20 до 500 °С – со скоростью 5 °С в минуту.

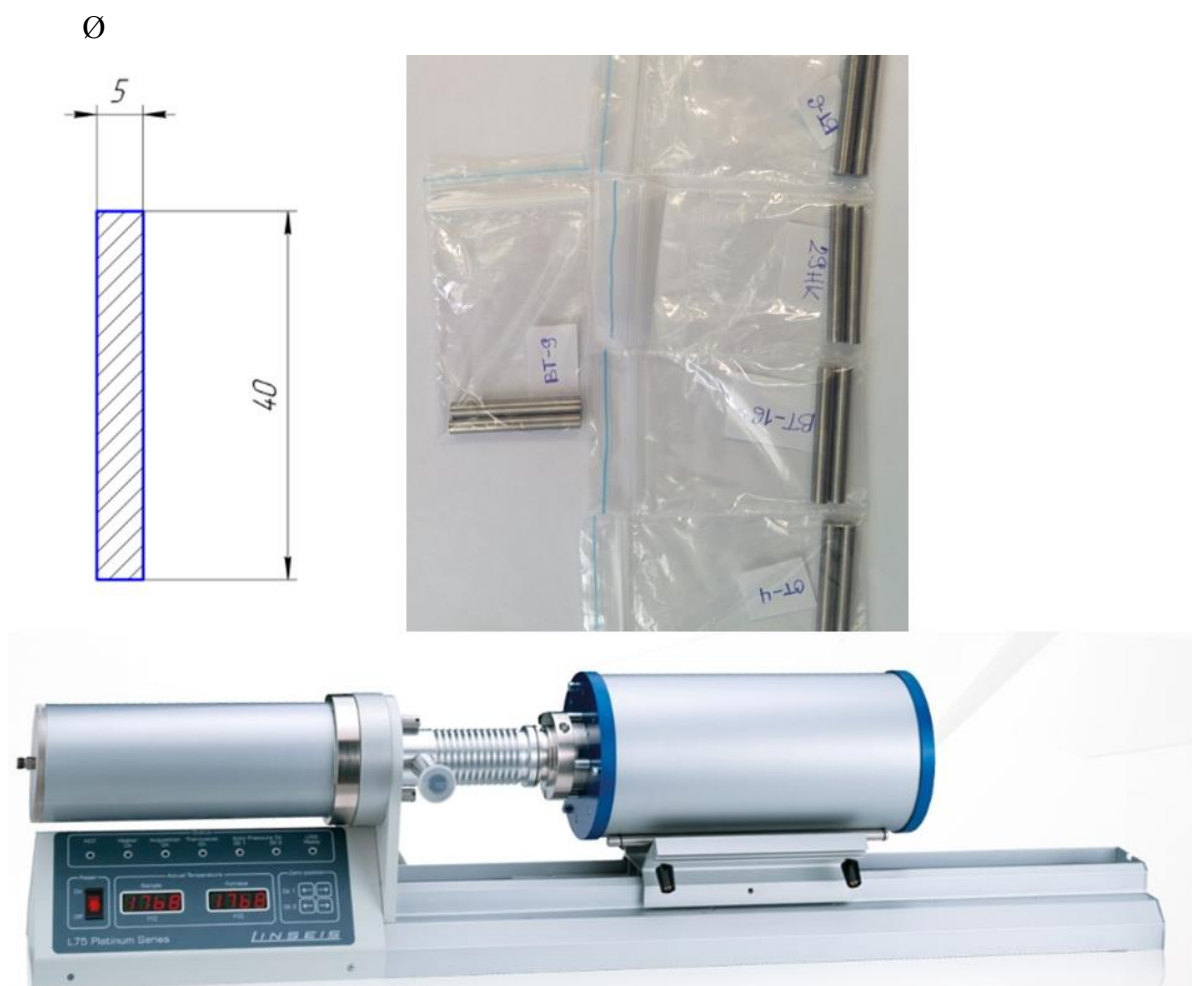


Рис. 2.20. *Общий вид образцов и дилатометра Linseis L75HX500LT при проведении испытаний на термическое расширение.*

Полученные при исследовании теплового расширения экспериментальные данные представлены в виде графиков зависимости относительного удлинения (dl/l_0) от температуры. Графики построены по полученным экспериментальным данным: $dl=l_1-l_0$; где l_1 —значение длины образца при температуре замера T_1 ; l_0 —значение длины образца при температуре $T_0=0$ °С. Для увеличения точности определения коэффициента расширения учитывался собственный ход прибора.

КТР лейкосапфира анизотропен. В отличие от поликристаллов, различен по разным направлениям относительно оси симметрии кристалла. В пластинах сапфира с используемой ориентацией КТР практически изотропен. Т.к. dilatометр Linseis L75HX500LT рассчитан на исследования образцов определённой формы, то в ПГ МИДА с помощью лабораторной установки были экспериментально получены данные по относительному удлинению ПЧЭ в диапазоне температур от -196 °С до 900 °С (табл. 2.3). Лабораторная установка представляет собой кварцевую колбу, в которую помещался ПЧЭ. Колба помещается в термостат или муфельную печь. Удлинение образца измеряется с помощью индикаторной головки с точностью ± 5 мкм. При этом применяются меры для защиты (экранирования) измерительной головки от воздействия ИК излучения, а также устраняются люфты и зазоры в измерительной цепи, состоящей из упора индикаторной головки, кварцевого стержня, измеряемого образца, кварцевой колбы, держателя кварцевой колбы и индикатора.

$t, ^\circ\text{C}$	Абсолютное удлинение образца dl , мкм
-196	-12,5
20	0
200	15
400	42
500	59
550	67,5
600	76
800	102
850	109
900	113

Таблица. 2.3. Результаты измерения теплового расширения сапфира.

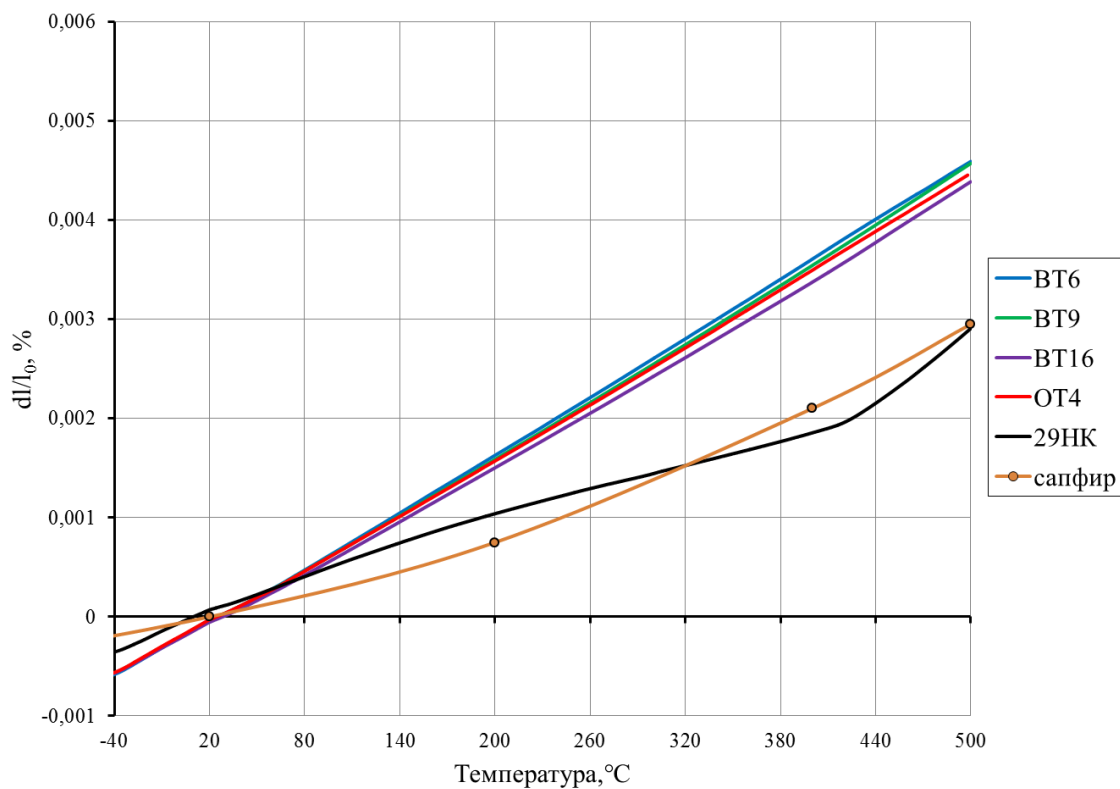


Рис. 2.21. Экспериментальные кривые температурной зависимости линейного расширения материалов.

На рис. 2.22 температурная зависимость расширения лейкосапфира отображена во всём измеренном диапазоне температур. Как видно, наиболее близок к сапфиру сплав 29НК.

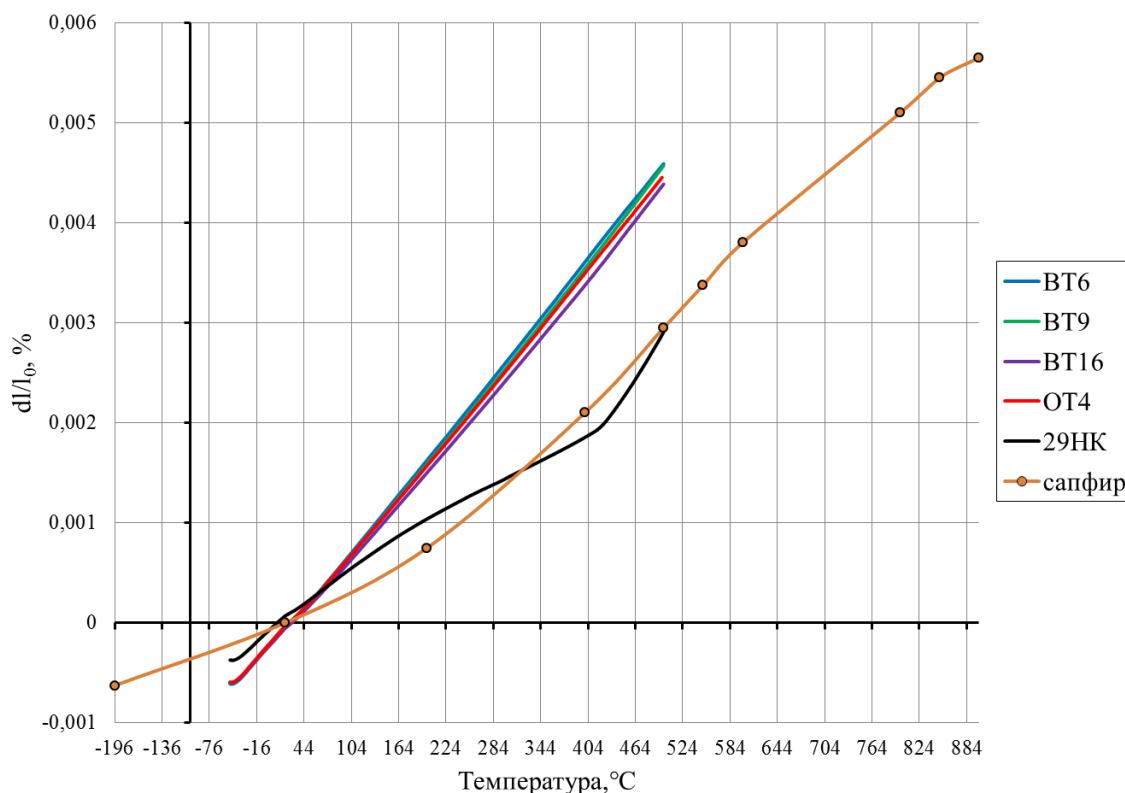


Рис. 2.22. Экспериментальные кривые температурной зависимости линейного расширения материалов. Кривая зависимости расширения лейкосапфира в диапазоне температур от $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $900\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Между коэффициентом теплового расширения и различными параметрами, характеризующими твёрдое тело, существует целый ряд эмпирических соотношений [48, 61]. Например, есть ряд экспериментальных работ, показывающих, что величина коэффициента расширения материалов тем меньше, чем больше их температура плавления. Эта закономерность является достаточно общей, и может быть распространена на титановые сплавы [60].

В последнее время большое внимание уделялось установлению закономерностей, связывающих коэффициент теплового расширения с упругими свойствами веществ, но для титановых сплавов, к сожалению, таких работ не проводилось.

Линейный коэффициент теплового расширения определяется соотношением при постоянном давлении:

$$\alpha = \frac{1}{l} \frac{dl}{dT}. \quad (2-1)$$

Экспериментально значения коэффициентов расширения измеряются не в точке, а в некотором температурном интервале. При этом соотношения (2–1) записывается в виде

$$\alpha = \frac{1}{l_1} \frac{\Delta l}{\Delta T},$$

где α – среднее значение коэффициента расширения в температурном интервале ΔT ,

$\Delta T = T_2 - T_1$; T_2 – конечная температура интервала; T_1 – начальная температура интервала;

$\Delta l = l_2 - l_1$ – изменение длины в интервале ΔT ;

l_1 – длина образца при температуре T_1 .

Ниже представлены значения КТР, рассчитанные из экспериментальных кривых зависимости удлинения от температуры (рис. 2.21), в различных температурных интервалах.

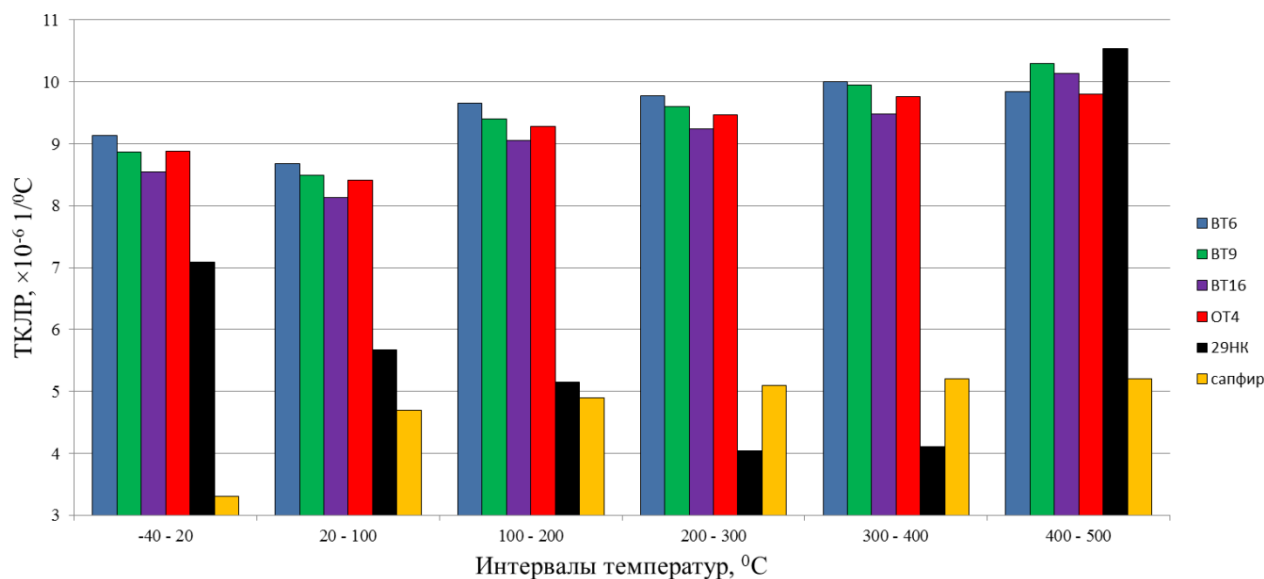


Рис. 2.23. КТР различных сплавов и сапфира.

Наличие в ТП материалов с сильно различающимися КТР вызывает термические деформации ПЧЭ и, следовательно, дополнительную погрешность преобразования ТП от температуры. Как видно из рис. 2.21–2.23, наиболее подходящим сплавом с точки зрения минимальных температурных

напряжений является сплав 29НК. После 400 °С сплав 29 НК начинает расширяться гораздо больше, чем сапфир. Что же касается исследуемых титановых сплавов, то у них всех практически одинаковый КТР.

2.2. Механические свойства припоев для пайки ПЧЭ.

Технология соединения титанового сплава с лейкосапфиром применительно к датчикам давления была разработана ещё в 1974 году в НИИТеплоприборе [36]. Тогда при изготовлении тензопреобразователя трудной задачей явилось соединение сапфировой мембраны с металлическим корпусом. Анализ различных видов неразъёмных соединений (склеивание, диффузионная сварка и пайка) показал, что наиболее надёжным и перспективным видом соединения является пайка высокотемпературными припоями в вакууме.

Методы соединения мембраны с металлическим корпусом с помощью клеев не обеспечивают стабильности показаний датчика из-за ползучести и значительного гистерезиса. Применение для этой цели диффузионной сварки связано со значительными технологическими трудностями. В те годы считалось, что пайка с использованием высокотемпературных припоев позволяет получить высокие механические характеристики, отсутствие ползучести и гистерезиса в пределах рабочих температур и деформаций, высокую прочность при термоциклировании паяных соединений. Но, как будет показано далее, ползучесть и гистерезис в таком соединении также присутствует; хотя они значительно ниже, чем при использовании клеевых соединений, но всё же это необходимо учитывать при проектировании и производстве высокоточных датчиков давления. Как наиболее рациональный был принят метод активной пайки, где активация припоя достигалась за счёт металла упругой мембраны – титанового сплава ВТ15 и ВТ16. Выбор данных титановых сплавов был обусловлен их высокими упругими характеристиками и их доступностью на то время.

Пайку вели в вакууме при разрежении $1 \times 10^{-4} - 1 \times 10^{-5}$ мм.рт. ст. с использованием припоя ПСр72 толщиной 50 мкм. Термический цикл пайки изображён на рис. 2.24.

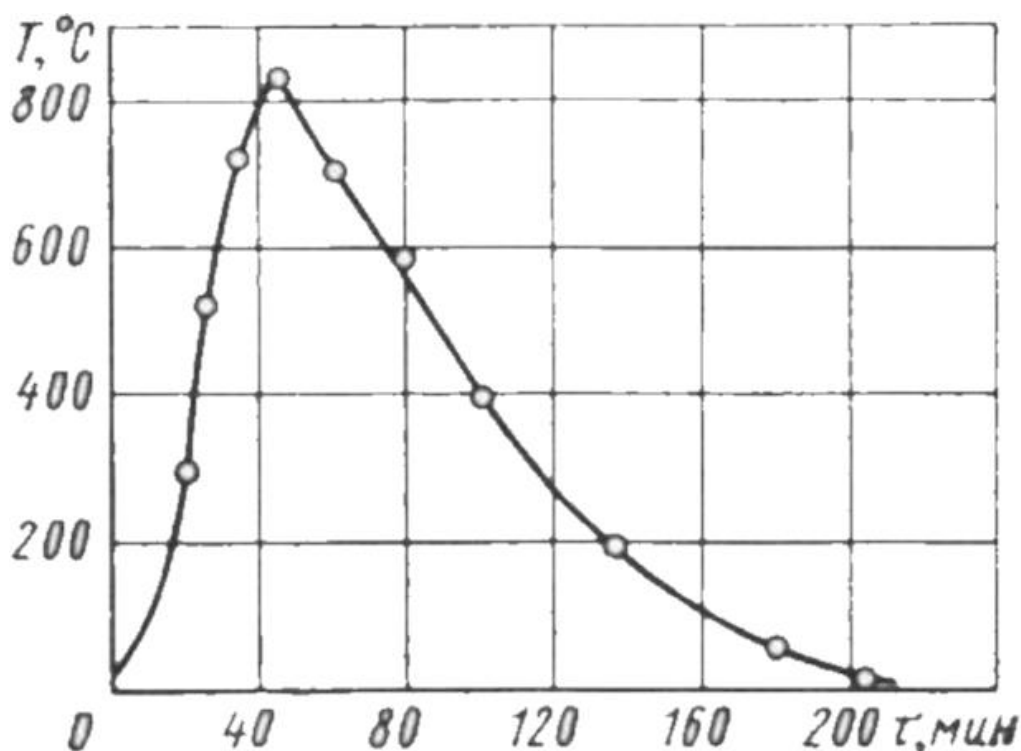


Рис. 2.24. Термический цикл пайки титановых сплавов с лейкосапфиром припоем ПСр72.[36]

С тех пор технология пайки в течение более 40 лет почти не изменялась, и все тензопреобразователи и датчики давления на основе структур «кремний на сапфире» изготавливались с использованием данной технологии. Недостатки пайки серебрясодержащими припоями будут рассмотрены ниже.

Аморфные припои.

В настоящей работе были проведены соответствующие исследования, и в 2015 году в ПГ МИДА была внедрена технология соединения титановых сплавов с сапфиром с использованием аморфных припоев марки СТЕМЕТ на основе титана и его ближайшего аналога — циркония [62]. В работе Плющева А. Н., посвящённой аморфным припоям говорится, что из циркониевых и титановых сплавов, которые легируют железом, медью, бериллием и др. для снижения температуры плавления, невозможно изготовить ленту

стандартными методами из-за высокой хрупкости и низкой пластичности легирующих элементов. Однако, разработанная в МИФИ-АМЕТО технология, позволяющая получать припой в ленточном виде из расплава при его быстром охлаждении, дала возможность изготавливать аморфные ленточные припои из титана толщиной до 70 мкм. Такой вид припоя позволяет чётко определять количество необходимого припоя при пайке, а также очень удобен в использовании [63].

Аморфные припои часто позволяют отказываться от применения флюса и в ряде случаев заменяют припои на основе золота и серебра [63]. Припои с аморфной структурой обладают определёнными преимуществами при сравнении их с кристаллическими: 1) гибкость; 2) узкий интервал кристаллизации и плавления; 3) однородное плавление в объеме; 4) однородность физических и химических свойств по всей длине ленточного припоя; 5) высокая капиллярная [63] активность; 6) высокая диффузионная [64] активность. Все эти преимущества обусловлены аморфностью микроструктуры припоя.

Согласно исследованиям [63]: «свойства паяных соединений, полученных с использованием припоев в аморфном и микрокристаллическом состоянии, существенно выше, чем припоев в кристаллическом состоянии, вследствие меньшего содержания интерметаллидов и других хрупких фаз, большей диффузии легирующих элементов припоя в металл основы (титан/цирконий). Структурное состояние припоев существенно влияет на вязкость расплава. Кинематическая вязкость расплава из аморфных лент выше, чем из кристаллического слитка».

Для анализа твёрдости припоев и паяных соединений сапфира с металлами был выбран метод измерения Виккерса на твердомере ПМТ-3М, т.к. по сравнению с другими методами (Бринелль, Роквелл, Шор и др.) метод Виккерса имеет ряд преимуществ применительно к нашему случаю. При измерении данным методом величина твердости не зависит от приложенной нагрузки, что позволяет использовать метод Виккерса при малых нагрузках на

индентор, т.е. при измерении микротвёрдости материалов. А так как в случае исследования тонких слоёв паяного соединения для того, чтобы при измерении твёрдости исключить влияние одного слоя на другой, необходимо использовать очень маленькие нагрузки (от 0,05 Н), то данный метод исследования твёрдости является единственно возможным. Метод измерения микротвёрдости стандартизован ГОСТ 9450–76 [87]. При измерении твёрдости возможно использовать различные инденторы. Для нашего случая был выбран индентор в виде четырехгранной пирамиды из алмаза (рис. 2.25) Данный выбор обусловлен толщиной слоёв, подлежащих исследованию.

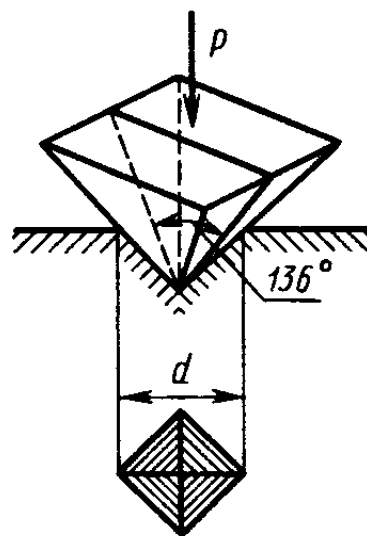


Рис. 2.25. Схема определения микротвёрдости по Виккерсу.

Подача нагрузки на пирамиду приводит к появлению в металле отпечатка. Как видно из нижней части рис. 2.25 плоскость отпечатка представляет собой квадрат (рис. 2.22). Число микротвёрдости по Виккерсу определяется как

$$HV = \frac{P}{S},$$

Где P – величина нагрузки, приложенной к индентору; S – площадь проекции отпечатка на материале, которая рассчитывается по формуле

$$S = \frac{4ah}{2},$$

где h – глубина отпечатка, a – длина стороны квадрата отпечатка.

Связь между стороной квадрата и глубиной отпечатка определяется из геометрических соотношений для правильной пирамиды

$$h = \frac{a}{2 \sin \frac{136^{\circ}}{2}} = \frac{a}{2 \cos 22^{\circ}} = \frac{a}{1.8544}.$$

При измерениях параметров отпечатка обычно определяют не длину стороны квадрата, а длину диагонали отпечатка d :

$$d^2 = 2a^2.$$

В результате величина микротвердости рассчитывается по формуле:

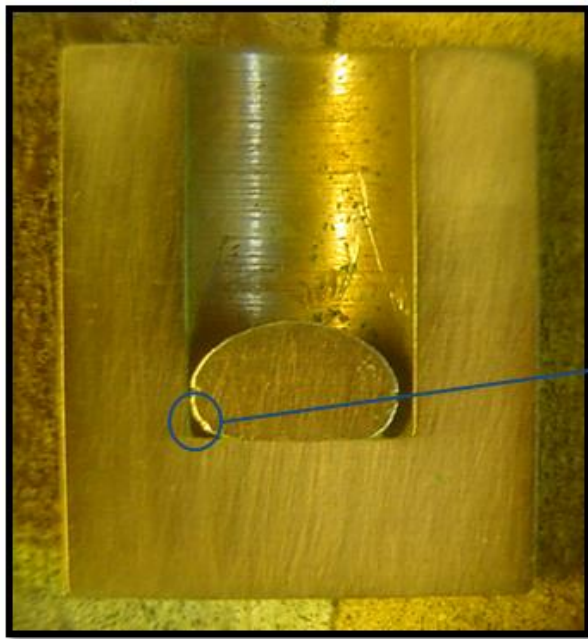
$$HV = \frac{1.8544P}{d^2} \text{ кгс/мм}^2$$

При измерениях микротвердости нагрузка на индентор составляет 0,05...5 Н, диагональ отпечатка – 7...50 мкм.

Так как исходные припои имеют вид ленты толщиной 50 мкм, то измерить их твёрдость достаточно проблематично. В связи с этим для исследования твёрдости припоев ПСр72 и СТЕМЕТ 1202 они в виде лент были помещены в стаканы из нержавеющей стали и подвергнуты режиму пайки согласно рис. 2.21, после чего данные стаканы были разрезаны на электроэрозионном станке (чтобы избежать изменения твёрдости поверхностного слоя, которое произошло бы при разрезании диском) и приготовлены микрошлифы для анализа твёрдости (рис. 2.26).

ПСр72

Состав припоя: 72% Ag, 28% Cu



СТЕМЕТ 1202

Состав припоя: 12% Ni, 12% Zr, 22% Cu, 0,8% V, остальное Ti

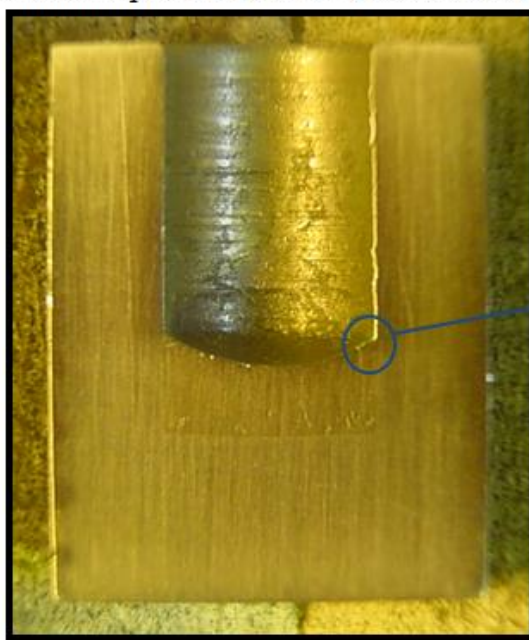


Рис. 2.26. Припой ПСр72 (вверху) и припой СТЕМЕТ 1202 (внизу), прошедшие режим пайки (850 °С) в стаканах из нержавеющей стали.

Условия измерений: величина нагрузки – 1,962 Н (200 г.) и 4,905 Н (500 г.); время выдержки – 20 с.

На рис. 2.27 представлены экспериментальные результаты измерения микротвёрдости припоев ПСр72 и СТЕМЕТ 1202.

ПСр72: 74 HV0.2/20; 84 HV0.5/20
СТЕМЕТ: 590 HV0.2/20; 640 HV0.5/20

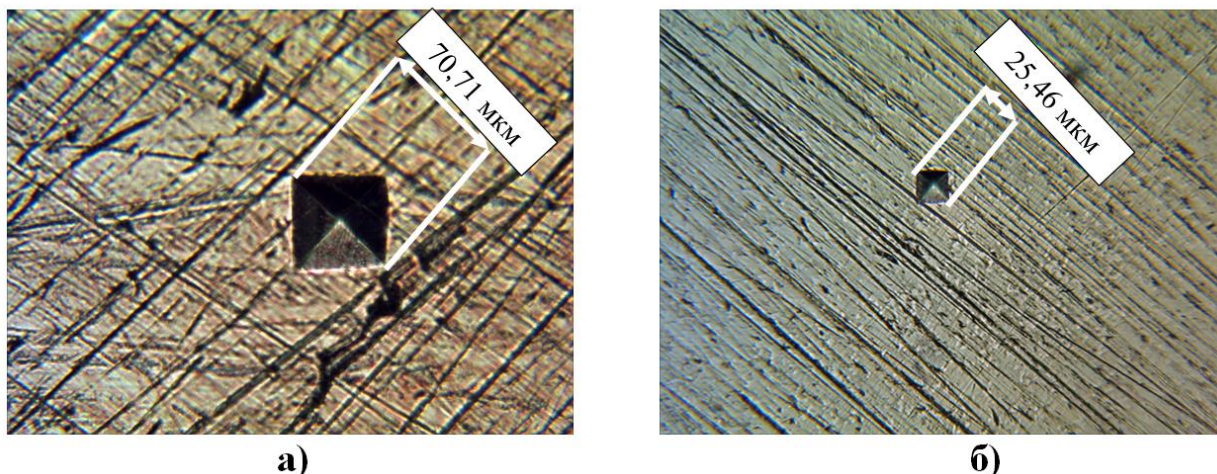


Рис. 2.27. Отпечатки пирамиды на припое ПСр72 (а) и СТЕМЕТ 1202 (б) при нагрузке 1,962 Ньютона.

Как видно, твёрдость припоя СТЕМЕТ существенно выше, чем припоя на основе серебра.

В результате исследований [62] было выявлено, что при использовании припоя из титана в виде ленты в аморфном состоянии полученные соединения имеют предел прочности на уровне основного материала. При этом для титановых сплавов возможна пайка ниже температуры полиморфного превращения титана.

Основная проблема высокотемпературных припоев для пайки титана в том, что пайка проходит при температурах, близких к температуре полиморфного превращения (для разных титановых сплавов она различается), и: «вследствие высокой температуры и длительности цикла пайки наблюдается рост зерна основного металла, изменение структурно-фазового состояния сплавов и снижение их прочностных свойств, пластичности, огрубление поверхности» [63]. В работе [63] было показано, что снижение времени пайки положительно сказывается на механических свойствах титановых сплавов. В связи с этим в ПГ МИДА был разработан техпроцесс, обеспечивающий качественное соединение лейкосапфира с упругим элементом при минимальном времени пайки.

2.3. Структура и свойства «классического» паяного соединения титанового сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V) с сапфиром, используемого в серийно выпускаемых датчиках давления.

Из-за значительной разницы в коэффициентах линейного расширения сапфира и титанового сплава, которая приводит к большим термическим напряжениям в структуре ПЧЭ-припой-сплав, в слое припоя также возникают существенные напряжения, которые могут влиять на такие характеристики ТП, как вариация, температурный гистерезис и временная нестабильность. Поэтому представляет значительный интерес детальное исследование соединительного слоя между сапфиром и титановым сплавом, которое в данной работе было проведено впервые.

Пайка ПЧЭ на титановые мембраны проводилась в вакууме по стандартной технологии [36]. В качестве припоя использовался ленточный (толщиной ≈ 40 мкм) припой ПСр72 (72% Ag, 28% Cu).

Для исследования свойств соединительного слоя были приготовлены косые шлифы (под углом $\sim 1^\circ$) титановых мембран с напаянными на них ПЧЭ (рис. 2.25). В связи с высокой твёрдостью сапфира шлифование проводилось на стекле с использованием алмазных паст зернистостью 7/5 и 3/2, после чего образцы полировались на драповом сукне с использованием пасты ГОИ №2.

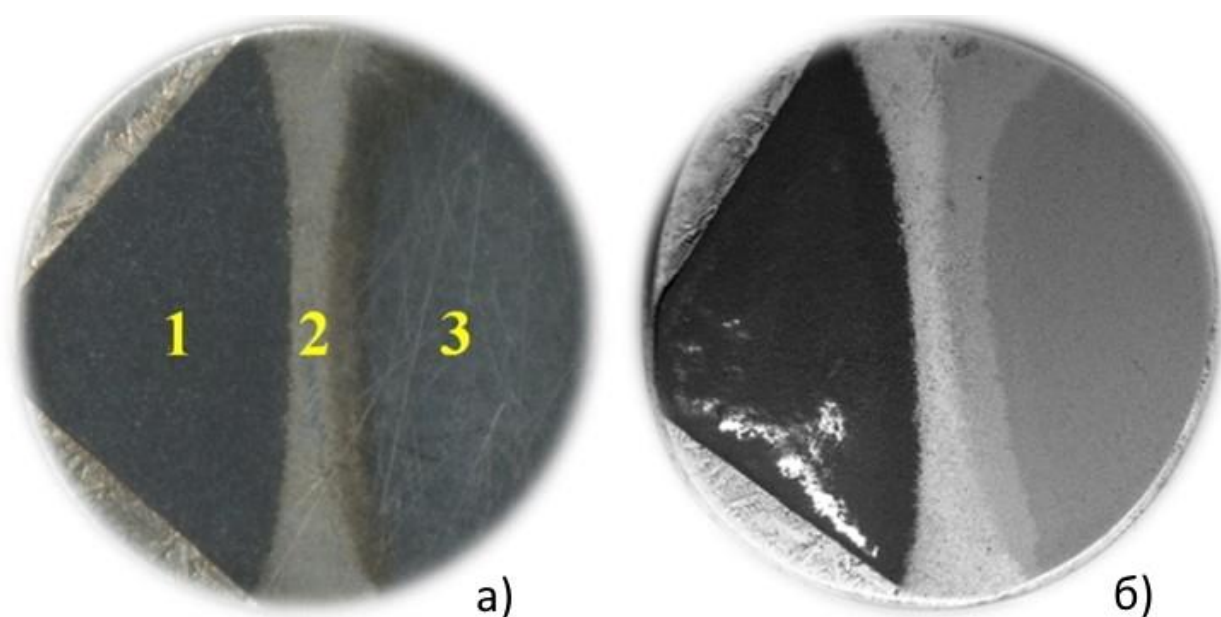


Рис. 2.28. Оптическое (а) и электронно-микроскопическое (б) изображение косо́го шлифа. 1 - сапфир (Al_2O_3); 2 – слой припоя; 3 – мембрана из титанового сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V).

Исследование распределения элементов в соединительном слое проводилось с помощью рентгенофлуоресцентного микроанализатора Bruker TORNADO M4 в научно-исследовательском технологическом институте им. С.П. Капицы при Ульяновском Государственном Университете. Путь сканирования указан на рис. 2.29а, распределение элементов вдоль этого пути – на рис.2.29б. Распределение элементов получено с шагом 70 мкм (50 точек). Граница сапфира неровная, имеет вкрапления припоя и титана. На снимке микрошлифа, полученном с помощью электронного микроскопа, хорошо видно неоднородность соединительного слоя (рис. 2.29а). Толщина соединительного слоя с учётом угла шлифования составила около 30 мкм.

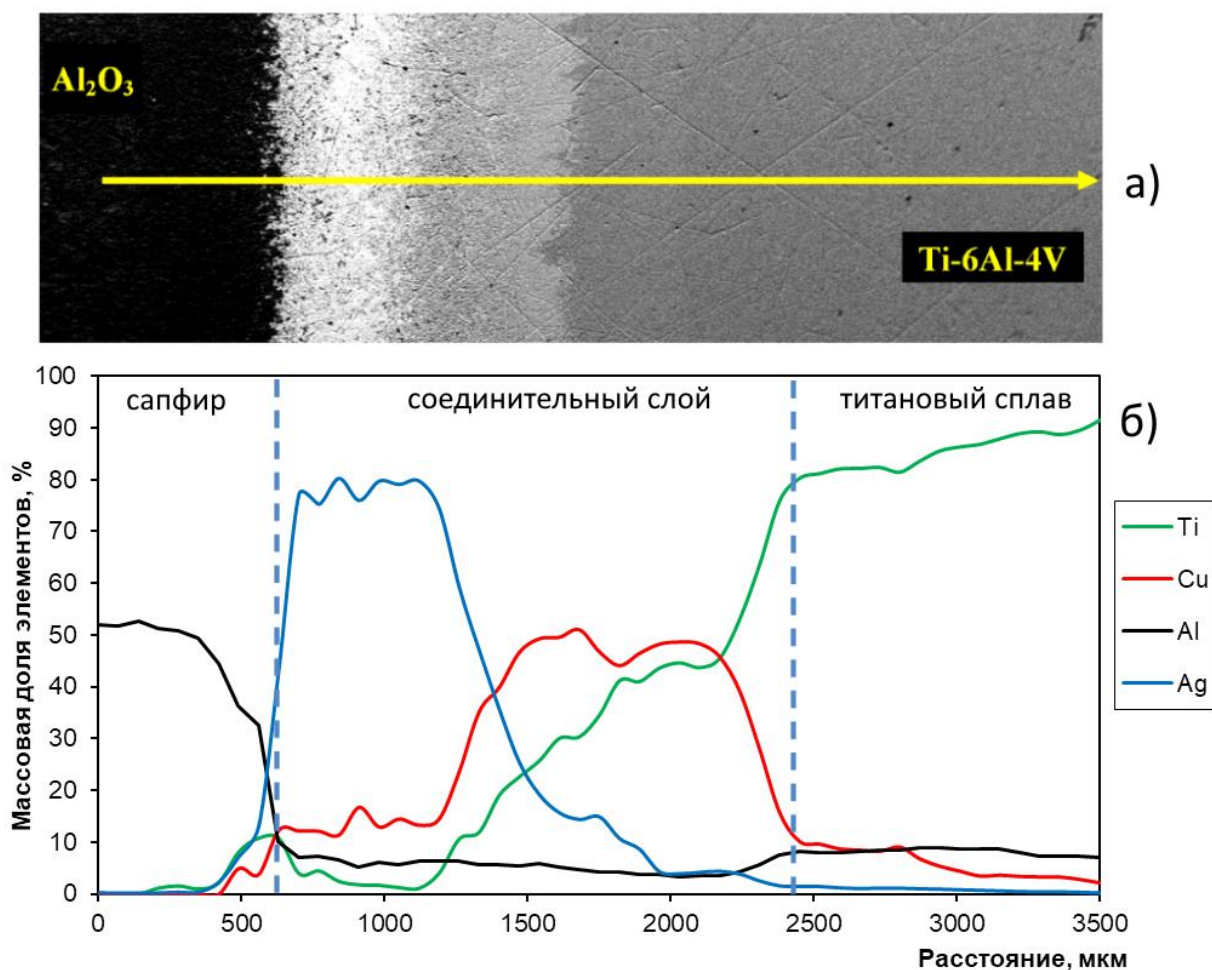


Рис. 2.29. а) Электронно-микроскопическое изображение места исследования с указанием пути сканирования. б) Распределение элементов в соединительном слое (вертикальными линиями отмечены границы слоя).

Как следует из рис. 2.29, распределение химических элементов в соединительном слое после высокотемпературной пайки крайне неоднородно. Серебро и медь из однородного припоя разделяются и накапливаются соответственно у сапфира и у титана. Титан присутствует во всём соединительном слое, накапливаясь у границы с сапфиром. Неоднородность распределения элементов свидетельствует и о неоднородности механических свойств соединительного слоя. Это подтверждается измерением микротвёрдости вдоль соединительного слоя (рис. 2.230).

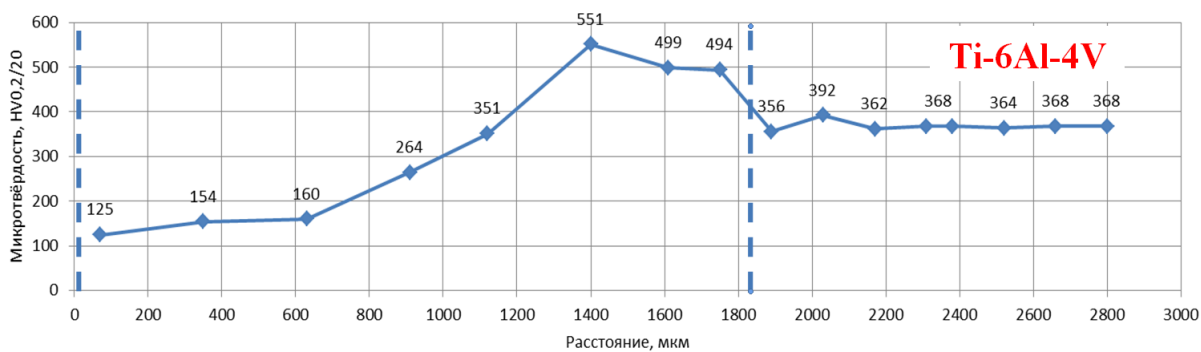


Рис. 2.30. Распределение микротвёрдости в соединительном слое (вертикальными линиями отмечены границы слоя).

Как видно, микротвёрдость значительно изменяется по ширине соединительного слоя, отличаясь на его границах более чем в три раза. Видно также, что вблизи границы с титановым сплавом микротвёрдость соединительного слоя значительно выше, чем у сплава ВТ6. По-видимому, это связано с образованием интерметаллического соединения титана с медью. Из диаграммы состояния системы «титан-медь-серебро» (рис. 2.31) следует, что медь и серебро образуют с титаном ограниченные твёрдые растворы, а также хрупкие химические соединения и эвтектики. В частности, образуется интерметаллическое соединение $TiCu$ (40%-Ti, 40%-Cu, 10%-Ag), которое имеет повышенную твёрдость и жаропрочность. Действительно, максимум твёрдости имеет место именно в области примерного равенства концентраций меди и титана. Минимальную твёрдость соединительный слой имеет вблизи сапфира, где он практически весь состоит из мягкого серебра.

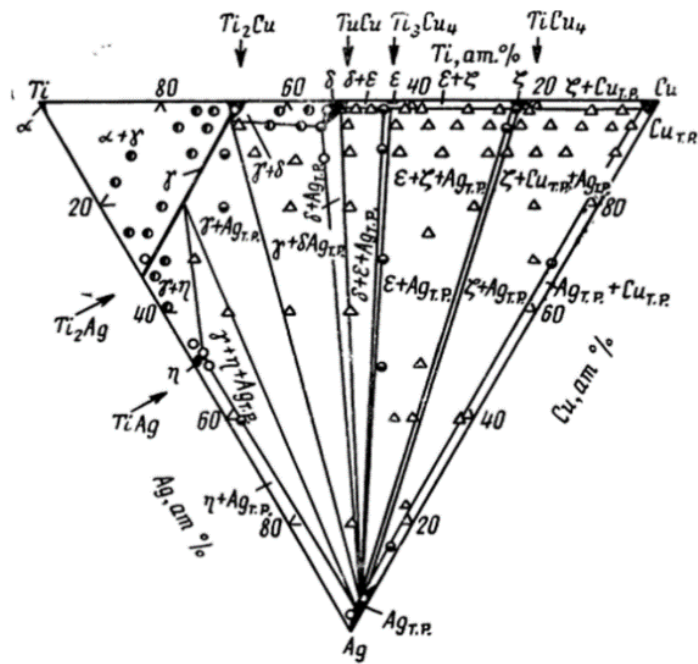


Рис. 2.31. Изотермический разрез состояния системы Ti-Ag-Cu при 700 °C [65].

Исследованный образец был разрезан на электроэрозионном станке перпендикулярно к соединительному слою. Вид слоя после разрезания и последующего травления в однопроцентном растворе плавиковой кислоты (HF) показан на рис. 2.32. Травление выявляет структуру соединительного слоя. Условно можно выделить пять слоёв по толщине соединительного слоя, причём слои проникают один в другой.

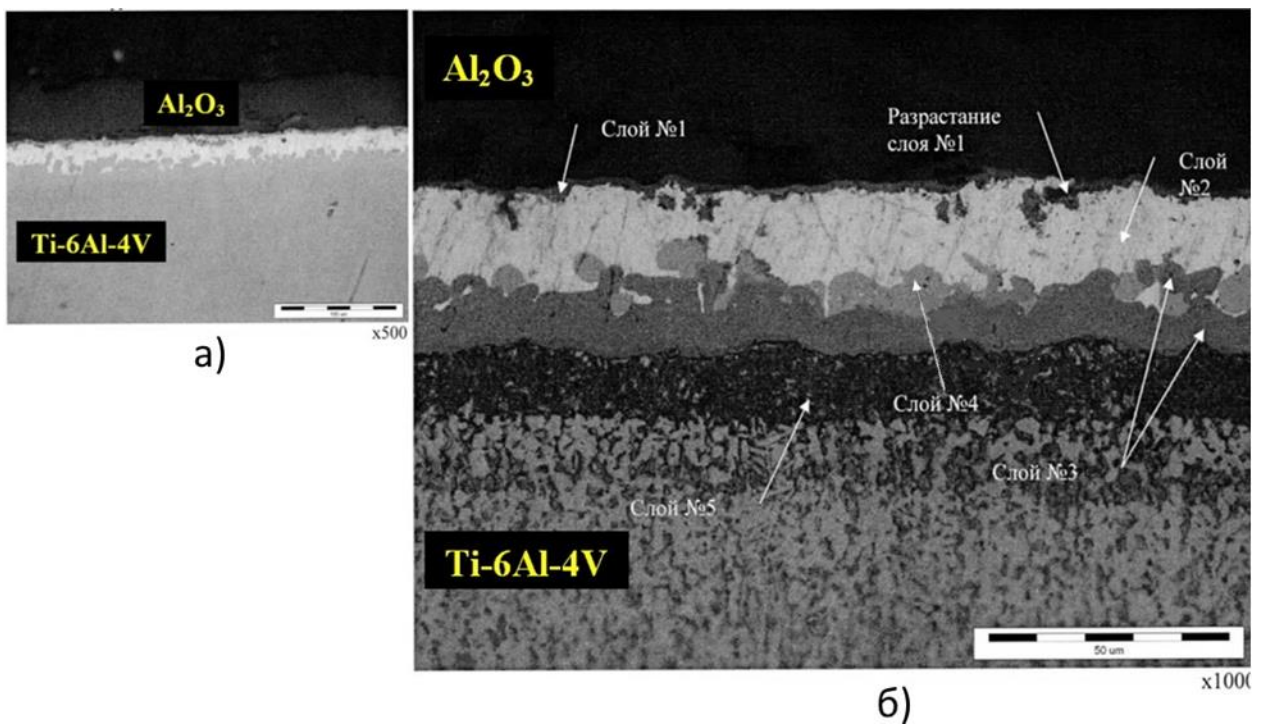


Рис. 2.32. Оптическое изображение переходного слоя до (а) и после (б) травления.

Толщины слоёв:

Слой №1 – $h=1,5-1,7$ мкм, наблюдается единичное «разрастание» в слой №2;

Слой №2 – $h=17,5-21$ мкм, единичные включения слоя №3 и слоя №4;

Слой №3 – $h=9,5-13,2$ мкм;

Слой №4 – $h=1-1,6$ мкм;

Слой №5 – $h=11-16$ мкм.

Общая толщина соединительного слоя ≈ 30 мкм, что хорошо согласуется с величиной, определённой на косом шлифе.

Если провести сопоставление рис 2.29б и рис. 2.32, то можно сделать следующий вывод: слой 1 - это слой вблизи сапфира, насыщенный титаном, который и обеспечивает активацию припоя во время пайки и проникает к сапфиру из металла мембраны; слой 2 – это слой с высокой концентрацией серебра; слои 3, 4, 5 – интерметаллическое соединение TiCu, разные цвета этих слоёв после травления по-видимому связаны с тем что интерметаллид образовался в различных зонах частично.

2.4. Структура и свойства паяного соединения титанового сплава с сапфиром с использованием аморфного припоя СТЕМЕТ 1410.

Как уже упоминалось ранее, с появлением аморфных припоев на основе титана и циркония появилась возможность соединения титановых сплавов с сапфиром с помощью этих припоев, как альтернатива припою ПСр72 [62]. Более того, открылись возможности соединения сапфира с другими материалами.

Далее будут представлены результаты исследований паяных соединений сапфира с титановым сплавом ВТ6, полученных при помощи припоев СТЕМЕТ различного состава. Эти исследования были проделаны для различных титановых сплавов (ВТ9, ОТ4 и другие), результаты идентичны анализу паяных соединений сплава ВТ6 с сапфиром, поэтому приведённые результаты можно распространить на все титановых сплавы.

Первоначально для получения соединения титанового сплава ВТ6 с лейкосапфиром использовался аморфный припой СТЕМЕТ 1410 системы $Zr-5,5Fe-3,5Be-1Nb-5Cu-2Sn-0,4Cr-1Ge$ в виде фольги толщиной 50 мкм.

Пайка проводилась в вакууме при температуре 855 °С. При визуальном осмотре паяных соединений было отмечено хорошее смачивание соединяемых материалов. Исследования проводились на косых шлифах, аналогичных описанным выше. К сожалению, из-за малых размеров образца шлиф не вышел на титановый сплав мембраны. Тем не менее, видно, что, в отличие от пайки серебросодержащим припоем, соединительный слой однороден по внешнему виду (рис. 2.33).

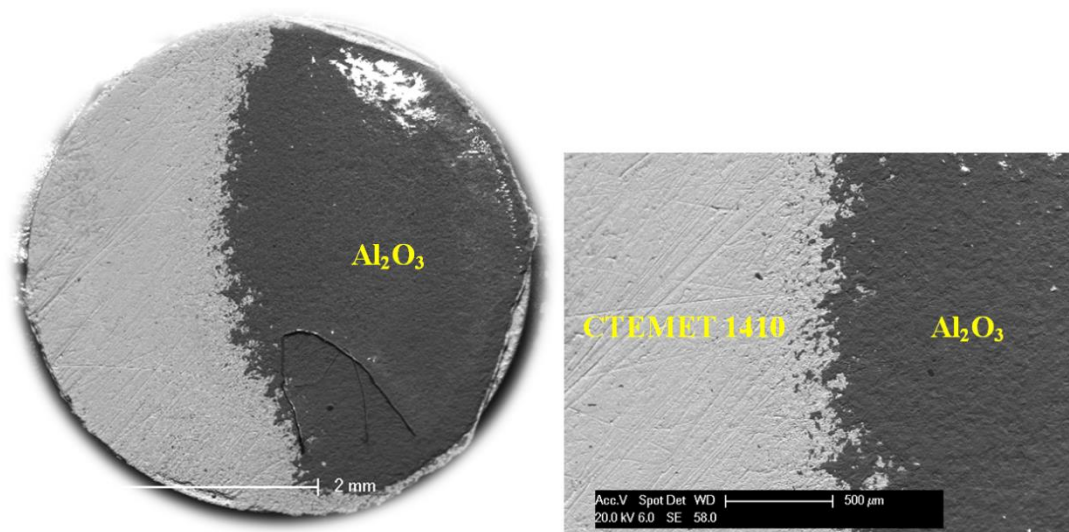
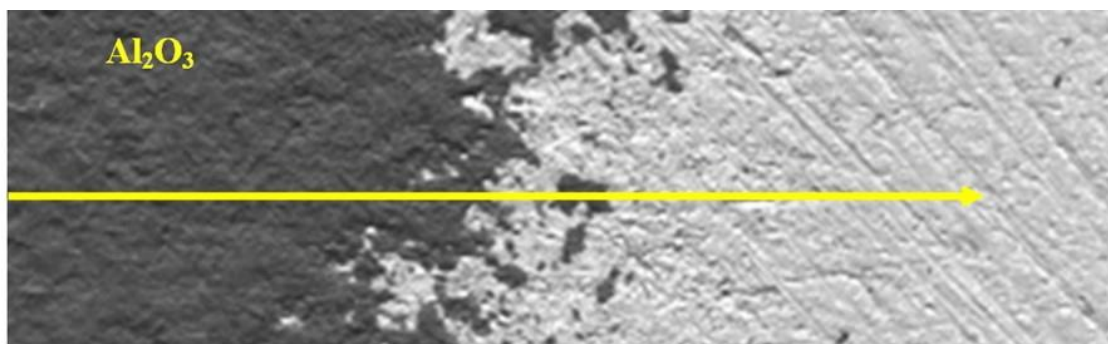
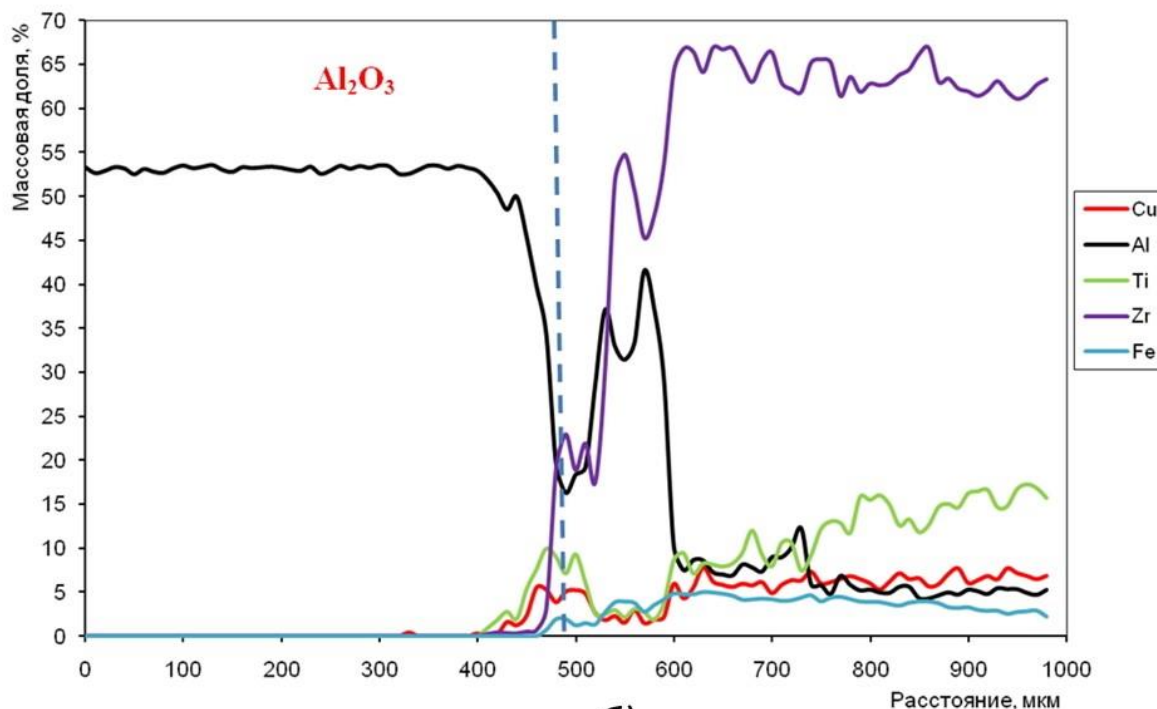


Рис. 2.33. Электронно-микроскопическое изображение косого шлифа (угол $0,94^\circ$) образца.

Однородность соединительного слоя подтверждается и измерением распределения состава по толщине слоя (рис. 2.34). Локальное повышение концентрации алюминия вблизи сапфира связано, очевидно, с вкраплением сапфира в соединительный слой (рис. 2.34а). Во всём слое наблюдается присутствие титана, очевидно диффундирующего из мембраны; как и в предыдущем случае, концентрация титана повышается у границы с сапфиром.



а)



б)

Рис. 2.34. а) Электронно-микроскопическое изображение места исследования с указанием пути сканирования. б) Распределение элементов в соединительном слое (вертикальной линией отмечена граница сапфира).

Измерение микротвёрдости также свидетельствует об однородности соединительного слоя (рис. 2.35). Твёрдость соединительного слоя практически одинакова по всей толщине и несколько выше твёрдости сплава ВТ6, из которого изготовлена мембрана. Это даёт основания полагать, что такие недостатки ТП, как вариация, гистерезис, ГПН, температурный гистерезис и временная нестабильность, должны уменьшиться при использовании пайки ПЧЭ на титановые мембраны припоем СТЕМЕТ вместо ПСр72.

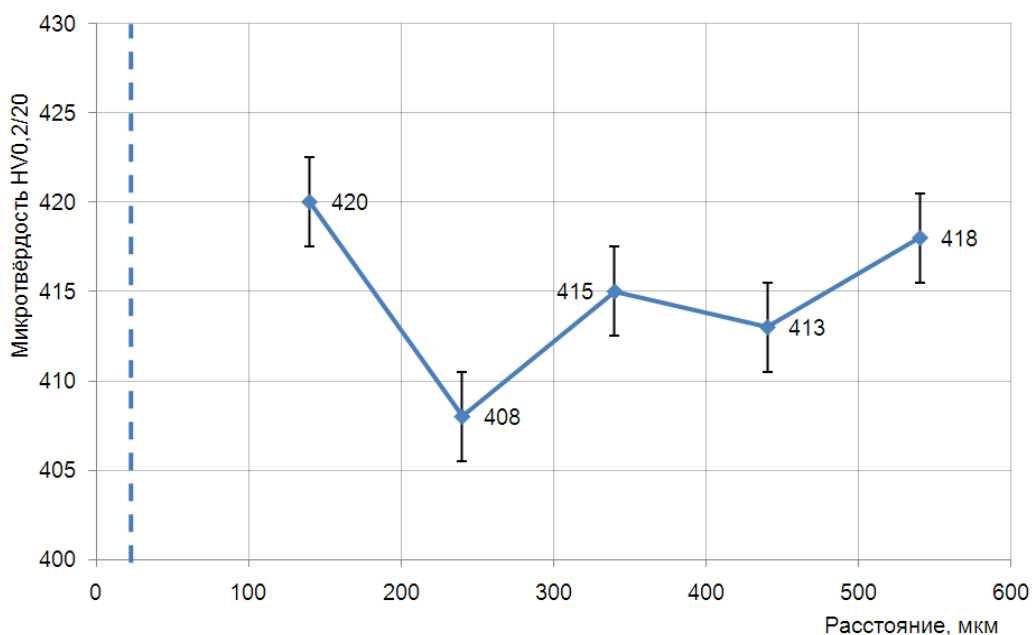


Рис. 2.35. Распределение микротвёрдости в соединительном слое при пайке припоем СТЕМЕТ 1410.

2.5. Структура и свойства паяного соединения титанового сплава с сапфиром с использованием аморфного припоя СТЕМЕТ 1202.

Припой СТЕМЕТ 1202 в отличие от СТЕМЕТ 1410 изготовлен на основе титана, его состав Ti-22Cu-12Ni-12Zr-0,8V. Также стоит отметить, что получить паяное соединение титановых сплавов с сапфиром с помощью этого припоя удалось не сразу, т.к., используя режим пайки как для СТЕМЕТ 1410, напряжения в соединении через некоторое время после пайки приводили к растрескиванию ПЧЭ. Но после подбора режима пайки (скоростей нагрева, охлаждения и выдержки) удалось получить стабильное соединение титанового сплава с сапфиром с помощью аморфного припоя СТЕМЕТ 1202 на основе титана и циркония. Полученный соединительный слой однороден по химическому составу и механическим свойствам, имеет микротвёрдость больше микротвёрдости титанового сплава (рис. 2.36), что препятствует возникновению в нём пластических деформаций и ползучести при механическом нагружении.

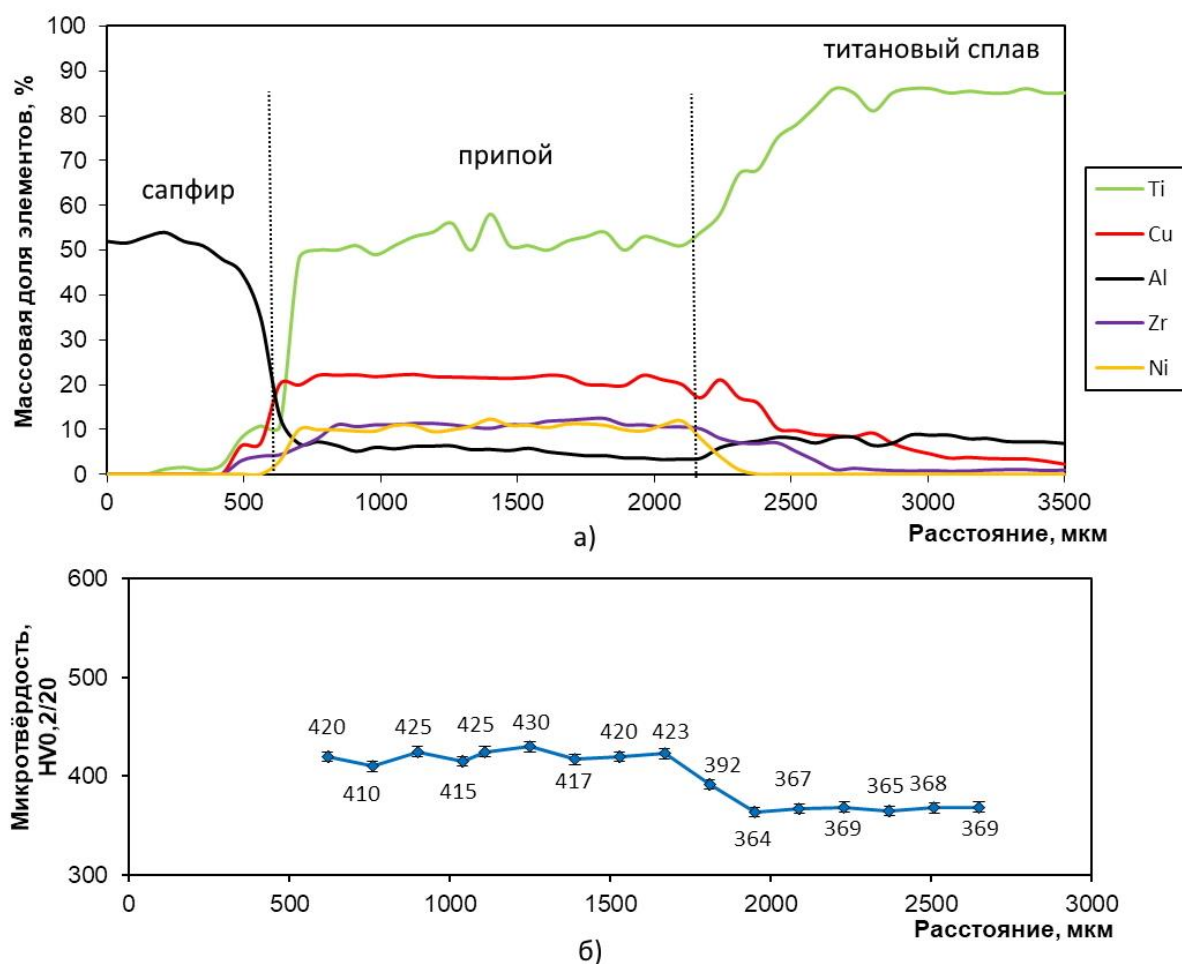


Рис. 2.36. Распределение элементов (а) и микротвёрдости (б) в соединительном слое при пайке сплавом СТЕМЕТ 1202.

Соединительный слой, в отличие от пайки припоем ПСр72, однороден как по механическим свойствам, так и по химическому составу.

2.6. Исследование паяного соединения керамики с сапфиром.

Несогласованность в КТР титанового сплава, из которого изготавливается упругий элемент, и подложки ПЧЭ из лейкосапфира приводит к появлению термических напряжений после вакуумной пайки. Это приводит к появлению дополнительной температурной погрешности. Одним из кардинальных способов снижения этой погрешности является уход от титанового сплава как материала упругой мембраны и использование другого материала, близкого по КТР к сапфиру. Привлекательным с этой точки зрения является алюмосиликатная керамика, тем более что керамические упругие

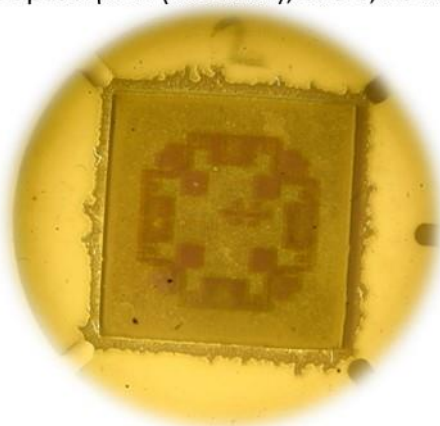
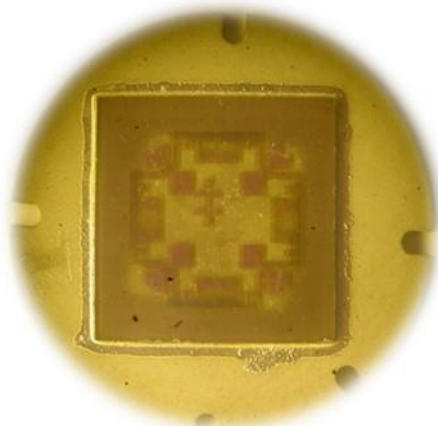
элементы достаточно широко используются в датчиках давления иностранного производства [72-78]. Использование в качестве материала мембраны керамики должно также положительно сказаться на временной стабильности параметров ТП из-за отсутствия в ней пластических деформаций, свойственных металлам.

Наиболее просто соединение сапфира с керамикой достигается путём пайки стеклоприпоем; такие ТП сравнимы по точности с традиционными ТП и имеют значительно меньшие температурные дрейфы нулевого сигнала [66]. Однако, стекло при температурах больше 150 °С начинает размягчаться, что негативно сказывается на параметрах ТП и ограничивает температурный диапазон их применения. Кроме того, стеклоприпой обладает плохими прочностными характеристиками и имеет свойство растрескиваться при больших нагрузках. Эти проблемы оказалось возможным решить, используя при соединении сапфира с керамикой аморфный припой марки СТЕМЕТ 1202.

Пайка проходила в вакууме порядка 10^{-6} мм рт. ст. ПЧЭ напаивался на керамические (керамика на основе Al_2O_3 марки ВК-98) пластинки толщиной 1 мм. Для выявления оптимального качества соединения опробованы различные режимы пайки (в скобках указана толщина сапфира) (рис. 2.37).

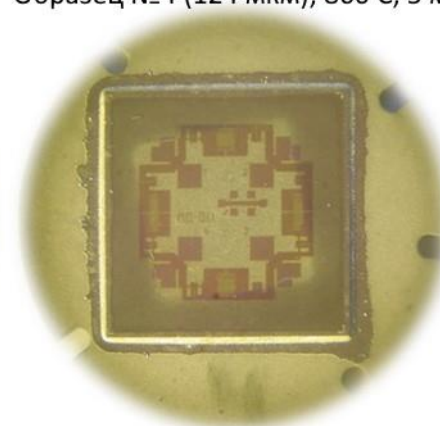
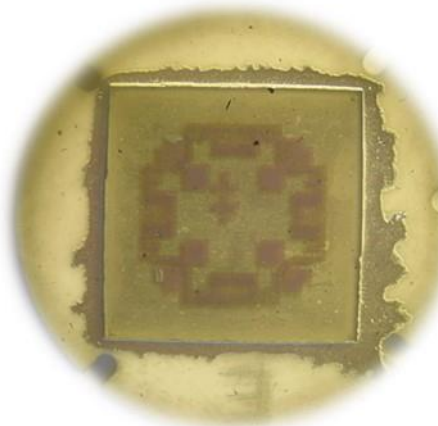
Образец №1 (468 мкм); 870 С, 10 мин

Образец №2 (471 мкм); 870 С, 10 мин



Образец №3 (469 мкм); 860 С, 5 мин

Образец №4 (124 мкм); 860 С, 5 мин



Образец №5 (129 мкм); 900 С, 5 мин

Образец №6 (130 мкм); 900 С, 5 мин

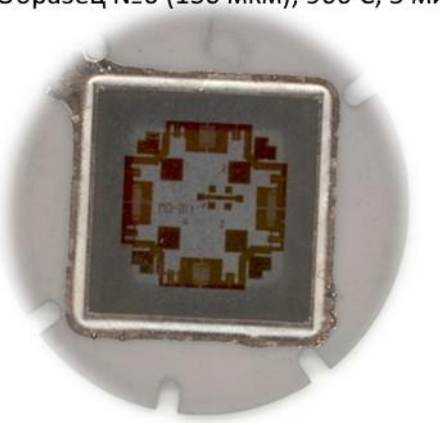
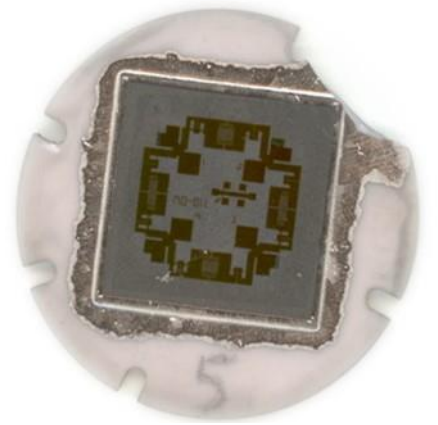


Рис. 2.37. Фотографии паяных соединений при различных режимах пайки.

Определён оптимальный режим: 860 °С, время пайки 5 мин. Критерием при выборе оптимального режима являлось наименьшее значение температурного дрейфа начального выходного сигнала ПЧЭ, что говорит о

минимальных напряжениях после пайки. Данные структуры обладают втрое меньшим температурным дрейфом, чем ПЧЭ, напаянные на заготовки из титановых сплавов. Для дальнейшего анализа полученного соединения с помощью алмазной пасты был приготовлен косой (под углом 1°) шлиф одного из образцов (рис. 2.35).

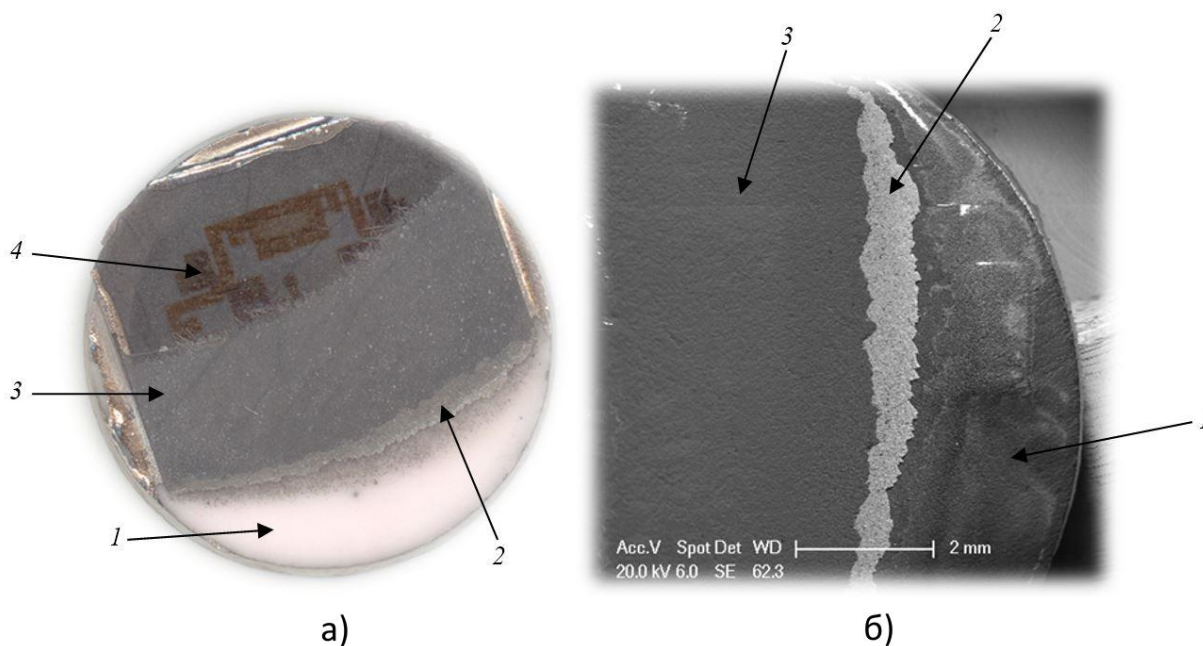


Рис. 2.38. Изображение косого шлифа образца: а) оптическое; б) электронно-микроскопическое 1-керамика, 2-слой припоя, 3-лейкосапфир, 4-кремний.

Изначально закладывался припой вдвое меньший по площади, чем подложка (сапфир) ПЧЭ. Толщина припоя после пайки, рассчитанная по углу косого шлифа, составила $\approx 11,4$ мкм, что связано с хорошей растекаемостью припоя по поверхности керамики. Растекаемость припоя по керамике очень сильно зависит от шероховатости поверхности.

Для проведения металлографических исследований и изучения химической неоднородности паяных соединений использовали электронно-зондовый микроанализатор MAP-4. Путь сканирования указан на рис. 2.39, распределение элементов по данному пути на рис. 2.40.

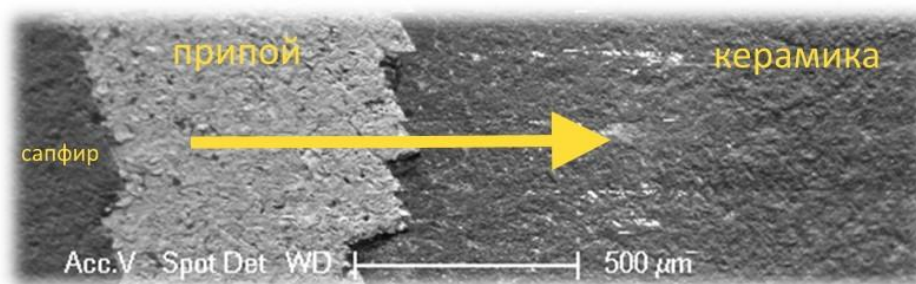


Рис. 2.39. Электронно-микроскопическое изображение места исследования с указанием пути сканирования.

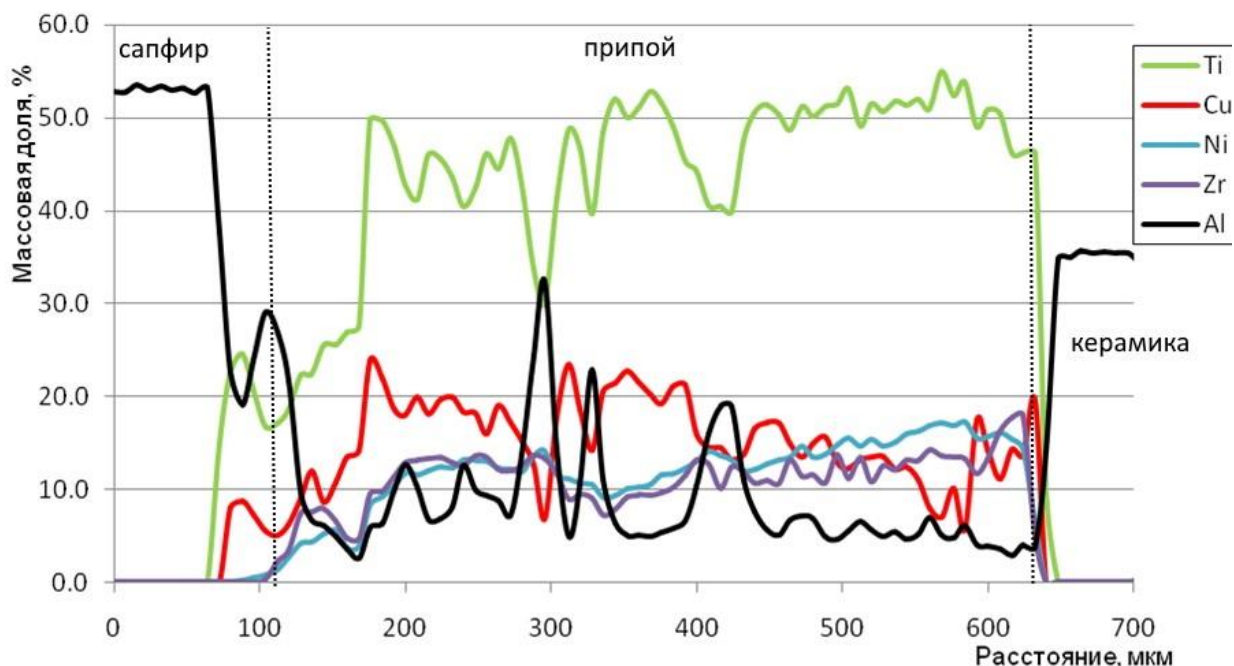


Рис. 2.40. Распределение элементов в паяном слое.

Как видно из рис. 2.40, распределение химического состава в слое припоя близко к равномерному; лишь вблизи сапфировой подложки концентрация титана падает. Пик Al на расстоянии 300 мкм связан с вкраплением частицы керамики в соединительный слой при шлифовке. Однако это практически не сказывается на механических свойствах соединительного слоя – микротвёрдость слоя практически одинакова по всей его толщине (рис. 2.41) и достаточно высока (для сравнения: микротвёрдость титанового сплава составляет ~360 HV). В последующих главах данной работы будет показано, что такая однородность соединительного слоя в сочетании с его твёрдостью и обуславливает наблюдаемое уменьшение

гистерезиса, вариации и ГПН в сравнении с изготовленными по «классической» технологии (титановый сплав с ПСр72) преобразователями.

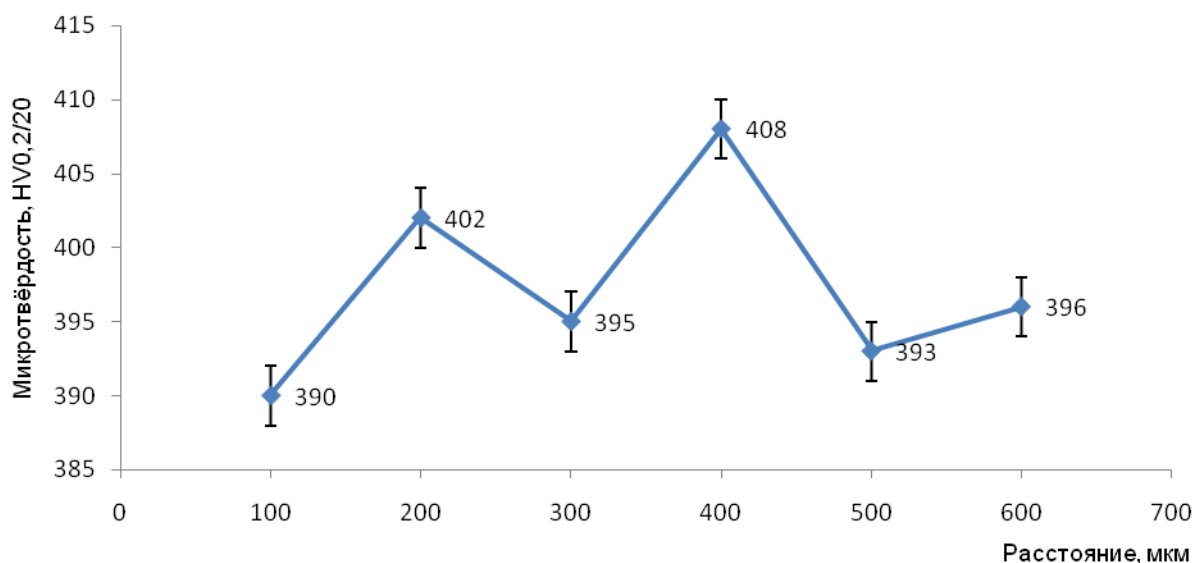


Рис. 2.41. Распределение микротвёрдости в паяном слое.

Выводы

1. На основании результатов механических испытаний различных сплавов можно сделать вывод о том, что в тензопреобразователях давления оптимальным из доступных является сплав ВТ9. Показано, что механические свойства сплава ВТ6, используемого сейчас во многих случаях при производстве датчиков давления, можно повышать путём проведения различных термообработок. Теоретически обоснована необходимость в термомеханической стабилизации тензопреобразователей. Также определено, что оптимальной микроструктурой для упругих элементов датчиков давления является мелкозернистая структура 1–3 балла глобулярного типа.
2. При использовании в соединительном слое материала СТЕМЕТ, стало возможно соединять сапфир с другими сплавами и материалами, поскольку титан содержится непосредственно в припое. Поэтому были проведены также исследования материалов, близких по КТР к сапфиру

– сплава 29НК, циркониевого сплава Э110 и алюмосиликатной керамики.

3. На основании результатов исследований теплового расширения материалов можно сделать вывод о перспективности сплава 29НК при производстве датчиков давления, что связано с хорошей согласованностью температурных коэффициентов данного сплава и лейкосапфира. Соответственно, можно предположить, что, используя данную комбинацию, можно получить ТП давления с минимальным температурным дрейфом начального выходного сигнала.
4. Впервые детально исследовано паяное соединение титанового сплава с сапфиром (припой ПСр72). Это соединение используется практически во всех датчиках и преобразователях давления на основе КНС и играет в них ключевую роль, оказывая непосредственное влияние на точность и стабильность преобразования давления в электрических сигнал. Показано, что в соединительном слое:
 - присутствует чёткое разделение слоёв, что особенно ярко выражено после травления;
 - титан образует интерметаллиды TiCu с медью, входящей в состав припоя ПСр72;
 - максимальное количество серебра располагается непосредственно под сапфиром, образуя самый мягкий слой, предел пластичности которого ниже напряжений, которые могут возникать при работе ТП. Это говорит о возможности пластических деформаций в слое припоя, что сказывается на точностных параметрах ТП и их стабильности.
5. Получены соединения титановых сплавов с лейкосапфиром с помощью высокотемпературной вакуумной пайки аморфными припоями марки СТЕМЕТ на основе титана и циркония. Показана перспективность использования данных соединений в тензопреобразователях давления на основе структур «кремний-на-сапфире», обусловленные высокими механическими свойствами и однородностью соединения.

6. Получено соединение керамики ВК98 с лейкосапфиром аморфным припоем СТЕМЕТ. Установлено, что структура паяных швов, полученных с помощью аморфного припоя СТЕМЕТ 1202 на титановой основе, достаточно однородна по толщине соединения как по морфологическим характеристикам, так и по химическому составу, что должно положительно сказаться на стабильности ТП. Также, принимая во внимание высокую согласованность КТР сапфира и керамики, можно предположить, что данное соединение весьма перспективно для создания стабильных ТП давления на КНС с низкой температурной погрешностью.

ГЛАВА 3. Влияние конструктивных материалов на метрологические характеристики тензопреобразователей давления на основе структур КНС.

3.1. Влияние материалов на характеристики ТП давления в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С. Механизмы возникновения дополнительных погрешностей ТП.

С развитием и совершенствованием конструкции и технологии ТП давления на основе КНС, повышением их метрологических и эксплуатационных характеристик встал вопрос об осмысленном выборе материалов металлического упругого элемента ТП, обеспечивающих наилучшие свойства тензопреобразователя в различных условиях эксплуатации. Дополнительным стимулом к этой работе стало резкое снижение доступности отечественных приборостроителей к продукции производителей титановых сплавов, особенно сложного состава (например сплавов ВТ9, ВТ16). Кроме того, многокомпонентные титановые сплавы являются двухфазными, причём состав и относительное количество фаз зависят от предварительной термообработки и, вообще говоря, меняются со временем, что может сказываться на физических характеристиках сплавов и их стабильности [55, 56, 58, 60]. Также при более внимательном изучении известных характеристик титанового сплава ВТ6 выяснилось, что его упругие свойства, важные для ТП, различаются в зависимости от термической обработки (см. главу 2). Во второй главе было исследовано «классическое» паяное соединение припоем ПСр72 титанового сплава ВТ6 с лейкосапфиром, а также продемонстрирована возможность соединения лейкосапфира и с другими материалами за счёт использования аморфных быстрозакалённых припоев различного состава марки СТЕМЕТ. Исследования соединений металлических сплавов с лейкосапфиром с использованием разных припоев показали, что эти соединения сильно различаются как с точки зрения химической однородности, так и по механическим свойствам (см. главу 2).

Следующим этапом работы явилось исследование влияния характеристик материалов упругого элемента и соединительного слоя на метрологические и эксплуатационные характеристики ТП давления на основе КНС. Для этого были изготовлены одинаковые ТП давления (рис. 3.1), в которых воспринимающие давление мембраны изготовлены из разных титановых сплавов: ВТ6, ВТ9, ВТ14, ВТ16, ВТ22, ОТ4. Поскольку использование в качестве припоя аморфного сплава СТЕМЕТ позволило расширить диапазон материалов мембраны ТП давления, были изготовлены также мембраны из сплава на основе железа 29НК и циркониевого сплава Э110 из соображений близости КТР этих сплавов и сапфира. На мембраны были напаяны ПЧЭ на основе структур КНС толщиной 100 мкм. Пайка происходила в вакууме серебромедным припоем ПСр72, а также аморфными припоями различных составов марки СТЕМЕТ: 1202 на основе титана и 1410 на основе циркония.

После пайки были собраны тензопреобразователи давления датчиков МИДА-ДИ-13П, конструкция которых представлена на рис. 3.1.

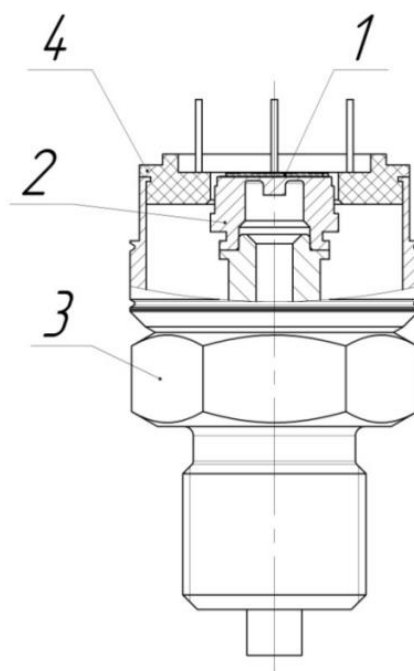


Рис. 3.1. Конструкция тензопреобразователя давления: 1 – ПЧЭ на основе КНС; 2 – металлическая мембрана чашечного типа; 3 – штуцер; 4 – керамический коллектор.

Этот тип тензопреобразователя был выбран потому, что таких приборов в ПГ МИДА выпускается больше всего и технология их производства хорошо отработана. Для стабилизации характеристик они подверглись процедуре термоциклирования в диапазоне температур (-50...+300) °С. Затем были проведены измерения нагрузочных характеристик ТП при различных температурах. Исследования проводились как в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С, так и в диапазоне высоких температур; результаты последних приведены во втором разделе данной главы. Методика измерений была следующей: установка температуры происходила с помощью прецизионной камеры тепла-холода с погрешностью $\pm 0,5$ °С. Для установления термостабильного режима перед каждым циклом измерений печь выдерживалась на заданной температуре в течение двух-трех часов. Стабильность температуры в термокамере контролировалась по изменению сопротивления мостовой схемы ПЧЭ. Измерение параметров ТП осуществлялось через 10–15 минут после подключения питания (время, необходимое для самопрогрева ПЧЭ). Структурная схема измерительного оборудования, использованного в исследовании, приведена на рис 3.2. Испытуемые ТП на одинаковый диапазон давления размещались в изолированной камере для поддержания постоянной температуры и для защиты испытателя и окружающих от последствий потенциально возможного механического разрушения ТП при нагружении давлением. Давление от грузопоршневого манометра МП60М (класс точности 0,02 %) к ТП подводилось через стальную трубку с наружным диаметром 6 мм и толщиной стенки 1,5 мм. Для уменьшения объема сжимаемого воздуха при испытаниях большая часть трубопроводов заполнялась спиртом. Давление задавалось пошагово, с последовательным плавным повышением давления и выдержкой в каждой точке нагружения не менее 2 минут. Выходной сигнал ТП измерялся непрерывно с помощью системы сбора данных Agilent 34970A (точность измерения не хуже 0,0035 % от измеряемой величины) с частотой 12 отсчетов в минуту. Источником питания в измерительной схеме служил аккумулятор.

Температура измерялась с помощью термопары, один из спаев которой был закреплён непосредственно на оснастке с исследуемыми преобразователями. Критерием стабилизации температуры служила стабильность сопротивления мостовой схемы ТП. Данные со всех измерительных каналов через интерфейс RS-232 передавались на ПК (рис. 3.2).

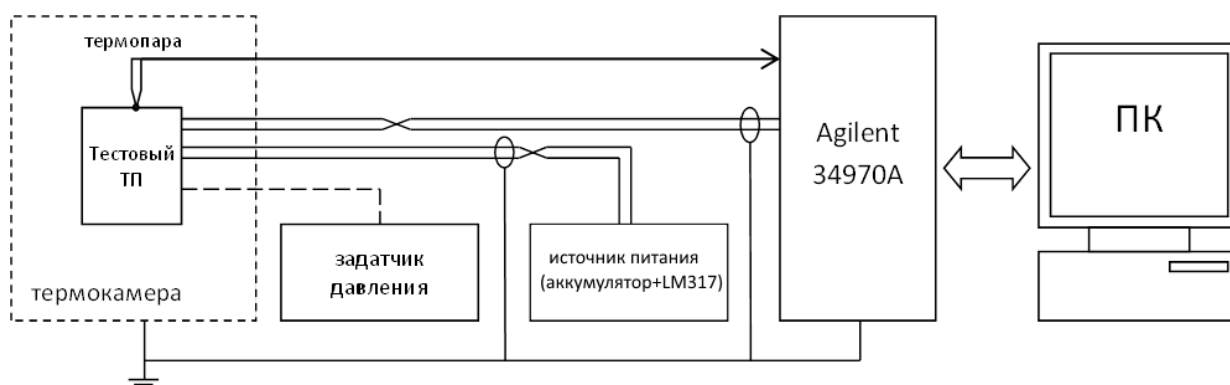


Рис. 3.2. Структурная схема измерений.

Как уже указывалось ранее, температурный дрейф начального сигнала (ТДО), определяемый разностью температурных коэффициентов сопротивления (ТКС) тензорезисторов в смежных плечах моста, в ТП на основе КНС в основном связан с температурными напряжениями сапфировой подложки, возникающими из-за разности КТР сапфира и титановых сплавов. Поскольку, как выяснилось, коэффициенты теплового расширения у титановых сплавов близки, ТП с мембранами из различных титановых сплавов имеют примерно одинаковую величину ТДО, которая практически не зависит от типа используемого припоя. Минимальный температурный дрейф, который к тому же имеет отрицательный знак, наблюдается у ТП с мембранами из 29НК (рис. 3.3), что можно объяснить близким значением КТР сапфира и сплава 29НК. Отрицательный знак температурного дрейфа связан с тем, что КТР сплава 29НК, как мы выяснили ранее, в этой области температур ниже, чем КТР сапфира, в отличие от титановых сплавов.

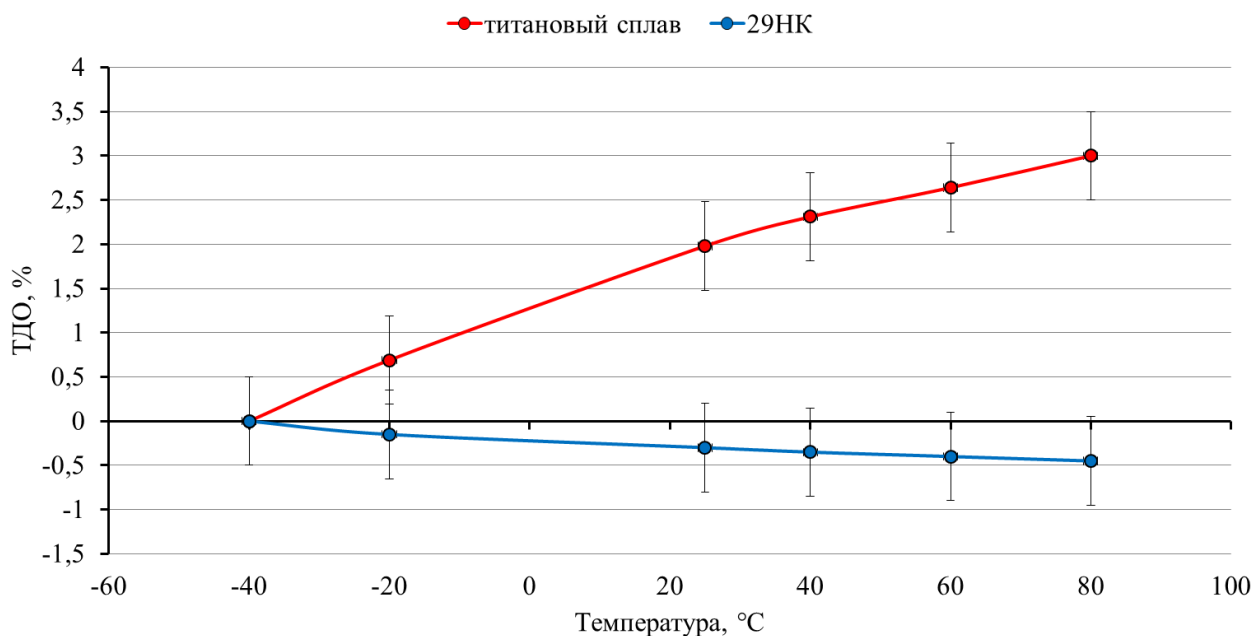


Рис. 3.3. Типичный температурный дрейф начального выходного сигнала ТП с мембранами из титановых сплавов и с мембранами из сплава 29НК.

Температурный дрейф чувствительности (ТДЧ) ТП определяется температурными зависимостями коэффициентов эластосопротивления кремния и модулей Юнга металла и сапфира. В связи с близостью значений модулей Юнга различных титановых сплавов, дрейф чувствительности ТП с мембранами из различных титановых сплавов и с разными припоями практически одинаковый, а у преобразователей с мембранами из 29НК ощутимо отличается (рис. 3.4), что согласуется с результатами измерений модулей Юнга при различных температурах (рис. 2.14).

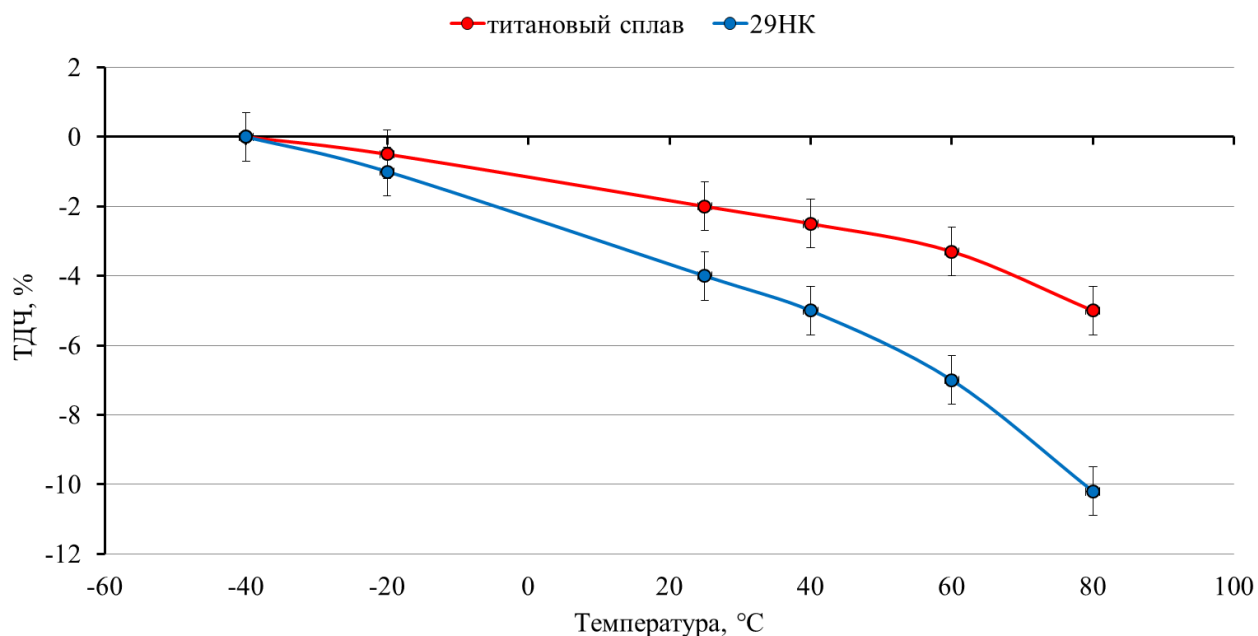


Рис. 3.4. Типичный температурный дрейф чувствительности ТП с мембранами из титановых сплавов и с мембранами из сплава 29НК.

Нелинейность ТП в диапазоне температур (-40...+80) °C примерно одинакова для всех приборов (рис. 3.5), что, впрочем, и ожидалось, т.к. нелинейность в основном зависит от геометрии мембраны [27], а не от механических свойств материала мембраны, конечно, с учётом того, что мы работаем в зоне упругой деформации.

Надо отметить, что величина нелинейности у всех ТП достаточно мала (менее 0,1%), что свидетельствует о правильном выборе геометрии мембраны. Малая величина нелинейности связана также с тем, что ТП не перегружается давлением и имеет сравнительно низкую чувствительность (величина нелинейности пропорциональна чувствительности).

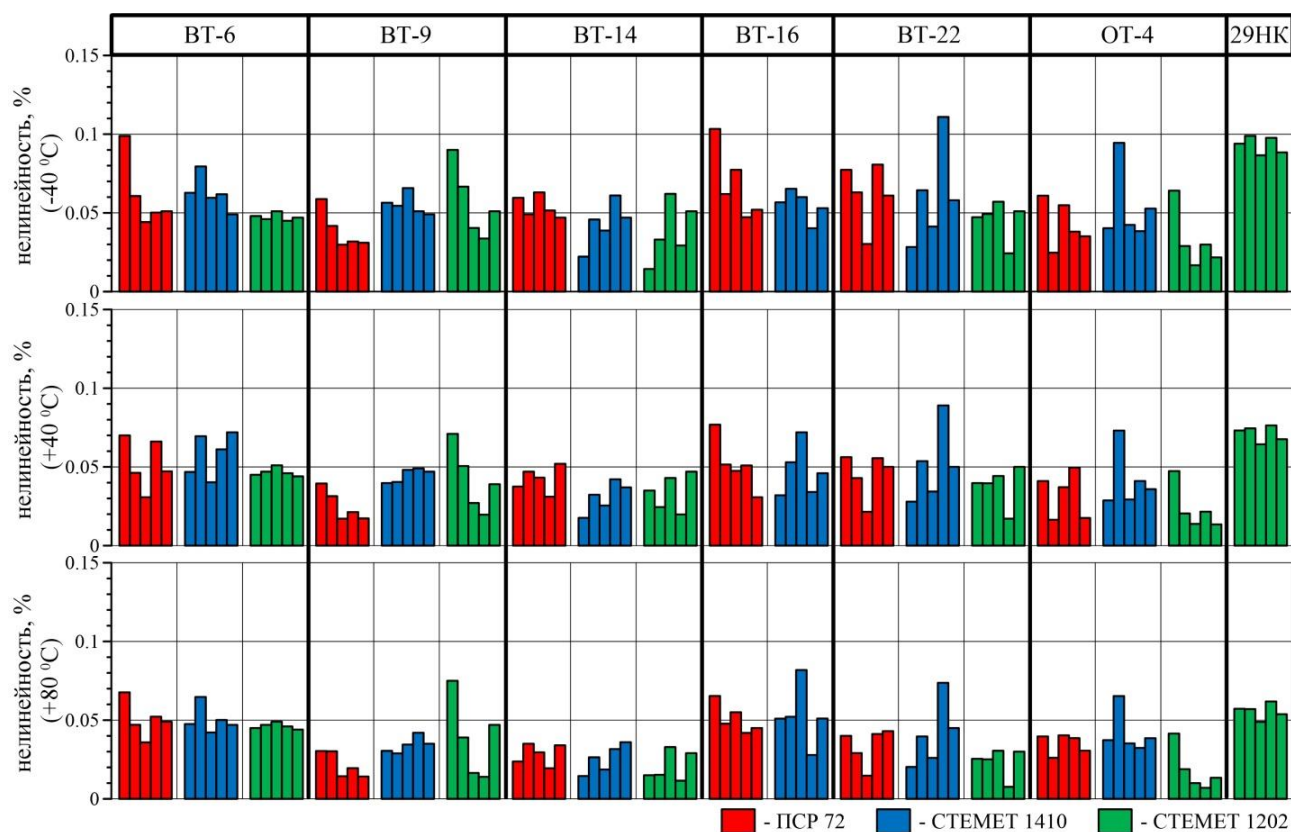


Рис. 3.5. Нелинейность ТП с мембранами из различных сплавов при температурах (-40, 40, 80) °С. Число столбиков соответствует числу исследованных приборов.

В отличие от нелинейности, вариация ТП с различными материалами мембран и припоя сильно различается. Как видно из рис. 3.6, вариация у приборов с припоем ПСр72 при отрицательной температуре существенно больше, чем у ТП с припоем СТЕМЕТ. Это связано с наличием в ТП слоя серебра у границы с сапфиром (рис. 2.26). Этот слой обладает низкой механической прочностью (рис 2.27); кроме того, КТР у чистого серебра в 3 раза больше, чем у сапфира, и в 2,5 раза больше, чем у титановых сплавов. Поэтому при отрицательных температурах в слое припоя возникают сильные растягивающие напряжения со стороны мембраны и сапфира, к которым добавляются напряжения, вызванные воздействием давления, вследствие чего в мягком слое припоя возникают пластические деформации. Это приводит к смещениям выходных сигналов ТП, которые отражаются в виде вариации при отрицательной температуре, гистерезисе и ГПН.

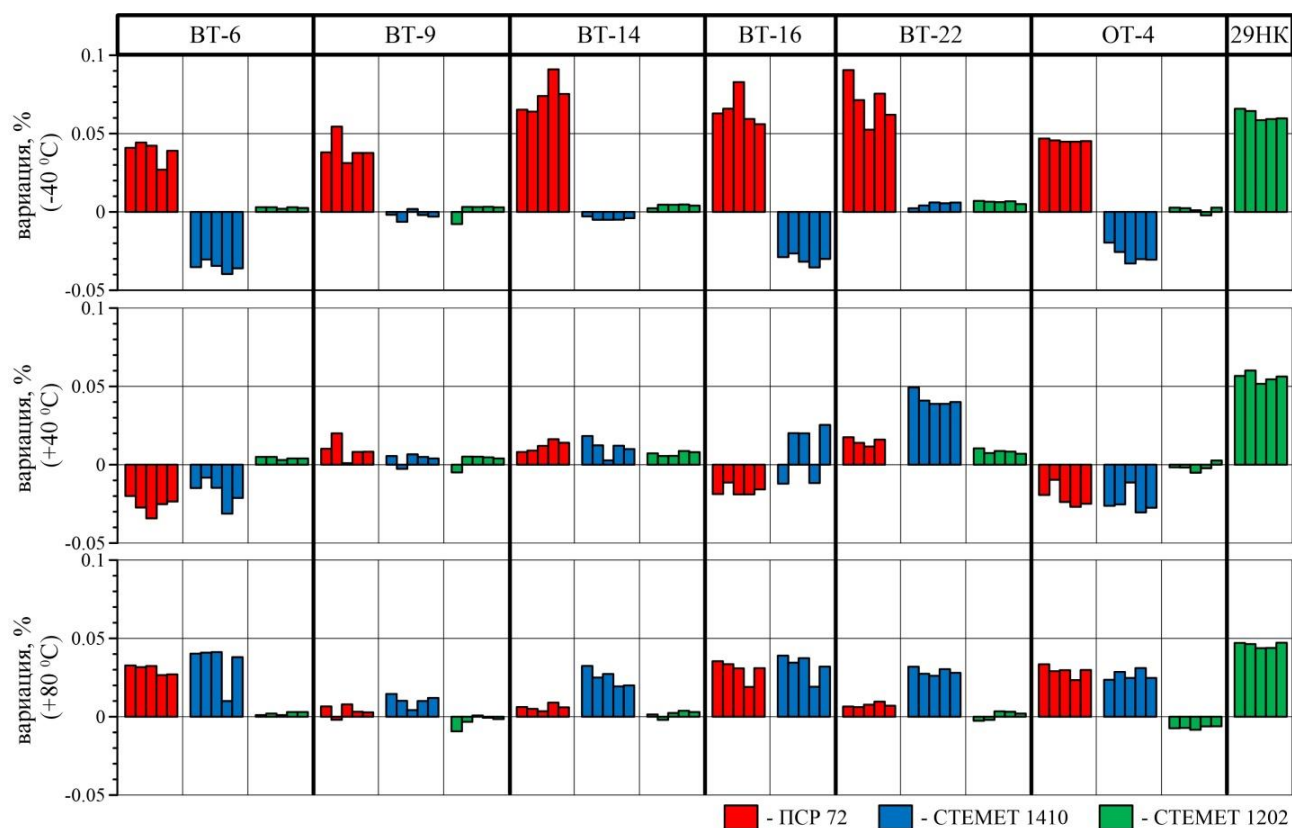


Рис. 3.6. Вариация КП с мембранами из различных сплавов при температурах (-40, 40, 80) °С.

Напротив, в соединительном слое, полученном пайкой припоем СТЕМЕТ, распределение как составляющих сплав элементов, так и микротвёрдости равномерное, а величина микротвёрдости оказывается больше, чем микротвёрдость титанового сплава (рис. 2.31, 2.33). Такая повышенная прочность и более близкое значение КТР соединительного слоя к сапфиру (исходя из того, что ПСр72 на 72% состоит из серебра, а СТЕМЕТ 1202 на 52% из титана) не приводит к возникновению пластических деформаций и, как следствие, к возникновению гистерезисных явлений в тензопреобразователях давления. Вместе с тем, из рис. 3.6 видно, что в КП с мембранами из сплава 29HK, несмотря на использование припоя СТЕМЕТ 1202, наблюдается заметная вариация. Это свидетельствует о том, что в этом случае происходит пластическая деформация уже в самом сплаве 29HK, который, как можно видеть из рис. 2.11, обладает гораздо более низкими прочностными характеристиками.

В тоже время есть и разница в показателях вариации между ТП с припоем СТЕМЕТ 1410 (на основе циркония) и СТЕМЕТ 1202 (на основе титана). Вероятнее всего это связано с различием в КТР циркония и титана. Механические характеристики данных припоев не измерялись, но стоит отметить, что предел прочности титана в 2 раза выше чем циркония [54].

Величина гистерезиса (рис. 3.7) зависит от температуры, и для ТП, изготовленных по стандартной технологии (пайкой чувствительного элемента к мембране из титанового сплава припоем ПСр72), величина гистерезиса при отрицательной температуре может быть значительной. При этом в области температур $-40...+80$ °С величина гистерезиса слабо зависит от марки титанового сплава. Зависимость же от используемого припоя очевидна: 1) с припоем ПСр72 есть существенный гистерезис при -40 °С, при этом он отсутствует при температурах $+40$ °С, $+80$ °С; 2) с припоем СТЕМЕТ 1202 гистерезис отсутствует на всех температурах и со всеми материалами; 3) с припоем СТЕМЕТ 1410 гистерезис увеличивается с повышением температуры, что обусловлено КТР слоя припоя (с ростом температуры термические напряжения в многослойной структуре увеличиваются).

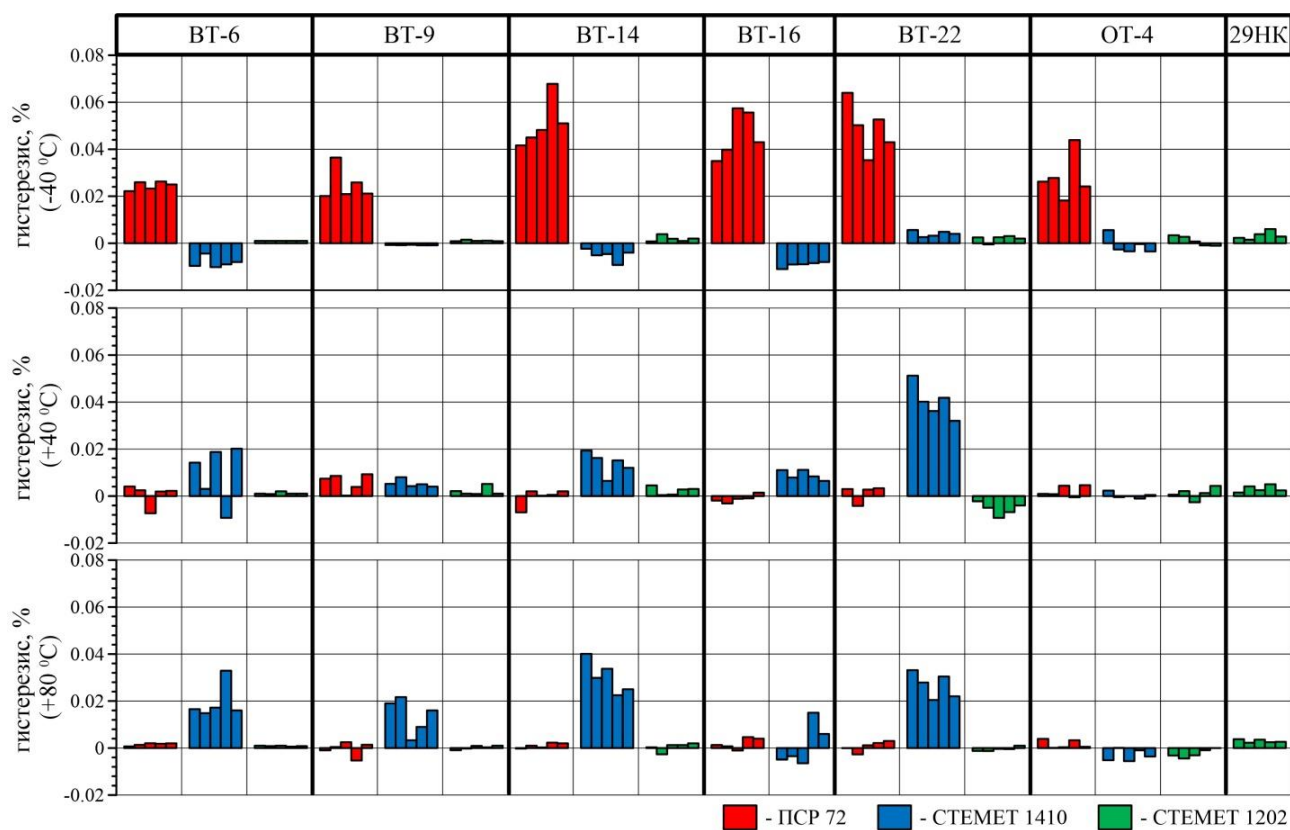


Рис. 3.7. Гистерезис ТП с мембранами из различных сплавов при температурах (-40, 40, 80) °С.

Рис. 3.8 и 3.9 показывают, что гистерезис первого нагружения можно значительно уменьшить, если использовать для соединения лейкосапфира с титановым сплавом аморфный припой СТЕМЕТ. Особенно разительное уменьшение ГПН (в 40–120 раз!!!) наблюдается при отрицательной температуре (рис. 3.8), а также после возврата с высокой температуры (рис. 3.9, 3.10). Важно отметить, что ГПН не связан с первоначальной установкой ТП: во-первых, выходной сигнал исследованных ТП не зависит от усилия затяжки, а во-вторых, величина ГПН восстанавливается после возврата с больших или меньших температур. Как видно из рис. 3.6, вариация у приборов с припоем ПСр72 при отрицательной температуре также существенно больше, чем у ТП с припоем СТЕМЕТ. Этот факт свидетельствует о том, что физическая природа вариации, гистерезиса и гистерезиса первого нагружения схожая и, вероятнее всего, связана с явлениями вязкоупругости и ползучести [52, 56, 82, 83, 84].

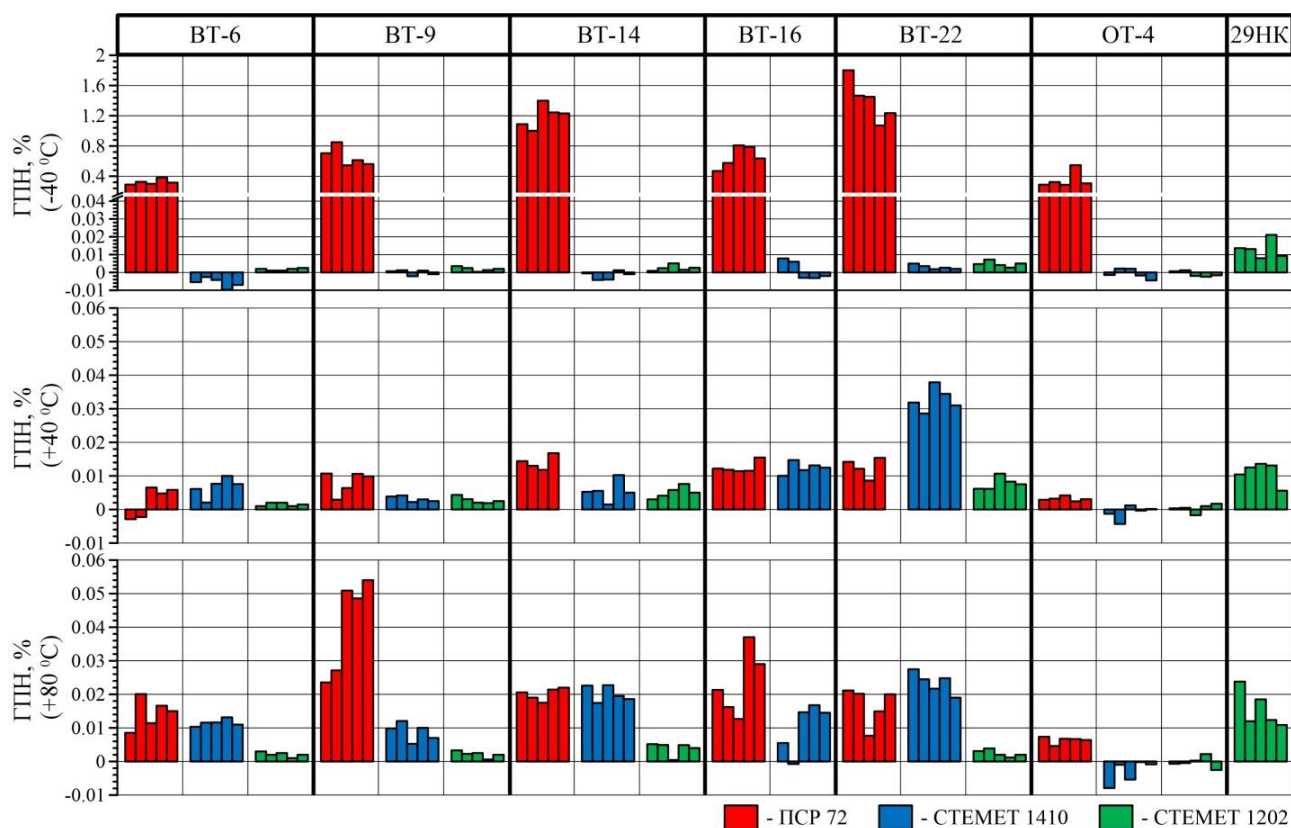


Рис. 3.8. Гистерезис первого нагружения ТП с мембранами из различных сплавов при температурах (-40, 40, 80) °С.

Такой резкий рост ГПН и гистерезиса при отрицательной температуре для ТП с использованием припоя ПСр72 вряд ли можно отнести на счёт металлического упругого элемента: известно, что с понижением температуры модуль Юнга титановых сплавов возрастает [52, 55], т.е. возрастает и его упругость. Столь резкий рост ГПН связан со свойствами слоя припоя, соединяющего титан и сапфир, что обсуждалось выше.

После проведённых измерений было решено более подробно исследовать ГПН. В исследовании участвовали приборы с мембранами из сплавов ВТ6, ВТ9, ВТ14, ВТ22, 29НК; пайка ПЧЭ была проведена с помощью припоев ПСр72 и СТЕМЕТ 1202. Опыт показал, что гистерезис первого нагружения обычно больше, чем гистерезисы последующих нагружений, которые практически не меняются со временем, если температура ТП остаётся постоянной (рис. 3.9а). Как видно, ГПН после смены температуры возникает

вновь, причем чем больше интервал температур возврата, тем больше значение ГПН (рис.3.9, 3.10).

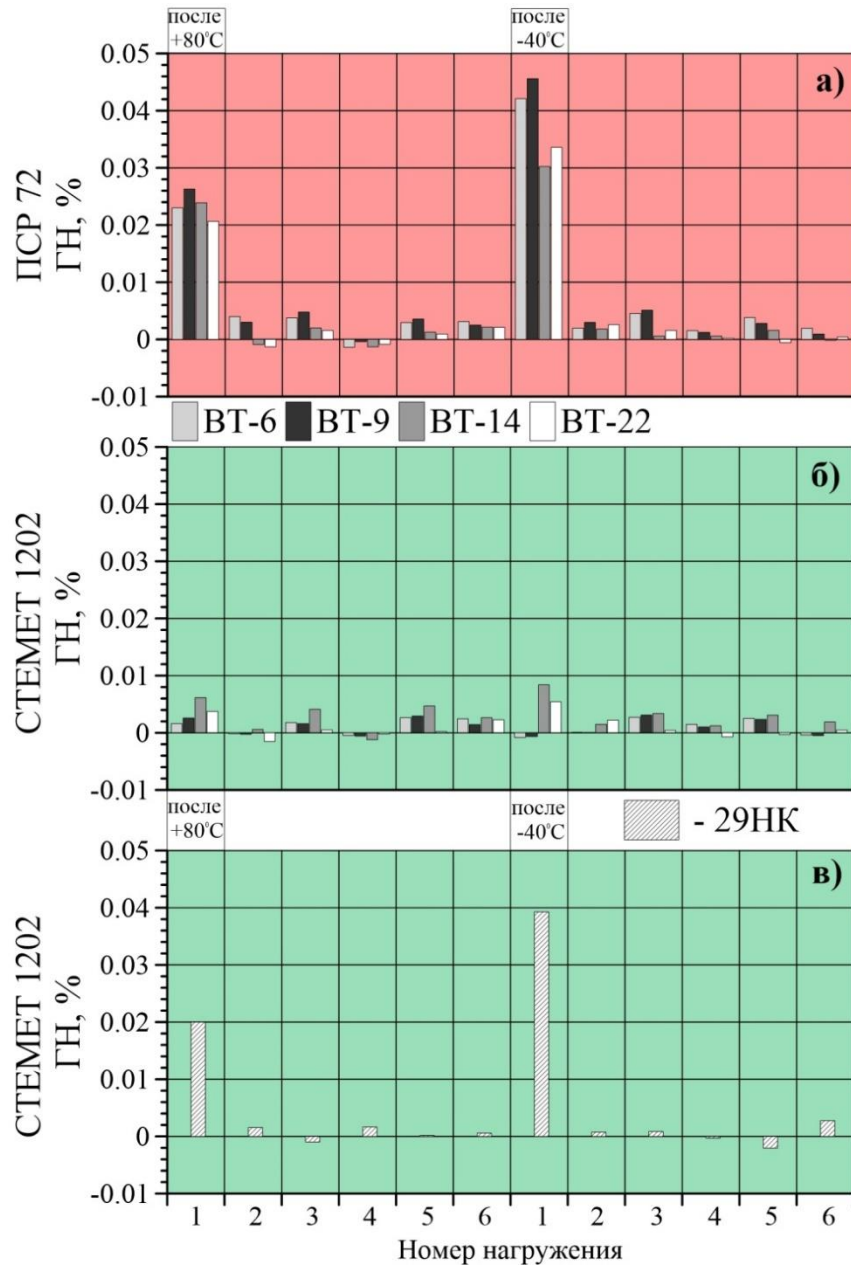


Рис. 3.9. Гистерезисы шести циклов нагружений ТП с мембранами из различных сплавов при температуре 40 °С после возврата с различных температур.

Отсутствие существенных гистерезисов второго и последующего нагружений при фиксированной температуре вероятно связано с микроупрочнением, возникающим в процессе нагружения [56, 84]. Возникновение ГПН после смены температур можно объяснить термическим разупрочнением при изменении температуры. Из рис. 3.9в видно, что в случае

использования мембран из сплава 29НК ГПН обусловлен уже пластической деформацией самого сплава 29НК, а не слоя припоя, что вполне ожидаемо, т.к. у сплава 29НК гораздо меньший предел текучести в сравнении с титановыми сплавами (рис 2.15).

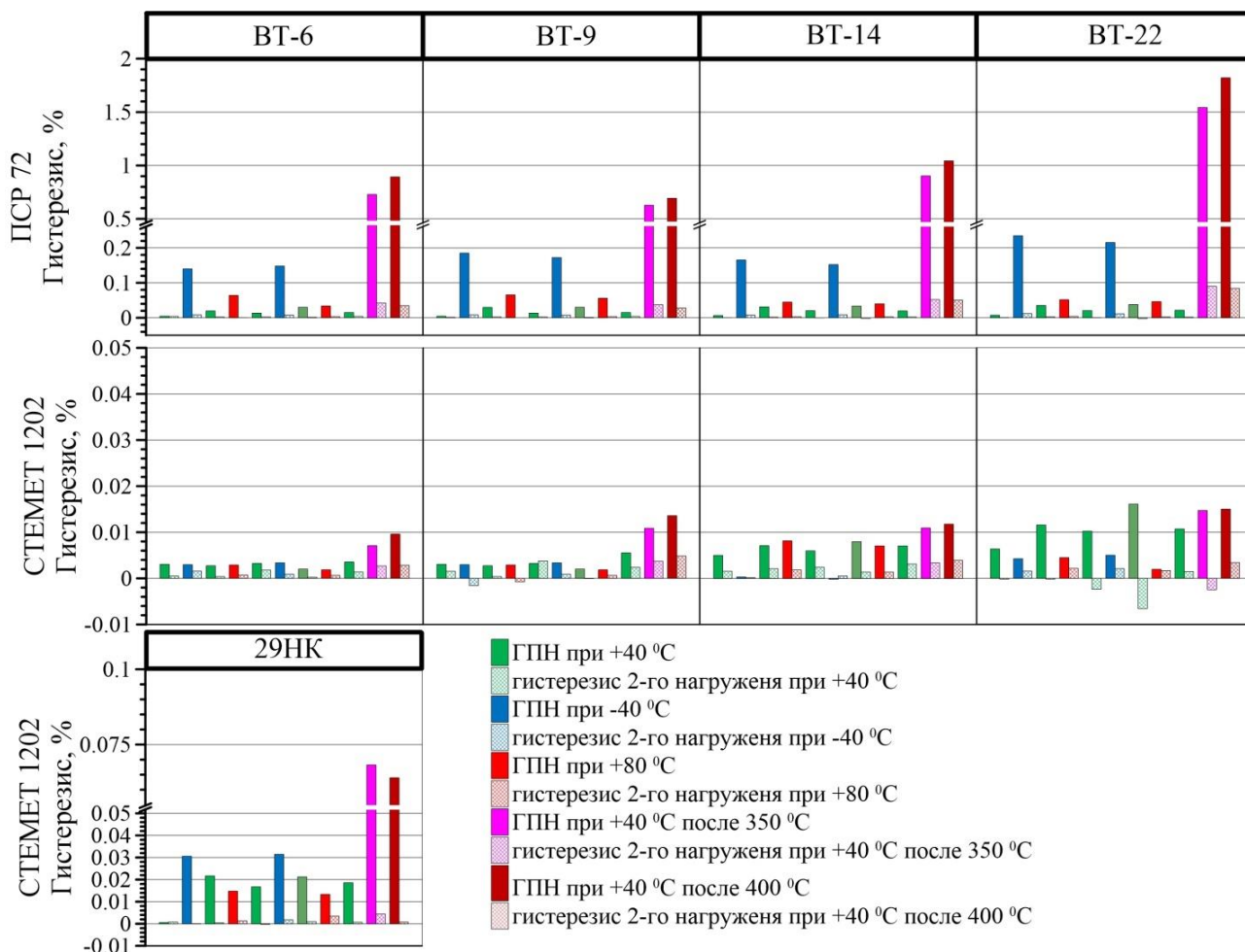


Рис. 3.10. Гистерезисы нагружений ТП с мембранами из различных сплавов при различных температурах и воздействиях.

Далее тензопреобразователи в течение 20 дней с разной периодичностью нагружались номинальным давлением и измерялся ГПН при комнатной температуре (зелёные квадраты на рис. 3.11), а в промежутке измерялся ГПН при -40 °С и +80 °С. Из данных рис. 3.11 видно, что приборы с припоем STEMET 1202 обладают стабильно низким ГПН. А, например, у сплава BT22 с припоем STEMET 1410 можно видеть, что ГПН возникает повторно и без изменения температуры, что говорит о временной нестабильности данного

соединения и «плавающих» в нём напряжениях. Также интересной особенностью является наличие ГПН при +80 °С в ТП с жёстким припоем СТЕМЕТ 1410 с высоким пределом текучести; это обусловлено возникновением пластических деформаций в припое из-за низкого КТР припоя в многослойной структуре металл-припой-сапфир, что приводит к существенным сжимающим напряжениям в слое припоя и, как следствие, к пластическим деформациям.

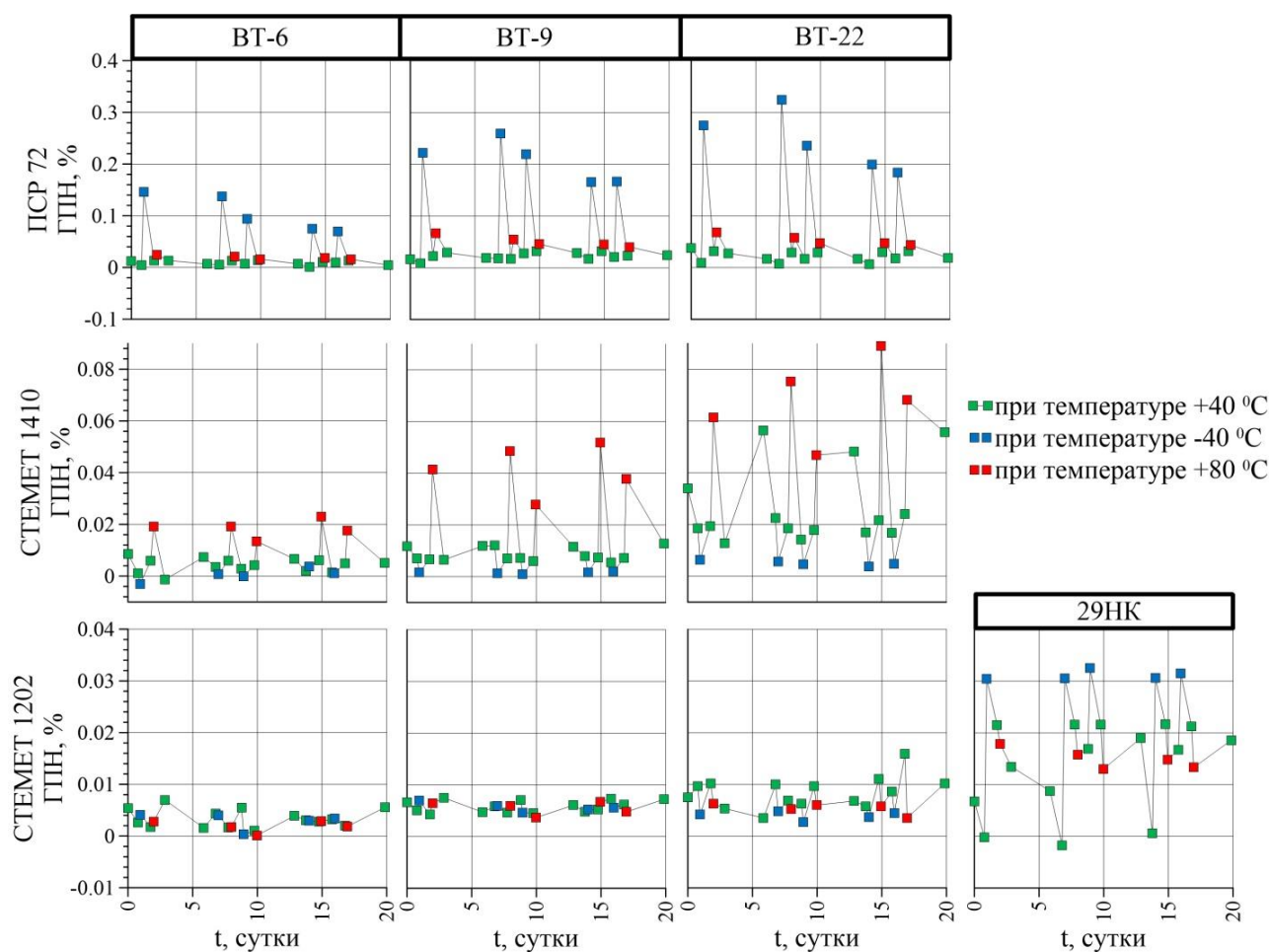


Рис. 3.11. Гистерезисы первых нагружений при различных температурах в зависимости от времени.

Механизмы возникновения ГПН.

Одной из причин возникновения гистерезиса первого нагружения является явление ползучести. Согласно [55], ползучесть является неустановившейся, поскольку ее скорость непрерывно уменьшается со

временем, что объясняют моделью «истощения» дислокаций. Если в образце имеется какое-то число дислокационных отрезков, и каждый из них может переместиться один раз до остановки у какого-либо препятствия, то после приложения нагрузки и упругой деформации образца наиболее благоприятно ориентированные дислокации перемещаются, и происходит пластическая деформация. В условиях постоянства приложенного напряжения оставшиеся дислокации удерживаются препятствиями, но с течением времени термические флуктуации вызывают движение большинства этих дислокационных отрезков (за счет поперечного скольжения) и соответствующий прирост деформации. Постепенно термически активируемое скольжение затухает (истощается) из-за уменьшения числа дислокационных отрезков, способных перемещаться и вызывать деформацию. В результате скорость прироста относительной деформации снижается. Считается, что в условиях ползучести термический возврат протекает лишь частично [53].

При проектировании металлоконструкций практическое значение ползучести мало, поскольку величина деформации при реальных для конструкций напряжениях обычно незначительна, быстро стабилизируется во времени и не может существенно вырасти даже при очень длительных выдержках, в отличие от высокотемпературной ползучести [54]. Для точных датчиков давления с многослойной структурой (мембрана – припой – ПЧЭ из КНС) ползучесть оказывается существенным фактором, особенно с учетом того, что в таких приборах помимо напряжений, вызванных непосредственно давлением, присутствуют температурные напряжения, вызванные пайкой ПЧЭ и связанные с различием коэффициентов теплового расширения материалов мембран, припоя и сапфира. Особенно велики эти напряжения при отрицательных температурах.

Возникновение ползучести при напряжениях, меньших предела упругости, связано с неоднородностью структуры материала и появлением в его микрообъемах остаточных напряжений при изготовлении. Поэтому при

подаче давления в отдельных местах конструкции напряжения могут превзойти предел упругости материала (хотя среднее значение напряжений остается меньшим предела ползучести/упругости), в результате чего в этих местах могут возникнуть пластические деформации. Это, по-видимому, и является причиной возникновения ГПН.

Отсутствие гистерезисов второго и последующего нагружений при фиксированной температуре можно связать с возникающим микроупрочнением в процессе ползучести, что согласуется с известными данными [51, 55, 56, 82, 83]. Возникновение же ГПН после смены температур объясняется термическим возвратом части дислокаций, а также появлением новых дислокаций, связанных с термическими напряжениями в процессе изменения температуры.

Наблюдаемое явление ГПН качественно хорошо согласуется с теорией упругости твердых тел. Все технические расчеты на упругую деформацию материалов основываются на законе Гука, но при определении точных значений деформаций при приложении нагрузок обнаруживаются отклонения от этого закона, которые объясняются несовершенствами упругости материалов [50, 51].

Явления несовершенной упругости обнаруживаются при нагружении и разгрузении кристаллических тел нагрузками, не превышающими предел упругости материала [50, 52]. К указанным явлениям относятся прямое и обратное упругое последствие, упругий гистерезис, релаксация напряжений и внутреннее трение (рис. 3.12, 3.13).

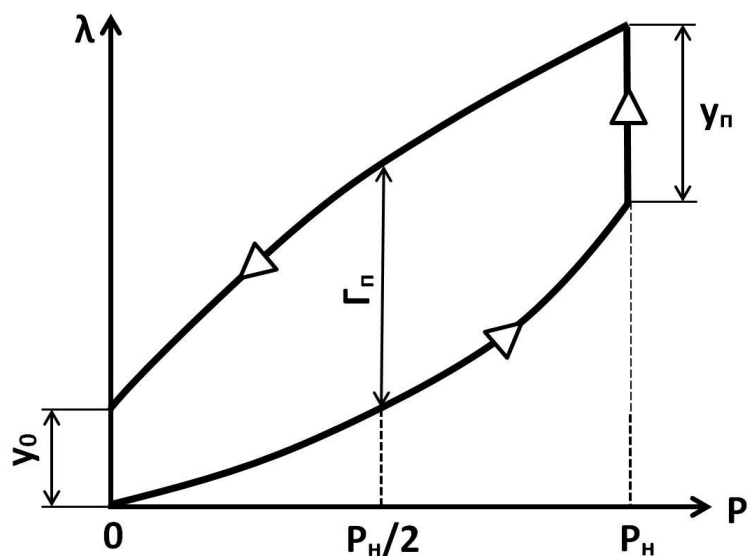


Рис. 3.12. Несовершенства упругости: y_n – прямое упругое последствие; y_0 – обратное упругое последствие; Γ_n – гистерезис практический; P_n – номинальная нагрузка; λ – удлинение. [70]

Как известно [69, 70], гистерезис первого цикла нагружения и разгружения упругого тела всегда больше гистерезиса последующих циклов (рис. 3.13). После нескольких последовательных циклов нагружения и разгружения устанавливается некоторое постоянное значение гистерезиса, именуемое «чистым гистерезисом», величина которого зависит от физико-механических свойств испытуемого тела и уровня создаваемых в нем напряжений. Гистерезис первых циклов нагружения тела большей частью связан с так называемым последствием. Это хорошо согласуется с наблюдаемыми явлениями в ТП давления (рис. 3.9); в случае ТП величины гистерезисов, показанные на рисунках, соответствуют вариации выходного сигнала.

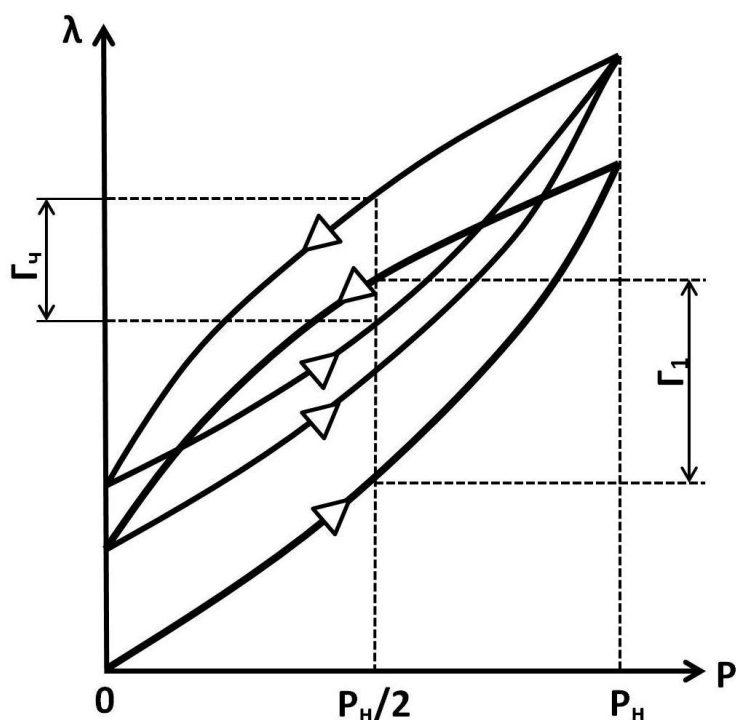


Рис. 3.13. Γ_1 – гистерезис первого цикла при нагружении и разгрузке; $\Gamma_ч$ – гистерезис i -го цикла – чистый гистерезис. [70]

Последствие – частный случай ползучести. Эффекты прямого и обратного упругого последствия могут иметь место при нагружении в пределах упругой области, то есть ниже предела макроскопической упругости.

Согласно [69]: «упругое последствие свойственно неоднородным по структуре материалам. У монокристаллов его величина исчезающе мала. Исследования показывают, что последствие прямо пропорционально логарифму времени, в течение которого действует нагрузка, и возрастает с ростом напряжений в материале упругого элемента. Именно поэтому для измерительных упругих элементов рекомендуется применять малые рабочие напряжения – не более 20% от предела упругости материала».

Обратное последствие исчезает медленно после освобождения образца от нагрузки, что особенно проявляется при пониженных температурах (рис. 3.14).

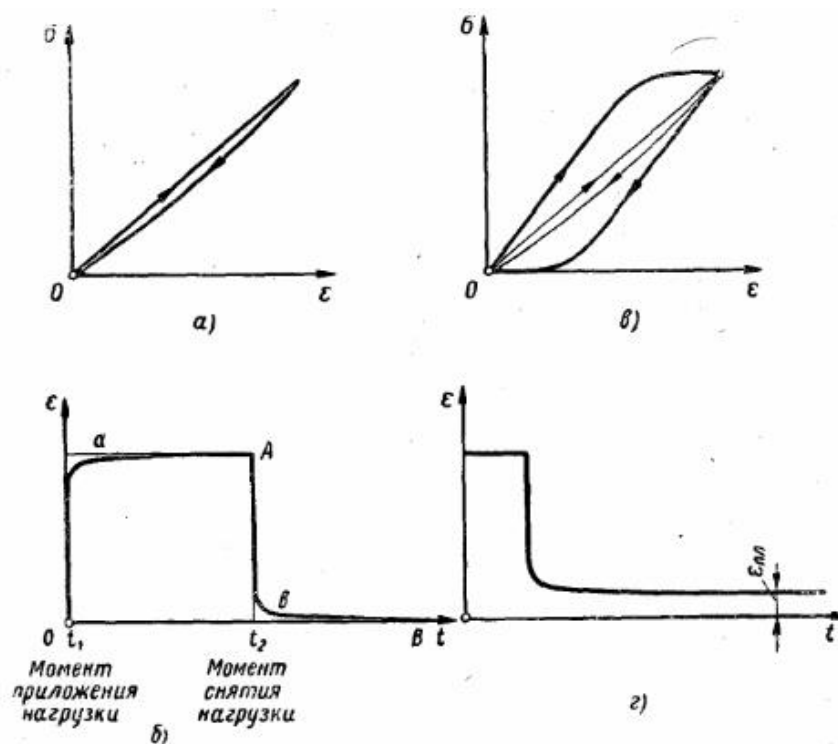


Рис. 3.14. *Несовершенство упругих свойств материала: а – петля гистерезиса; б – изменение деформаций во времени t ; в – гистерезис и упругое последствие; г – пластическое последствие. σ – напряжение; ϵ – деформация. [70]*

У каждого материала можно установить область напряжений и температур, при которых ползучесть практически несущественна. Верхней границей этой области при заданной температуре является характеристика, называемая пределом ползучести.

Применительно к мембранным приборам давления можно провести следующее сопоставление: напряжение соответствует подаваемому на прибор давлению; деформация – выходному сигналу, получаемому с чувствительного элемента прибора [68]. Т.е. рис. 3.14а и рис. 3.14в можно воспринимать в координатах: давление (ось σ) – выходной сигнал прибора (ось ϵ). Величина гистерезиса в этом случае соответствует вариации. Из рис. 3.14 следует, что чем выше сопротивление ползучести материала, тем меньше будет вариация и механический невозврат (гистерезис) ТП.

Сравнение температурных гистерезисов ТП с различной комбинацией материалов.

Ещё одной важной метрологической характеристикой ТП является температурный гистерезис (ТГ). Эта величина хоть и не оговаривается ГОСТом, но имеет важное значение при измерении давления в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С.

Как уже отмечалось, если измерять значение начального выходного сигнала при определённой температуре, то окажется, что величина выходного сигнала зависит от того, достигаем ли мы этой температуры нагревом или охлаждением, т.е. при циклическом изменении температуры значение начального выходного сигнала неоднозначно. Как результат возникает температурный гистерезис (ТГ) [9], который может также проявляться в невозврате начального выходного сигнала после нагрева (или охлаждения).

Для измерения температурного гистерезиса приборы подвергались двадцати термоциклам по схеме +40 ÷ -40 ÷ +40 ÷ +80 ÷ +40 °С, и на каждом цикле измерялись начальные выходные сигналы при +40 °С. Разность значений выходных сигналов при возврате от +80 °С и от -40 °С (отнесённая к величине диапазона изменения выходного сигнала) принималась как мера температурного гистерезиса ТП. Температурный гистерезис чувствительности ТП был пренебрежимо мал. Результаты представлены на рис. 3.15.

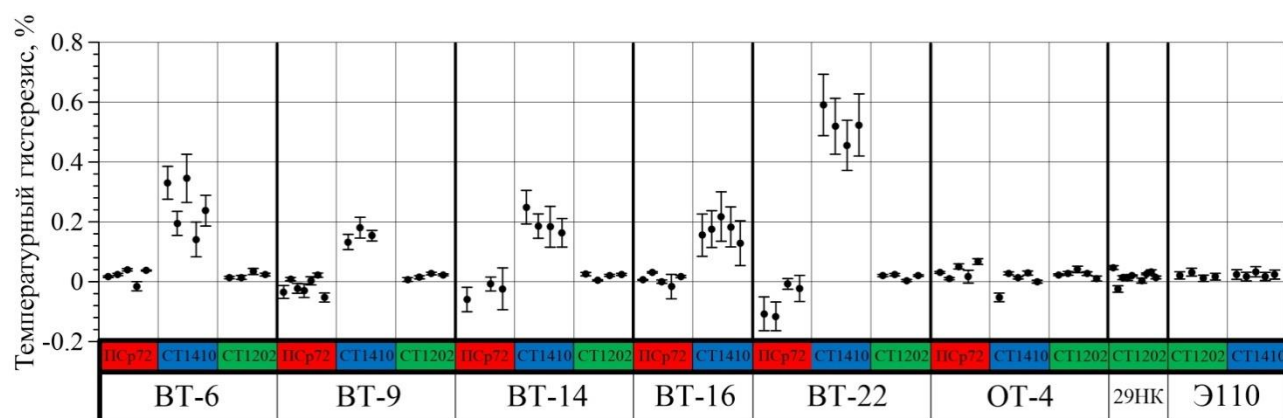


Рис. 3.15. Температурный гистерезис ТП давления с мембранами из различных титановых сплавов с разными припоями при 40 °С при изменении температуры в диапазоне (-40...+80) °С. Планки указывают на разброс относительно среднего значения.

Как видно из рисунка, температурный гистерезис у приборов с припоем СТЕМЕТ 1410 на титановых сплавах (кроме сплава ОТ4) больше, чем у всех остальных и имеет положительный знак (т.е. сигнал после +80 °С больше чем сигнал после -40 °С). Он определяется смещением нулевого сигнала при +80 °С, которое в свою очередь обусловлено тем, что при повышении температуры припой на основе циркония претерпевает сильные термические напряжения за счёт низкого КТР. Все титановые сплавы, кроме ОТ4, являются двухфазными, а ОТ4 – однофазным. Фазовый состав сплава также определяет величину температурного гистерезиса при пайке СТЕМЕТом, поскольку многофазность материала приводит к большой концентрации дислокаций, определяющих процессы ползучести [56]. При пайке серебро-медным припоем образующийся мягкий соединительный слой компенсирует напряжения, возникающие при изменении температуры. Это хорошо согласуется и с тем фактом, что использование припоя СТЕМЕТ 1410 и СТЕМЕТ 1202 с циркониевым сплавом Э110 вместо титанового не приводит к возникновению температурного гистерезиса (последний столбец на рис. 3.15).

Величина ТГ начального выходного сигнала для ТП, изготовленных по стандартной технологии (ПСр72 и ВТ6), слабо зависит от марки сплава и, хотя она относительно невелика (<0,1%), но и в этом случае использование в качестве припоя сплава СТЕМЕТ значительно снижает величину ТГ.

Эталонные датчики давления МИДА-15-Э.

Внедрение аморфного припоя СТЕМЕТ 1202 в производство ТП позволило разработать и освоить серийный выпуск высокоточных эталонных датчиков давления МИДА-15-Э с основной погрешностью не хуже 0,05% с цифровым выходным сигналом, которые уже неоднократно подтверждали

свои высокие метрологические характеристики в авторитетных организациях, занимающихся прецизионными приборами для измерения давления: ВНИИМ (г. Санкт-Петербург), ООО Альфаскаль (г. Челябинск). Разработаны и освоены в производстве также эталонные датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э [88], разрежения МИДА-ДВ-15-Э, и избыточного давления-разрежения МИДА-ДИВ-15-Э (рис.3.16).



Рис. 3.16. Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э.

Типичные результаты испытаний эталонных датчиков приведены на рис. 3.17, 3.18.

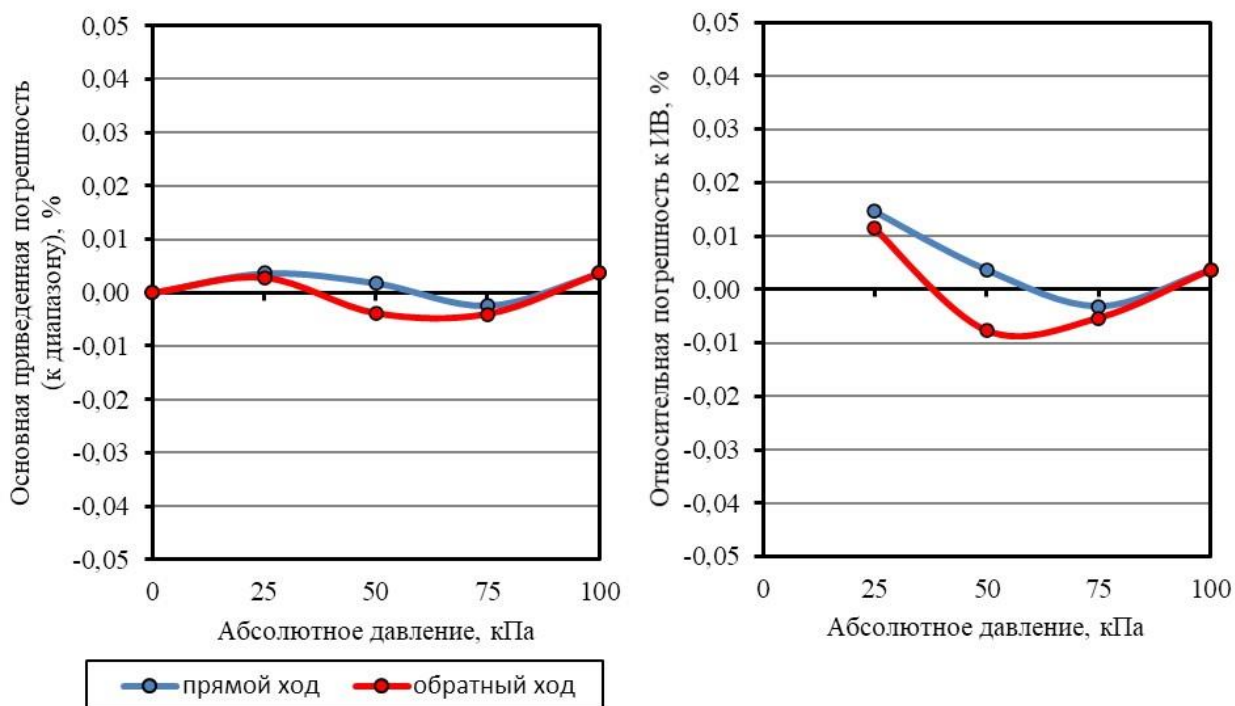


Рис 3.17. Основная приведённая к диапазону измерения (слева) и относительная к измеряемой величине (справа) погрешность датчика абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э-0,05/100 кПа.

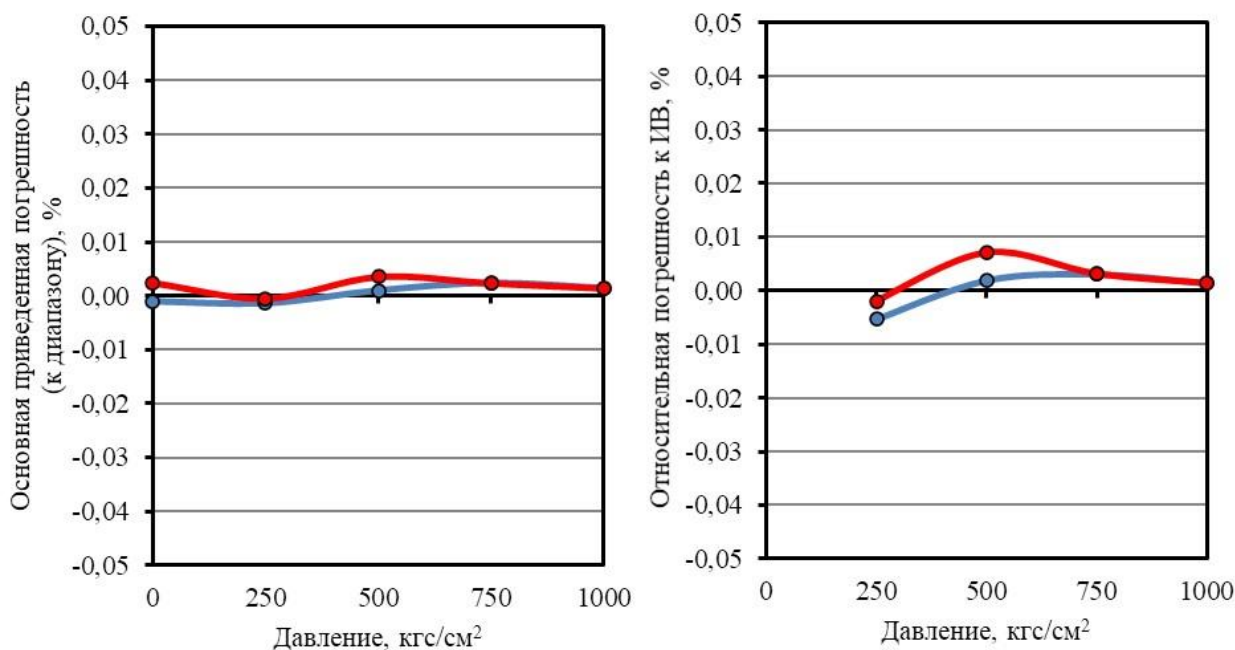


Рис. 3.18. Основная приведённая (слева) и относительная (справа) погрешность датчика избыточного давления МИДА-ДИ-15-Э-0,05/100 МПа.

Как видно из рис. 3.17 и рис. 3.18, реальная погрешность датчиков может составлять вплоть до 0,01 % относительной погрешности к измеряемой величине. Приборы с такими точностями оказались возможными в том числе

и благодаря использованию припоя СТЕМЕТ при пайке чувствительных элементов, т.к. этот процесс позволяет в 4–7 раз снижать вариацию показаний. Стоит отметить в этих приборах и использование аналого-цифрового преобразователя большей разрядности (24бит). Такие характеристики позволяют использовать эти датчики в качестве эталона первого разряда при калибровке и поверке датчиков избыточного давления в производственном процессе, заменяя обычно используемые грузопоршневые манометры и измерительные преобразователи ИПД. Опытная эксплуатация эталонных датчиков в производстве ПГ МИДА показала хорошие результаты. Эталонные датчики давления МИДА класса 0,05% в конце 2019 года были внесены в Госреестр средств измерения давления.

Характеристики ТП давления с керамической и металлической мембранами.

Ранее была продемонстрирована возможность соединения керамики с сапфиром с помощью припоя СТЕМЕТ, а также описана перспективность использования такого соединения в датчиках давления [85]. Для исследований был изготовлен ТП давления с керамической мембраной и проведено его сравнение с серийно выпускаемыми ТП классической конструкции (титановый сплав ВТ6, ПСр72).

Керамическая мембрана чашечного типа изготавливалась из алюмосиликатной керамики с содержанием Al_2O_3 более 97%. Чувствительный элемент на основе КНС припаивался к мембране аморфным припоем СТЕМЕТ 1202. В качестве демпфера между штуцером, изготовленным из нержавеющей стали, и керамической мембраной использовалась вставка из сплава 29НК, близкого по КТР к керамике. Вставка необходима для сглаживания температурных напряжений, связанных со значительным различием КТР керамической мембраны и штуцера. Эта вставка со штуцером соединялась сваркой, а с керамической мембраной спаивалась тем же припоем СТЕМЕТ 1202 (рис.3.19).

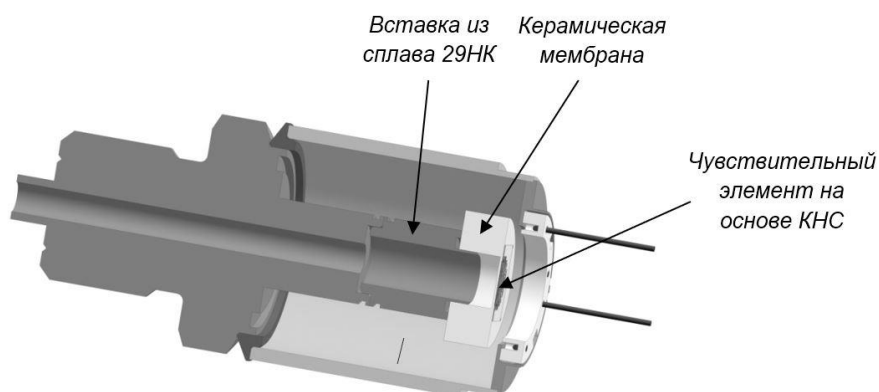


Рис. 3.19. ТП с керамической мембраной.

Сравнительные метрологические характеристики ТП с керамической мембраной и серийным ТП производства ПГ МИДА с мембраной из титанового сплава приведены на рисунке 3.20.

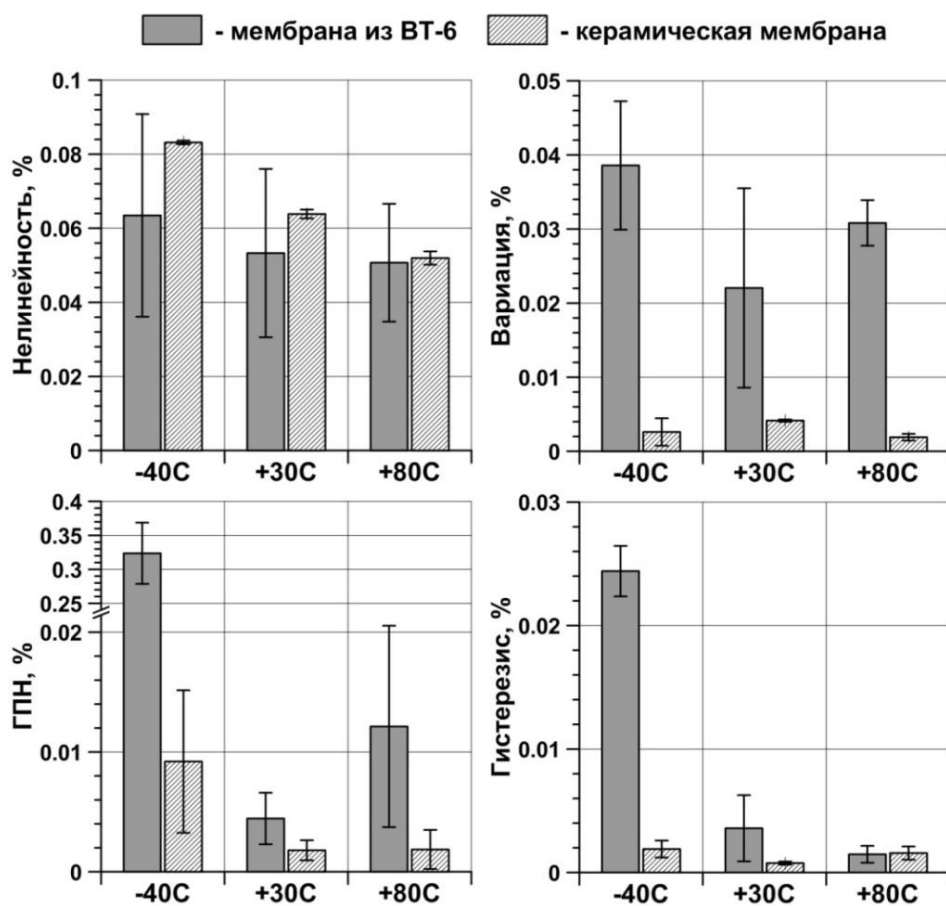


Рис. 3.20. Метрологические характеристики ТП с керамической мембраной в сравнении с серийными ТП (ВТ6+ПСr72) в диапазоне температур (-40...+80) °С.

Из данных, показанных на рис. 3.20, можно сделать следующие выводы.

- Вариация у ТП с керамической мембраной значительно меньше, чем у ТП с титановой мембраной даже с учетом разброса параметров.
- Гистерезис у ТП с керамической мембраной также меньше, особенно при низкой температуре.
- Гистерезис первого нагружения у ТП с керамической мембраной также значительно меньше, особенно при отрицательных температурах.

ТДО (рис. 3.21) у преобразователей с керамической мембраной существенно меньше из-за большей близости КТР керамики и лейкосапфиром, что связано с близостью их химического состава.

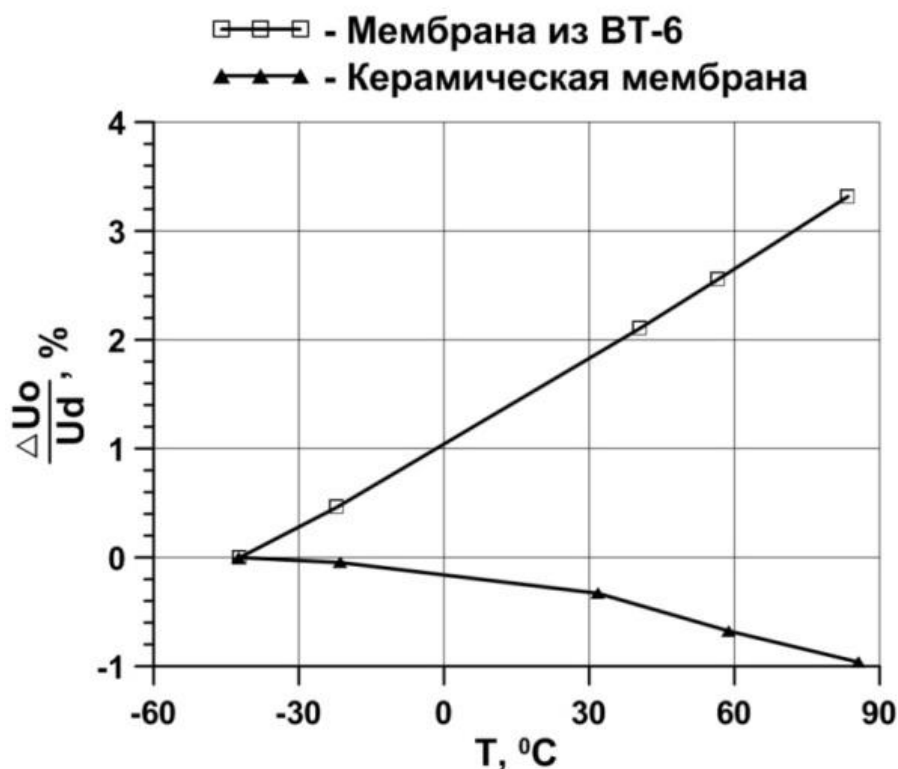


Рис. 3.21. Типичная температурная зависимость начального выходного сигнала ТП с керамической мембраной и мембраной из сплава ВТ6.

Общие выводы, которые можно сделать на основе проведённых исследований различных комбинаций материалов мембраны и припоев в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С, заключаются в следующем:

1. Выбор материала упругого элемента и припоя сильно влияет на гистерезис первого нагружения и на характеристики ТП. Это обязательно нужно учитывать при разработке прецизионных приборов давления на основе КНС.
2. Для гистерезисных характеристик ТП важны как механические свойства припоя, так и КТР соединительного слоя, поскольку температурная несогласованность приводит к возникновению дополнительных напряжений в соединительном слое, что при дополнительной нагрузке давлением также может привести к пластическим деформациям.
3. Показана связь гистерезиса первого нагружения с сопротивлением ползучести многослойной структуры мембрана – припой – КНС, где в случае титановых мембран самым «слабым местом» является серебро-медный припой.
4. Использование аморфного припоя СТЕМЕТ 1202 для соединения чувствительного элемента с титановой мембраной позволяет изготавливать ТП давления на основе структур КНС с гистерезисными явлениями, связанными с нагружением (вариация и ГПН) до величины менее 0,01% и с температурным гистерезисом не более 0,02%.
5. Показано, что упругие элементы из керамики применимы для датчиков и ТП давления на основе КНС, особенно перспективны такие приборы для высокотемпературных измерений давления. Однако, стоит отметить существенный минус керамических мембран – ограничение по верхнему пределу давлений.

3.2. Влияние материалов на характеристики ТП давления в высокотемпературном диапазоне (+40...+450) °С.

Ещё одним предметом настоящего исследования явилось сравнение поведения в области высоких температур различных типов ТП давления на основе КНС, отличающихся материалами упругой мембраны и припоя, а также выяснение возможности технологической стабилизации характеристик ТП. Из титановых сплавов были использованы сплавы ВТ6, ВТ9 и ОТ4, хорошо зарекомендовавшие себя в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С. В исследовании был также включён ТП с металлической мембраной, изготовленной из прецизионного сплава 29НК, коэффициент теплового расширения которого близок к КТР сапфира и слабо зависит от температуры до 300 °С, что значительно уменьшает термические напряжения в ТП. Для определения влияния слоя припоя на метрологические характеристики ТП использовалась конструкция с керамическим упругим элементом, в которой и сапфир, и керамическая мембрана являются практически абсолютно упругими в исследованной области температур и имеют близкие коэффициенты теплового расширения.

Измерялись стандартные метрологические характеристики ТП: нелинейность, вариация, гистерезис (невозврат нулевого сигнала после сброса давления) и гистерезис первого нагружения. Измерения проводились дважды – непосредственно после изготовления приборов и проведения стандартного термоциклирования в диапазоне температур (-50...+300) °С, и после термомеханической стабилизации (выдержка 30 мин. под давлением, в 1.5 раза превышающим номинальное, при температуре 400 °С). Целесообразность термомеханической стабилизации была выявлена в результате изучения литературы и исследования сплавов в предыдущих главах. Для высокотемпературных испытаний ТП была спроектирована оснастка для подачи давления на все ТП, в которой используется конический тип уплотнения, чтобы избежать нарушения герметичности при повышенных температурах (рис. 3.22).

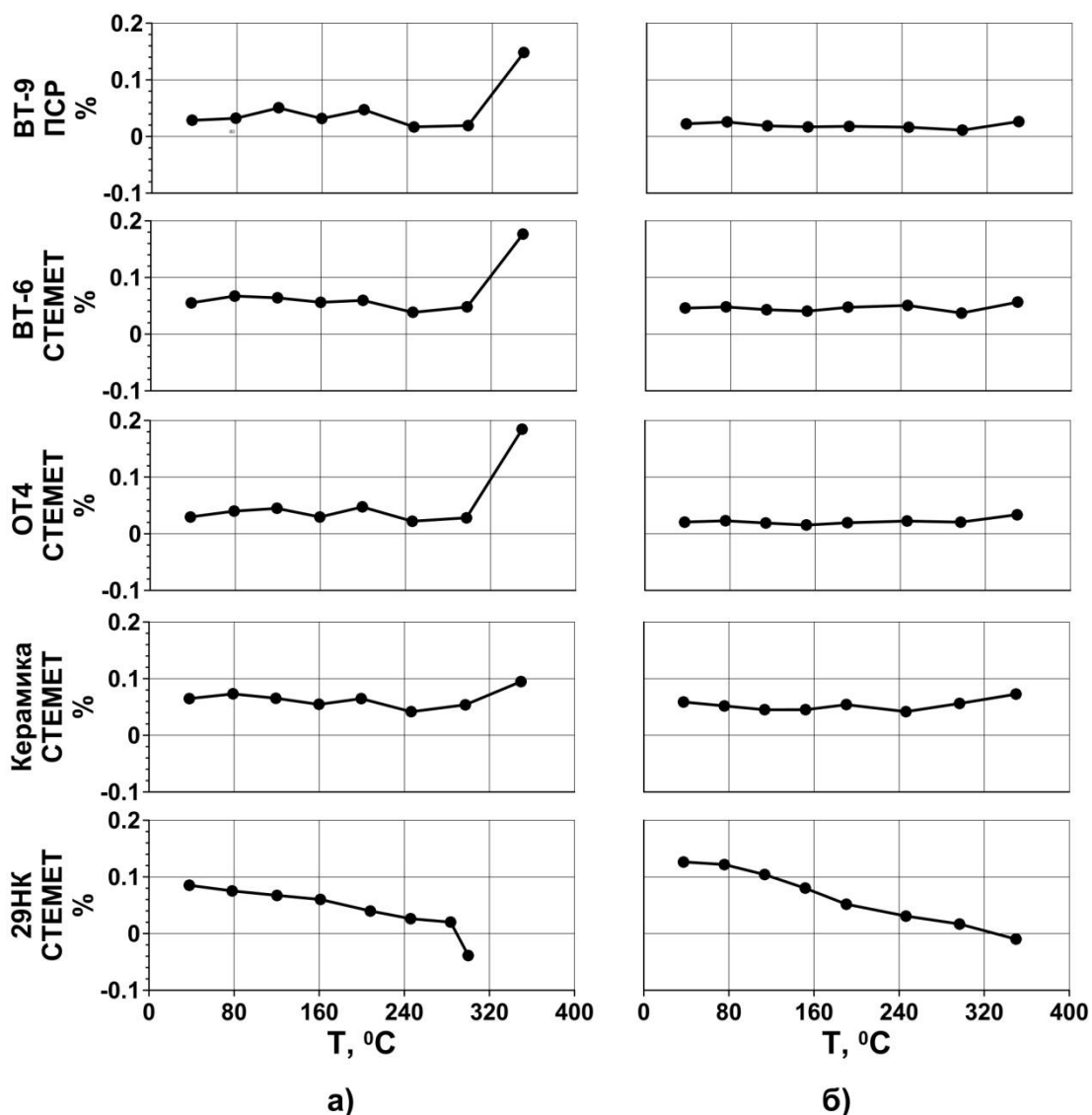


Рис. 3.23. Температурная зависимость нелинейности ТП давления с различными материалами упругой мембраны и припоя до (а) и после (б) термомеханической стабилизации.

Как видно из рис. 3.23, нелинейность ТП с металлическими мембранами без термомеханической стабилизации практически постоянна (или слабо падает в случае сплава 29НК) вплоть до температуры $\sim 280-300$ °С, после которой начинает резко изменяться, что связано с возникающей ползучестью выходного сигнала. После стабилизации нелинейность остаётся постоянной вплоть до температуры 350 °С (а в случае сплава 29НК сохраняет слабо падающий характер). Как и следовало ожидать, нелинейность ТП с керамической мембраной практически не меняется во всём температурном интервале и на неё термомеханическая стабилизация влияния не оказывает.

Это указывает на то, что резкое изменение нелинейности нестабилизированных ТП связано со свойствами металла, а не припоя.

Аналогичным образом ведёт себя и вариация выходного сигнала ТП (рис 3.24).

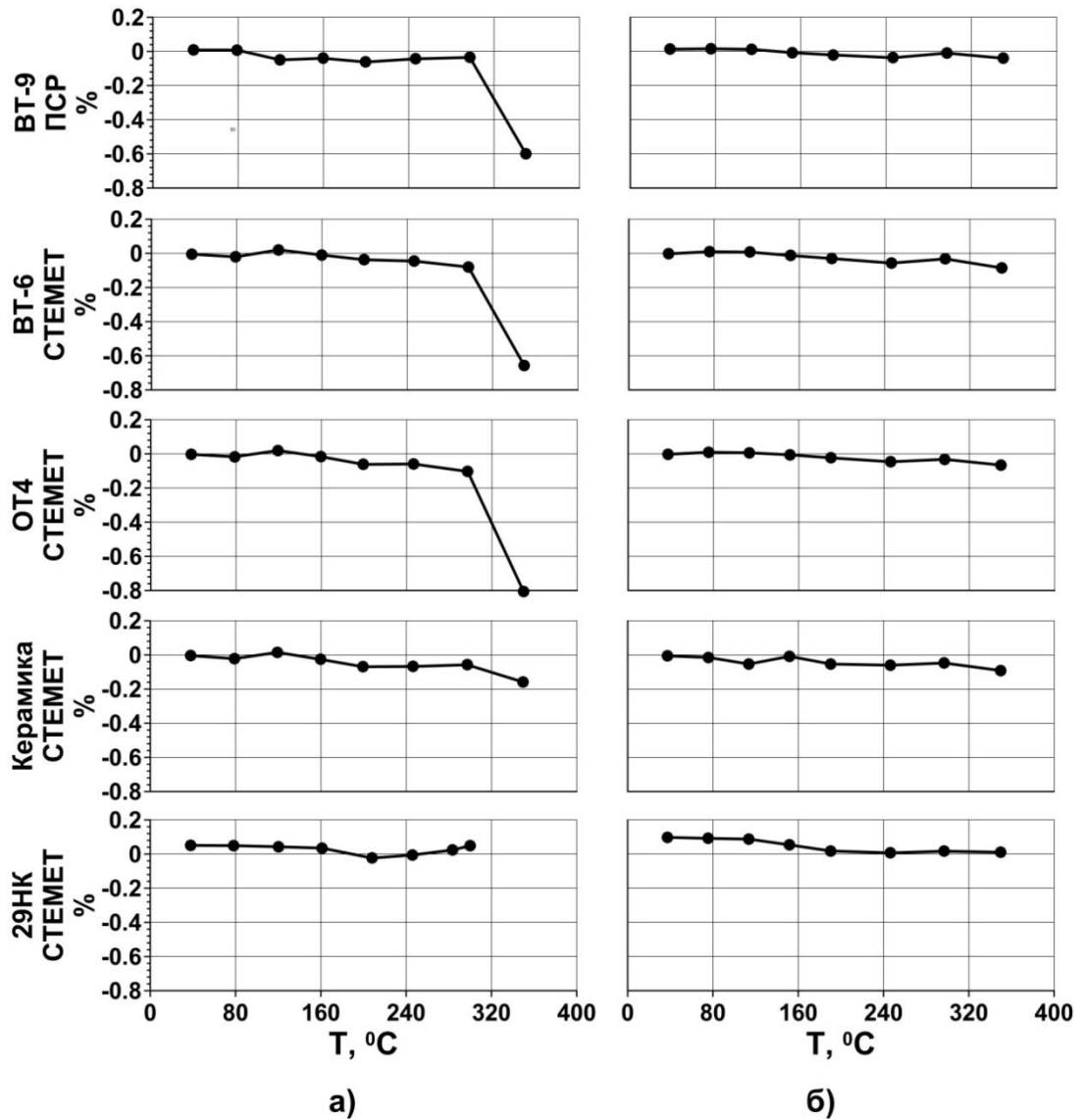


Рис. 3.24. Температурная зависимость вариации выходного сигнала ТП с различными материалами мембраны и припоя до (а) и после (б) стабилизации.

Без термомеханической стабилизации вариация ТП с титановыми мембранами сохраняется малой (до 0,1%) вплоть до температур ~280-300 °С. После стабилизации вариация в высокотемпературной области уменьшается; следует отметить, что для всех исследованных сочетаний материалов

вариация при температуре выше 150 °С становится отрицательной (обратная ветка нагрузочной характеристики проходит ниже прямой ветки). В увеличенном масштабе это показано на рис. 3.25.

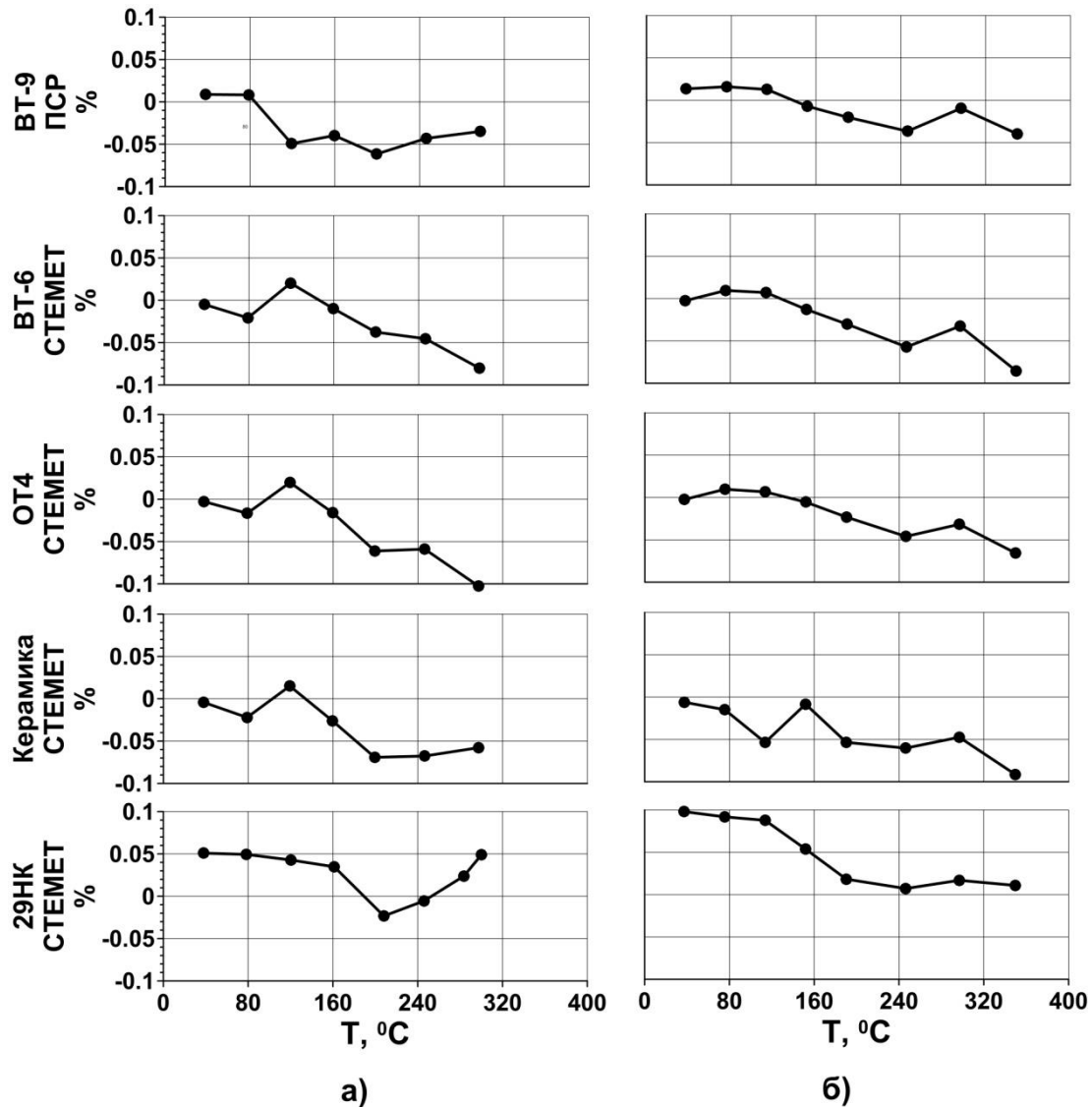


Рис. 3.25. Температурная зависимость вариации выходного сигнала ТП до (а) и после (б) стабилизации.

Как видно из рис. 3.26, при высоких температурах зависимости величины ГПН от используемого припоя практически нет, а её изменение при температурах выше 300 °С (для сплава 29НК выше 200 °С) целиком определяется используемым металлом. И в этом случае термомеханическая обработка позволяет практически устранить гистерезис первого нагружения по крайней мере до 350 °С.

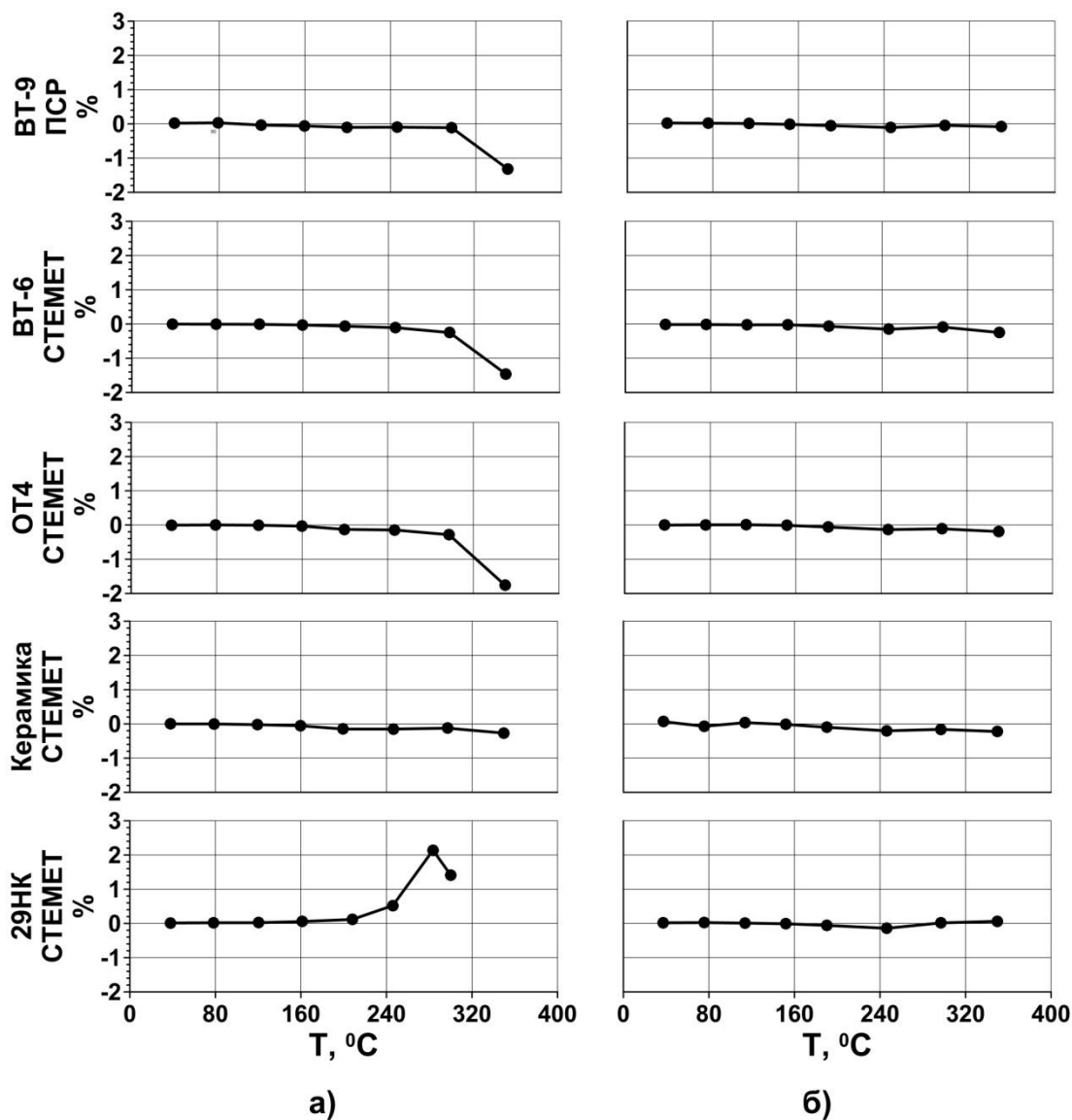


Рис. 3.26. Температурная зависимость гистерезиса первого нагружения до(а) и после (б) стабилизации.

Аналогичным образом ведёт себя и стандартный гистерезис ТП (невозврат начального выходного сигнала при втором и последующих нагружениях [68]) – рис. 3.27.

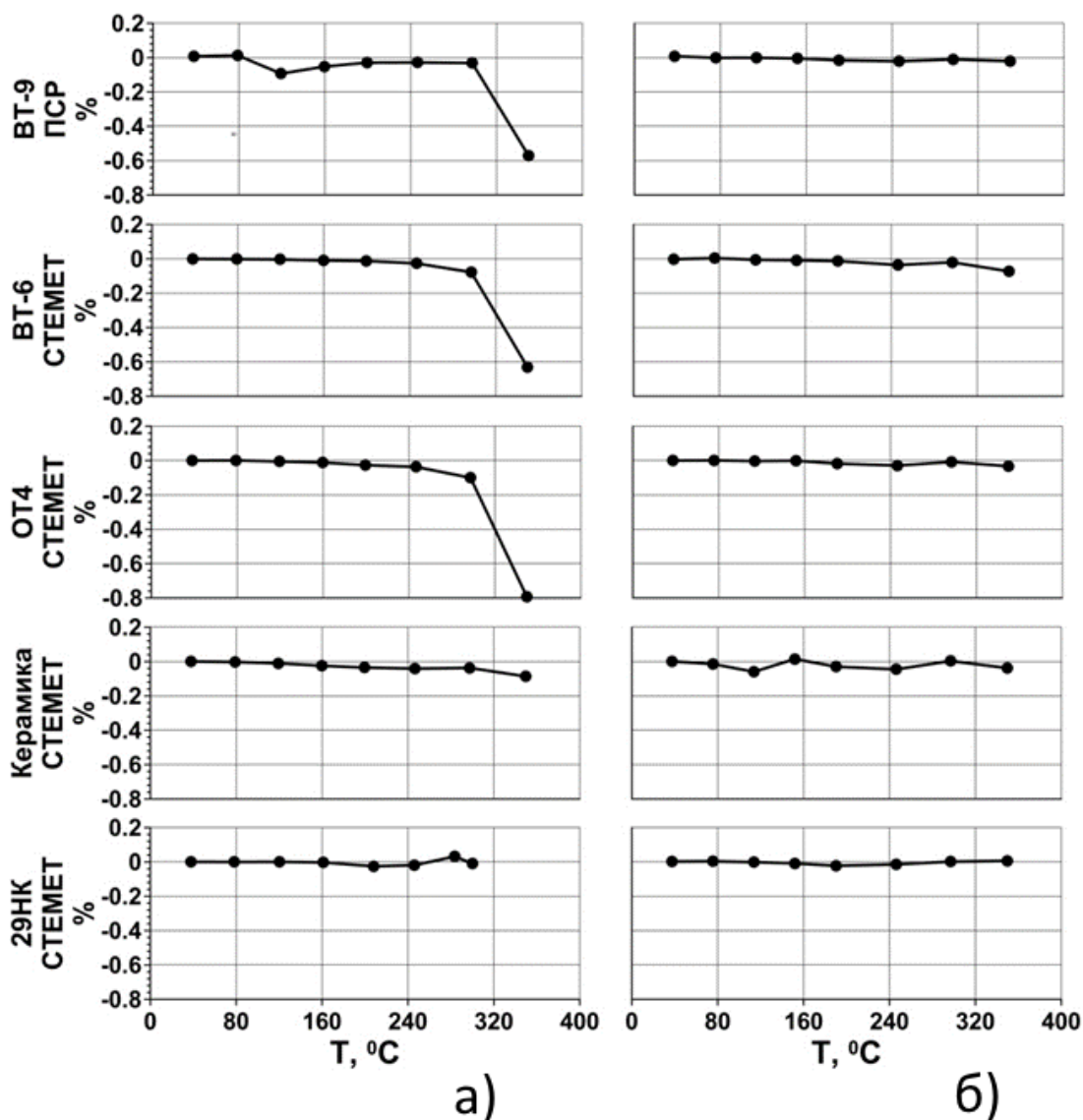


Рис. 3.27. Гистерезис ТП до (а) и после (б) стабилизации.

Таким образом, стандартная технология изготовления тензопреобразователей давления на основе структур КНС позволяет получать серийные приборы с точностью не хуже 0,2% в диапазоне температур измеряемой среды от 20 до 300 °С (от -50 до +300 °С при пайке чувствительного элемента припоем СТЕМЕТ). Термомеханическая стабилизация позволяет расширить температурный диапазон работы высокоточных ТП давления до 350 °С. При более высоких температурах существенную роль начинают играть явления неустойчивости (ползучести) в металлических упругих элементах ТП, роль припоя уже не такая существенная как в диапазоне (-40...+80) °С; в этом случае для получения высокоточных ТП

на основе КНС требуется использование керамических упругих элементов и дополнительных методов повышения механических характеристик металлических упругих элементов тензопреобразователей, таких как термомеханическая стабилизация готовых ТП или же термообработка металла мембран в процессе изготовления ТП.

3.3. Влияние структурного состояния титановой мембраны на характеристики преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире».

Как было показано в предыдущей главе, у тензопреобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» метрологические характеристики зависят как от припоя, с помощью которого сапфир соединяют с металлической упругой мембраной, так и от материала, из которого мембрана изготовлена.

В данном разделе изучено влияние структурного состояния сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V), из которого изготовлены мембраны преобразователей, на метрологические характеристики ТП. Структурное состояние сплава ВТ6 изменялось с помощью термообработки, а также с помощью изменения технологии получения самого сплава.

В настоящее время получила широкое применение и активно развивается технология 3D-печати изделий из металла методом селективной лазерной плавки SLM (Selective Laser Melting). Суть технологии состоит в послойном расплавлении слоёв из массива порошка с помощью высокомоощной системы лазеров. Интересной особенностью данного метода получения изделий является мелкозернистая структура металла, которую «классической» термообработкой получить невозможно. Достигается это за счёт быстрого расплавления лазерным пучком, а затем быстрого затвердевания. С помощью коллег из Южно-Уральского государственного университета нам удалось «напечатать» мембраны (рис. 3.28) для наших

преобразователей из порошка Ti-6Al-4V. Приборы с такими мембранами, «напечатанными» на 3D-принтере, также участвовали в исследовании.



Рис. 3.28. Мембрана ТП, изготовленная по SLM технологии из порошка Ti-6Al-4V.

Микроструктура сплава ВТ6 в исходном состоянии (без термообработки) представляет собой удлиненные α -пластины внутри равноосных β -зерен. Величина β -зерен соответствует 5–6 баллам согласно шкале микроструктур титановых сплавов, а величина α -колоний – 1-2 баллам. Такая микроструктура называется пластинчатой (рис. 3.29а).

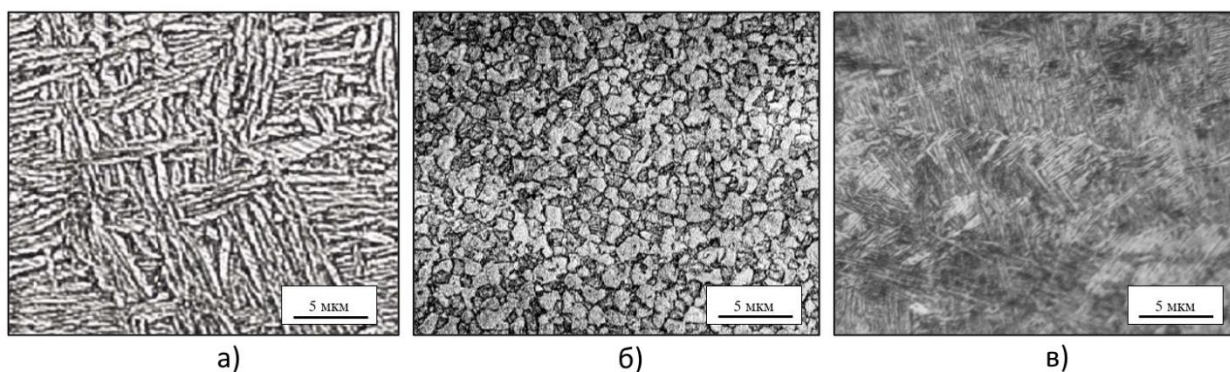


Рис. 3.29. Микроструктуры материала мембран тензопреобразователей. а) без термообработки+старение, б) закалка+старение, в) SLM+старение.

Микроструктура закалённого сплава после закалки с температуры 920 °С представляет собой частицы первичной α -фазы и мартенсит, средний размер частиц первичной α -фазы для данной температуры закалки составляет 2,5 мкм. После старения, роль которого выполняет пайка чувствительного элемента

КНС, микроструктура трансформируется в глобулярную (рис. 3.29б), со средним размером зерен α -фазы около 2 мкм. Повышенные механические свойства являются результатом формирования мелкозернистой глобулярной микроструктуры в ходе упрочняющей термообработки (закалка+старение).

Металлографический анализ образцов ТП с мембранами, изготовленными на 3Д-принтере, показал, что структура образцов представлена мартенситом α' (рис. 3.29в). Такая структура характеризуется повышенными прочностными свойствами и при этом обладает меньшей пластичностью.

Для исследования влияния структурного состояния металла мембраны на метрологические характеристики тензопреобразователей при различных температурах были изготовлены 10 тензопреобразователей одномембранной конструкции (рис. 3.30) на давление 400 кгс/см²:

- 1) 4 шт. ТП с мембранами без термообработки;
- 2) 4 шт. ТП с мембранами, подвергнутыми закалке (согласно [58]);
- 3) 2 ТП с мембранами, изготовленными на 3Д-принтере по технологии SLM.

Материал мембран во всех случаях – титановый сплав ВТ6 (Ti-6Al-4V). Программу испытаний демонстрирует рис. 3.31.

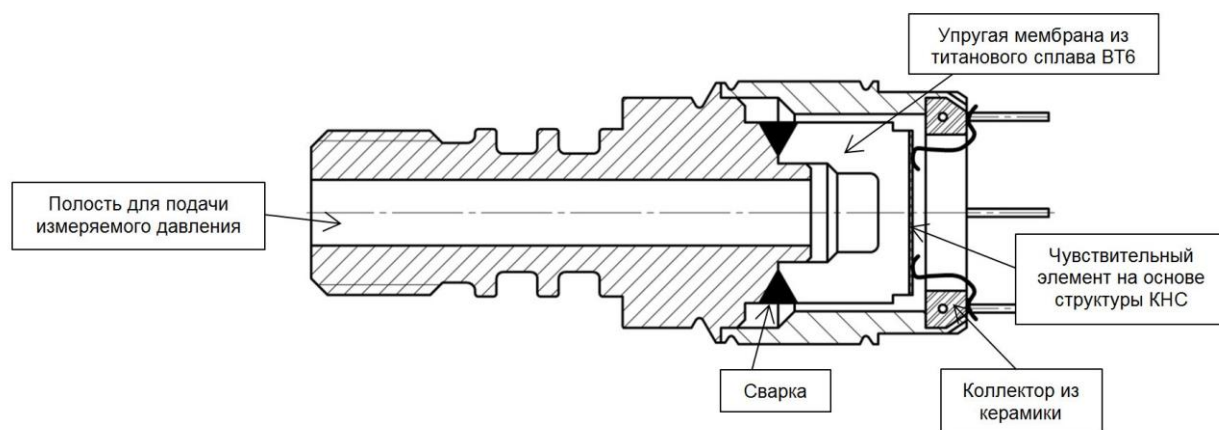


Рис. 3.30. Конструкция одномембранного ТП, используемого при высокотемпературных измерениях.

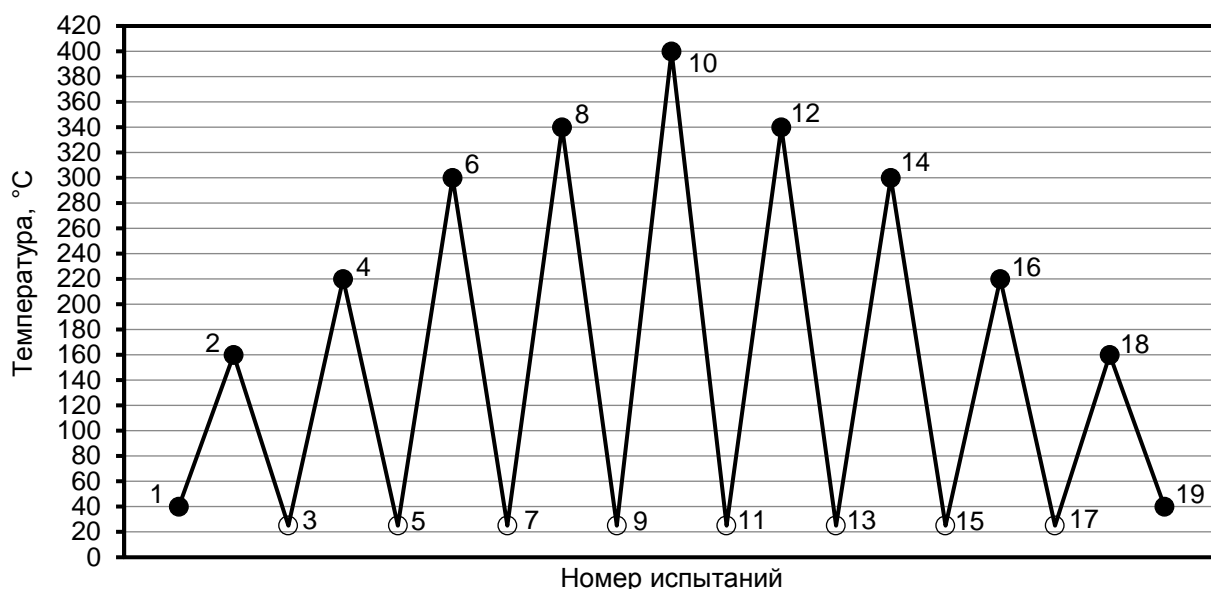


Рис. 3.31. Программа испытаний ТП.

В каждой закрашенной точке на графике программы испытаний снималась нагрузочная характеристика (рис. 3.32), особенностью которой является выдержка по 5 мин. на каждой ступени давления. При расчете метрологических характеристик приборов использовалось среднее значение выходного сигнала на 3-й минуте (красные отрезки на рис. 3.32) на каждой из «полок» нагрузочной характеристики. Выдержка делается для установки выходного сигнала ТП на стабильный режим, а усреднение – с целью минимизации влияния ошибочных «выбросов» выходного сигнала. При задании температуры на всех участках от момента включения печи до начала измерения нагрузочной характеристики временной интервал составлял 5 ч. для гарантии выхода на стабильный температурный режим.

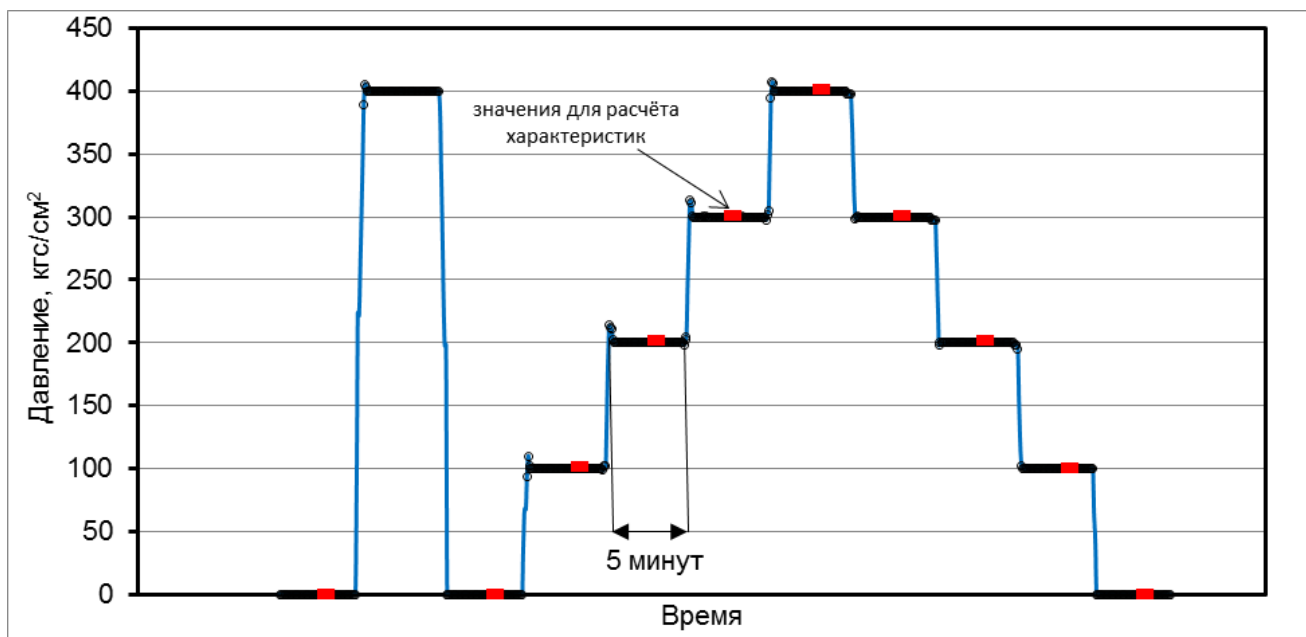


Рис. 3.32. Пример измерения нагрузочной характеристики ТП.

На рис. 3.33 представлены типичные значения отклонения от линейной зависимости нагрузочных характеристик ТП с мембраной из сплава ВТ6 без термообработки при различных температурах (см. легенду). Видно, что уже при 220 °С выходной сигнал ТП при обратном ходе по давлению начинает «ползти», а при 300 °С это приводит к ощутимому гистерезису (~0,16 %). Такое поведение указывает на то, что при этой температуре происходит превышение предела текучести сплава ВТ6 (без термообработки). Наблюдаемая нелинейность (в отсутствие гистерезиса) легко компенсируется в датчике с помощью электроники [15,59].

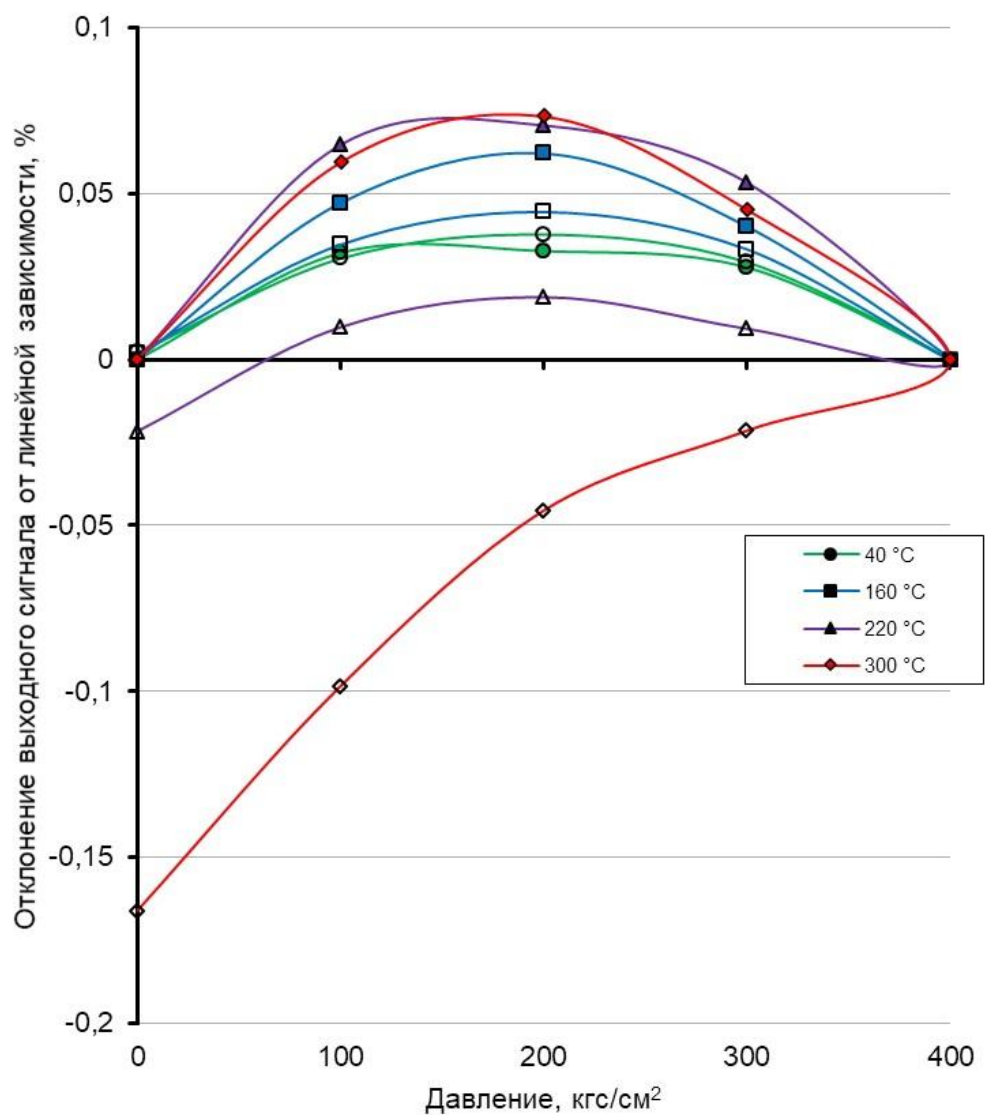


Рис. 3.33. Характеристики ТП с мембраной без термообработки при разных температурах. Залитые значки – прямой ход по давлению, пустые – обратный ход.

В случае же использования мембран из сплава ВТ6 с закалкой (рис. 3.34) при температуре 300 °C выходной сигнал ТП ещё не «ползёт», предел текучести сплава не превышен, т.к. он был поднят при упрочняющей термообработке (закалка мембраны+старение при пайке чувствительного элемента КНС). Но нужно отметить, что форма нелинейности ТП с такими мембранами качественно отличается от ТП с мембранами без термообработки; при этом выходной сигнал ТП при обратном ходе по давлению выше, чем при прямом. Нелинейность такой формы компенсировать в датчике с помощью электроники уже не так просто. Вероятнее всего, такая форма нелинейности

связана с небольшим изменением геометрии мембран при резком охлаждении в процессе закалки.

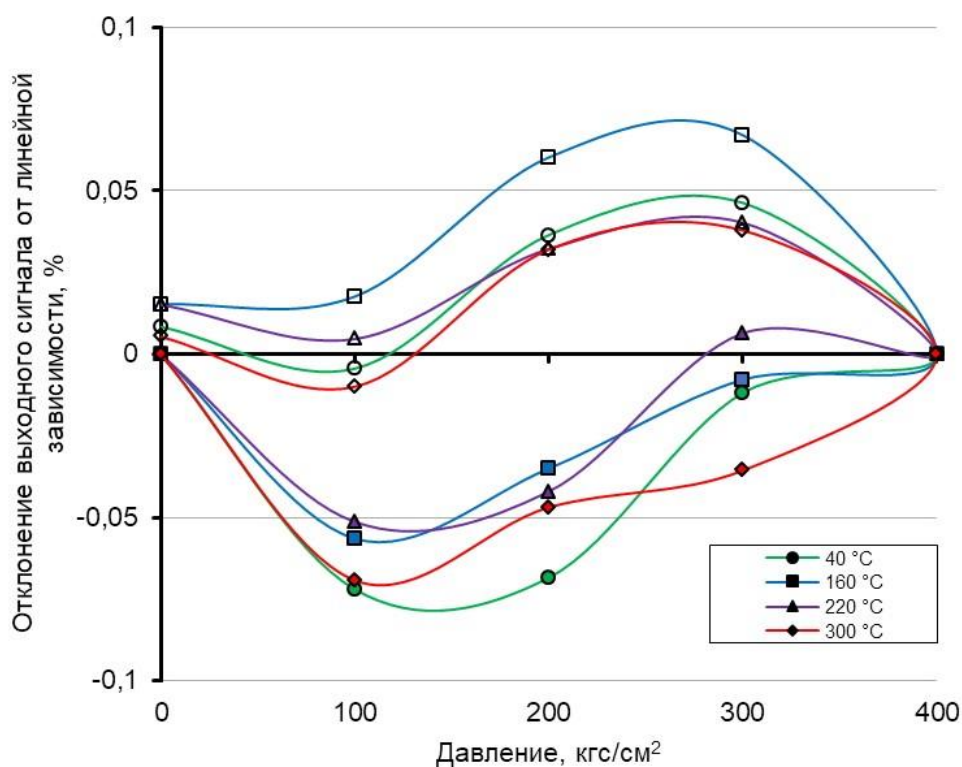


Рис. 3.34. Характеристики ТП с закалённой мембраной при разных температурах.

ТП с мембранами, изготовленными по технологии SLM (рис. 3.35), обладают достоинствами и нетермообработанных и закалённых мембран, т.к. ТП с такими мембранами имеют параболическую нагрузочную характеристику, которую легко компенсировать электроникой, но в то же время их выходной сигнал не «ползёт» при температуре 300 °C, как и в образцах с закалённой мембраной.

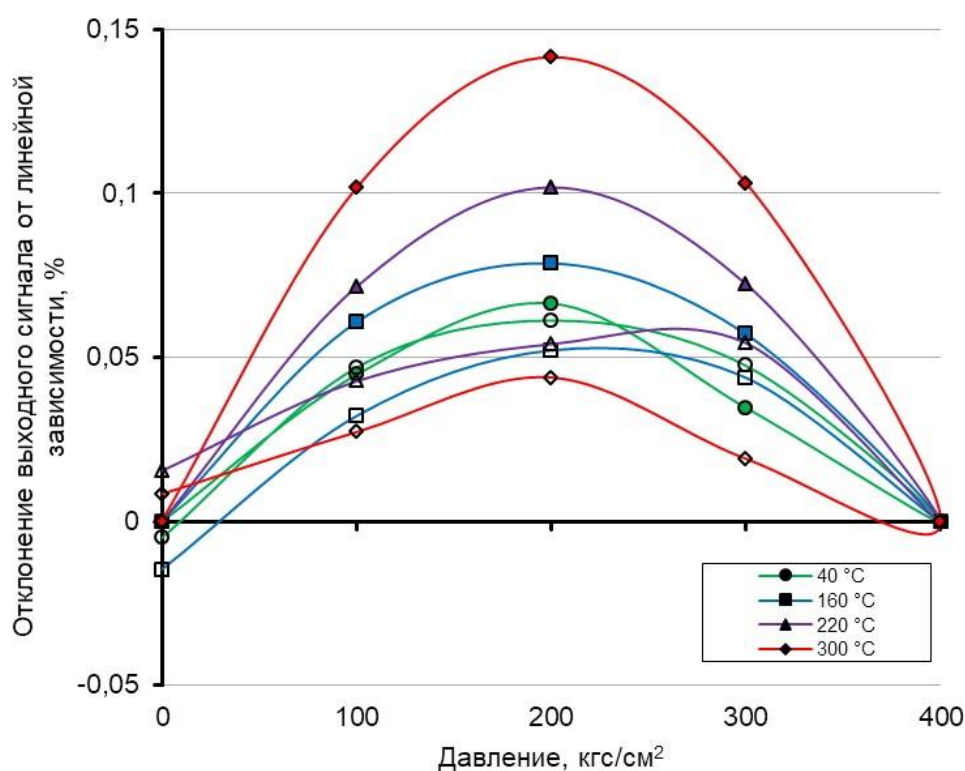


Рис. 3.35. Характеристики ТП с мембраной, изготовленной по технологии SLM, при разных температурах.

Объяснить это можно тем, что поскольку при изготовлении деталей по технологии SLM происходит мгновенное локальное расплавление металла а затем быстрое остывание, то полученный материал обладает более мелкозернистой и равномерной микроструктурой, при этом предел прочности сплава ВТ6, полученного технологией SLM, ненамного уступает пределу прочности сплава ВТ9, полученного прокатом и штамповкой и составляет 1050 МПа [71].

Но, как видно из рис. 3.36, при температуре 340 °C и выше «ползти» начинают выходные сигналы всех ТП.

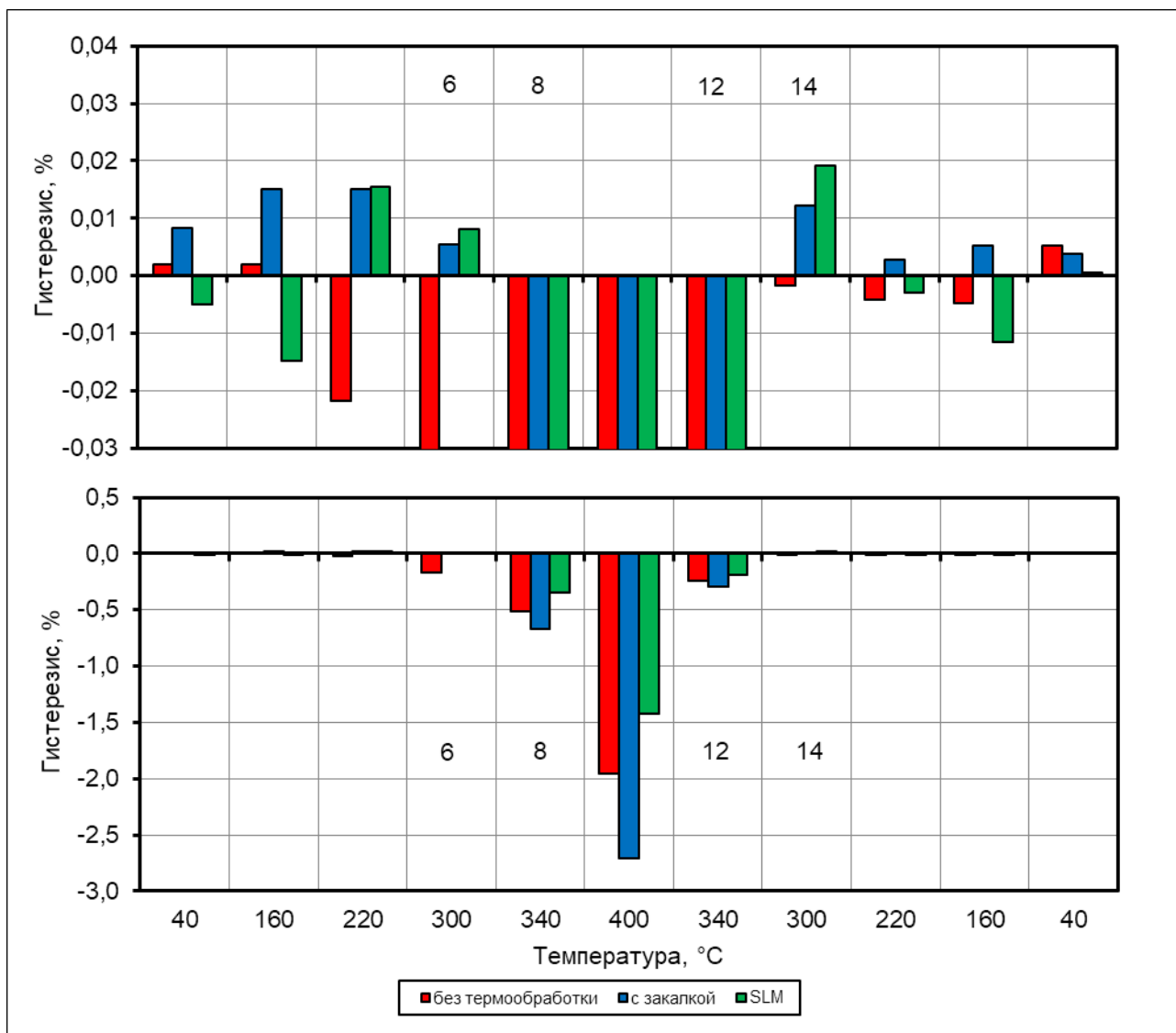


Рис. 3.36. Гистерезис ТП с закалённой, «напечатанной» мембранами и мембраной без термообработки. Цена деления шкалы ординат на графиках а) и б) отличаются в 50 раз. Номера из столбцов на графике соответствуют точкам из программы испытаний (рис. 3.31).

Все ТП были подвергнуты термомеханической обработке: выдержка под давлением при 400 °С. В результате стабильность всех ТП улучшилась, а в ТП с мембранами без термообработки выходные сигналы при 300 °С перестали «ползти» (сравните 6-ю и 14-ю точки из программы испытаний) – см. рис. 3.37.

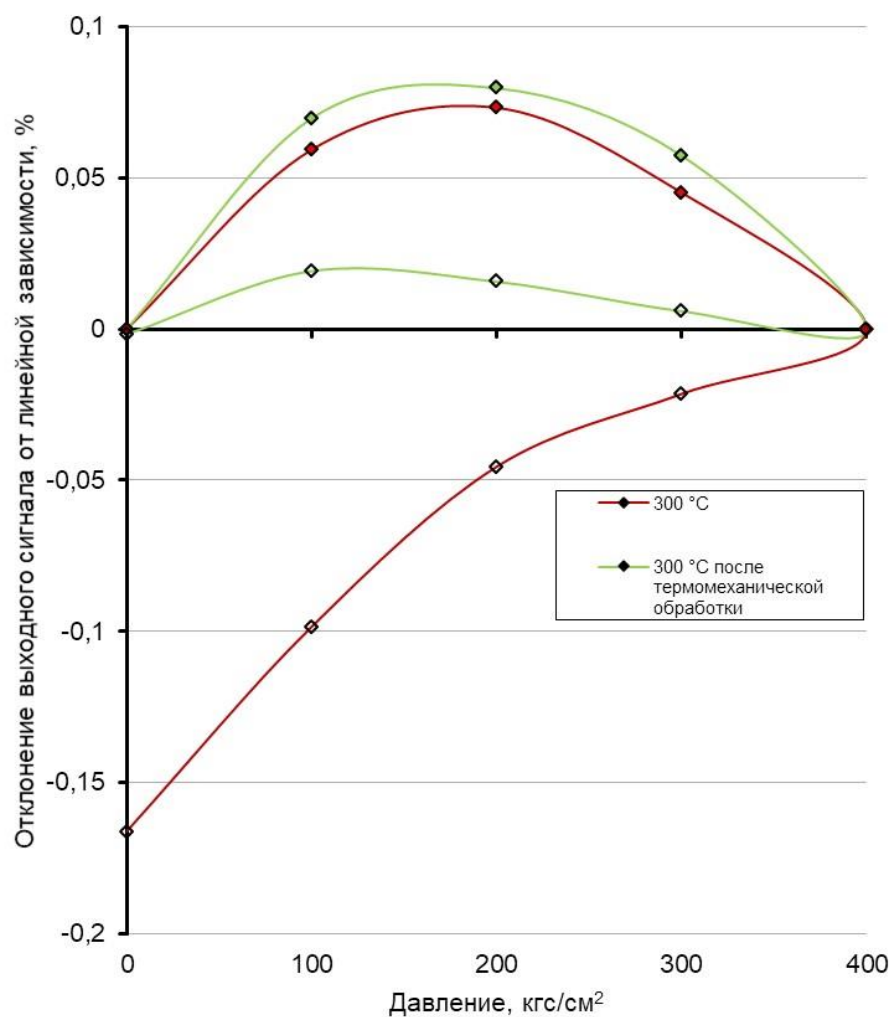


Рис. 3.37. Характеристики ТП с мембраной без термообработки при 300 °С до и после термомеханической обработки при 400 °С.

Деформирование сплавов выше предела текучести при температуре, именуемое термомеханической обработкой, является одним из самых эффективных методов повышения механических свойств металлов сплавов. В данном случае термомеханическая обработка подтвердила свою эффективность при изготовлении высокотемпературных ТП давления на основе КНС.

Выводы:

- 1) Для получения высокоточных ТП давления необходимо учитывать не только состав, но и структурное состояние металла упругого элемента.

- 2) С помощью термомеханической стабилизации возможно расширить температурный диапазон работы высокоточных преобразователей давления до 350 °С.
- 3) Закалка мембраны качественно изменяет форму нелинейности характеристики преобразователя, хотя за счёт повышения предела текучести при 300 °С приборы ведут себя стабильно.
- 4) У ТП с мембранами, полученными с помощью SLM технологии отсутствует необходимость в стабилизации до 300 °С. При этом наблюдается стабильная во времени точность <0,1 %.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполнения работы получены следующие практические и научные результаты:

1. Впервые детально исследовано паяное соединение титанового сплава с сапфиром (припой ПСр72). Это соединение сегодня используется практически во всех датчиках и преобразователях давления на основе КНС и играет в них одну из ключевых ролей, оказывающую непосредственное влияние на точность и стабильность преобразования давления в электрический сигнал. Показано, что:
 - в паяном соединении присутствует чёткое разделение слоёв;
 - титан образует интерметаллиды TiCu с медью, входящей в состав припоя ПСр72;
 - максимальное количество серебра располагается непосредственно под сапфиром, что является самым мягким слоем, предел пластичности которого ниже температурных напряжений, возникающих при работе ТП. Это говорит о возможности пластических деформаций в слое припоя, что сказывается на точностных параметрах ТП и их стабильности. Выявлено, что недостатки соединения припоем ПСр72 можно устранить, используя аморфный припой марки СТЕМЕТ.

2. Впервые получены и исследованы соединения упругих элементов ТП давления с лейкосапфиром с помощью высокотемпературной вакуумной пайки аморфными припоями марки СТЕМЕТ на основе титана и циркония. Выявлено, что недостатки соединения припоем ПСр72 можно устранить, используя припой СТЕМЕТ. Показано, что соединительный слой:
 - однороден как по механическим свойствам, так и по химическому составу;
 - величина микротвёрдости паяного соединения больше, чем микротвёрдость титанового сплава. Такая повышенная прочность соединительного слоя препятствует возникновению в нём пластических деформаций и ползучести при механическом нагружении, что существенно улучшает метрологические и эксплуатационные характеристики ТП и датчиков давления на их основе: вариация снижается в 4–7 раз; ГПН при отрицательной температуре снижается в 100 раз.
3. Разработан и введён в серийное производство в ПГ МИДА техпроцесс пайки припоем СТЕМЕТ 1202, что привело к значительному улучшению характеристик (снижение вариации выпускаемых приборов) и, в частности, дало возможность освоить производство серии эталонных датчиков давления с точностью лучше 0,05% (до 0,01%). Такие датчики открывают путь к построению высокоточных систем управления для ответственных технологических процессов.
4. Теоретически обоснован и практически исследован техпроцесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей, с помощью которого удалось расширить температурный диапазон работы высокоточных ТП давления до 350 °С.
5. Продемонстрировано влияние каждого из компонентов системы «материал мембраны-припой-сапфир» на метрологические характеристики ТП. Показано, что соединительный слой сильно влияет

на такие параметры как ГПН и гистерезис, особенно при отрицательных температурах. Описан механизм образования ГПН. При высоких температурах (больше 150 °С) основную роль начинают играть механические свойства материала мембраны.

6. Экспериментально доказано, что структурное состояние металла упругой мембраны играет важную роль при проектировании преобразователей и датчиков давления на основе КНС с высокими метрологическими характеристиками. Показано, что оптимальной микроструктурой для упругих элементов датчиков давления является мелкозернистая структура 1–3 балла глобулярного типа.
7. Показано, что использование аморфных припоев позволяет соединять ПЧЭ на основе КНС не только с титановыми сплавами, но и с другими материалами. Это открывает возможности дальнейшего улучшения характеристик ТП давления на основе КНС, что должно стать предметом дальнейших исследований в этом направлении.

Стоит отметить, что с появлением аморфных припоев СТЕМЕТ на основе титана и циркония открылись новые возможности соединения сапфира с другими материалами, а также ранее не соединяемых пайкой материалов друг с другом. В ПГ МИДА продолжаются работы по исследованию новых возможностей пайки при производстве приборов давления с целью улучшения их метрологических характеристик. Также использование новых материалов позволит ещё расширить эксплуатационные характеристики датчиков давления.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мокров, Е. А. Состояние, проблемы и пути развития датчикоостроения на 2006-2015 гг / Е. А. Мокров // Электронные компоненты. – 2007. - №3. – С.64-71.
2. Фрайден, Дж. Современные датчики. Справочник / Дж. Фрайден: пер. Ю. А. Заболотной под редакцией Е. Л. Свинцова. – М. : Техносфера, 2005. – 592 с.
3. Стучебников, В. М. Структуры КНС как материал для тензопреобразователей механических величин / В. М. Стучебников // Радиотехника и электроника. – 2005. – №6. – С. 678-696.
4. Стучебников, В. М. Полупроводниковые интегральные тензорезисторные преобразователи механических величин / В. М. Стучебников // Измерение, контроль, автоматизация. – 1983. – №1. – С. 30-42.
5. Белоглазов, А. В. Полупроводниковые тензопреобразователи силы и давления на основе гетероэпитаксиальных структур «кремний на сапфире» / А. В. Белоглазов, В. М. Стучебников, В. В. Хасиков, В. И. Евдокимов, А. Г. Шатдина// Приборы и системы управления. – 1982. – №5. – С. 21-23.
6. Кенигсберг, В.Л. Комплекс полупроводниковых тензорезисторных измерительных преобразователей «Сапфир» / В. Л. Кенигсберг, В. М. Стучебников, В. И. Сердюков, В. И. Евдокимов, В. К. Суходолец, С. И. Мильман // Измерительная техника. – 1978. – №10. – С. 84-86.
7. Евдокимов, В. И. Модернизированные тензорезисторные преобразователи для датчиков «Сапфир 22-М» / В. И. Евдокимов, Г. И. Лурье, В. И. Суханов, В. И. Белоглазов // Приборы и системы управления. – 1990. – №11. – С. 27-29.
8. Бушев Е. Е. Серия микроэлектронных датчиков давления МИДА // Е. Е. Бушев, О. Л. Николайчук, В. М. Стучебников // Датчики и системы. – 2000. – №1. – с. 21-27.

9. Стучебников, В. М. Некоторые свойства тензопреобразователей давления на основе структур КНС / В. М. Стучебников, А. А. Устинов // Радиоэлектронная техника : межвузовский сборник научных трудов. – Ульяновск, УлГТУ, 2013. – С. 64-68.
10. Козлов, А.И. Моделирование тензопреобразователей давления на основе структур КНС. Одномембранные преобразователи / А. И. Козлов, А. В. Пирогов, В. М. Стучебников // Датчики и системы. – 2008. – №1. – С. 6-11.
11. Козлов, А. И. Моделирование тензопреобразователей давления на основе структур КНС. Двухмембранные преобразователи / А. И. Козлов, А. В. Пирогов, В. М. Стучебников // Датчики и системы. – 2009. – №8. – С. 50-53.
12. Козлов, А. И. Экспериментальное определение распределения деформаций в круглой упругой мембране тензопреобразователя давления / А. И. Козлов, В. М. Стучебников // Приборы. – 2014. – №7. – С. 41-44.
13. Мартынов, Д. Б. Температурная коррекция тензопреобразователей давления на основе КНС / Д. Б. Мартынов, В. М. Стучебников // Датчики и системы. – 2002. – №10. – С. 6-12.
14. Козлов, А. И. Оптимизация топологии тензорезисторных чувствительных элементов на основе структур КНС / А. И. Козлов, А. В. Пирогов, В. М. Стучебников // «Датчики и системы – 2005» : сборник докладов международной научно-технической конференции. – Пенза, 2005. – С. 245-247.
15. Васьков, Ю.А. Цифровой метод коррекции температурной погрешности преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» / Ю. А. Васьков, Г. А. Емельянов, А. И. Козлов // Радиоэлектронная техника : межвузовский сборник научных трудов : под ред. В.А. Сергеева. – Ульяновск, УлГТУ, 2009. – С. 72-79.
16. Фетисов, А. В. Смена поколений датчиков давления неизбежна / А. В. Фетисов // Мир измерений. – 2010. – №11. – С. 30-31.

17. Егорычев, А. И. Сравнительный анализ методов измерения давления / А. И. Егорычев, Э. Ю. Замалетдинова // Вестник Казанского технологического университета – 2014. – С. 124-127.
18. Папков, В. С. Эпитаксиальные кремниевые слои на диэлектрических подложках и приборы на их основе / В. С. Папков, М. Б. Цибульников. – М. : Энергия, 1979.
19. Физические основы технологии полупроводниковых приборов и интегральных микросхем : Учебное пособие / А. М. Орлов, Б.М. Костишко, А. А. Скворцов. –Ульяновск. УлГУ, 2001. – 370 с.
20. Maurits, J. Problems and solutions in the preparation of SOS wafers / J. Maurits // Sol.St.Technol. – 1977. – №4. – P. 81-86.
21. Барулина, М. А. Математическое моделирование датчика давления в условиях механических и тепловых ударов / М. А. Барулина, В. Э. Джашитов, В.М. Панкратов // Датчики и системы. – 2009. – №8. – С. 37-39.
22. Стучебников, В. М. Разработка и исследование оптимизированных интегральных чувствительных элементов тензопреобразователей механических величин: дис. док. тех. наук. : 05.27.01 / Стучебников Владимир Михайлович. – М. :НИИТеплоприбор, 1985. – 577 с.
23. Bullis, W. M. Temperature coefficient of resistivity of silicon and germanium near room temperature / W. M. Bullis, F.H. Brewer, C.D. Kolstad, L.J. Swartzendruber // Sol.St.Technol. – 1968. – №7. – P. 639-646.
24. Drickamer, H. G. The effect of high pressure on the electronic structure of solids / H. G. Drickamer // Sol.State Physics. – 1965. – №17. – P. 1-130.
25. Keyes, R. W. The effects of hydrostatic pressure on the properties of III-V semiconductors / R. W. Keyes // Semiconductors and Semimetals. – 1968. – №4. – P. 327-342.
26. Киреев, П. С. Физика полупроводников / П. С. Киреев. – М. : Высшая школа, 1969. – 590 с.

27. Белоглазов, А. В. Влияние геометрических размеров на характеристики гетероэпитаксиальных кремниевых тензорезисторов на сапфировых подложках / А. В. Белоглазов, В. М. Стучебников, И. К. Лазарева, В. И. Суханов // Приборы и системы управления. – 1982. – №8. – С.30-31.
28. Полякова, А. Л. Деформация полупроводников и полупроводниковых приборов / А. Л. Полякова.– М. : Энергия, 1979. – 167 с.
29. Терстон, Р. Применение полупроводниковых преобразователей для измерения деформаций, ускорений и смещений / Р. Терстон // Физическая акустика. Методы и приборы ультразвуковых исследований : под ред. У.Мэзона. – М. : Мир, 1967. – Т.1. – Ч. Б. –362 с.
30. Белоглазов, А. В. Тензорезистивный эффект в сильнолегированных гетероэпитаксиальных слоях кремния р-типа на сапфире / А. В. Белоглазов, В. Е. Бейден, В. М. Карнеев, В. С. Папков, В. М. Стучебников, В. В. Хасиков // Электронная техника. – 1977. – № 5. – С. 45-49.
31. Стучебников, В. М. Электрофизические характеристики гетероэпитаксиальных плёнок кремния на сапфире и шпинели / В. М. Стучебников // Обзоры по электронной технике. – 1980. – № 2.
32. Стучебников, В. М. Физико-технологические методы оптимизации метрологических характеристик полупроводниковых тензопреобразователей / В. М. Стучебников // Датчики систем измерения контроля и управления : межвузовский сборник научных трудов. – Пенза, 1985. – № 5. – С. 18-25.
33. Стучебников, В. М. О нормировании температурной погрешности тензорезисторных полупроводниковых датчиков / В. М. Стучебников // Конструирование и производство датчиков, приборов и систем. – Датчики и системы. – 2004. – №9. – С. 15-19.
34. Най, Дж. Физические свойства кристаллов / Дж. Най: пер. с англ. Л.А. Шувалова. – М. : Издательство иностранной литературы, 1960 г.

35. Лурье, Г. И. Измерение давления в криогенных средах / Г.И. Лурье, В. М. Стучебников // Измерения, контроль. автоматизация. – 1989. – №2. – С. 18-25.
36. Никифорова, З. В. Пайка сапфировых мембран с высокопрочными сплавами титана / З. В. Никифорова, С. Г. Румянцев, С. Л. Киселевский, В. И. Евдокимов // Сварочное производство. – 1974. – № 3. – С. 35–39.
37. ГОСТ 22520-85. Датчики давления, разрежения и разности давлений с электрическими выходными сигналами ГСП. Общие технические условия.
38. Савченко, Е. Г., Управление характеристиками преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников // Techniczne nauki. Fizyka.: Przemysł. Nauka I studia. – 2013. – С. 25-29.
39. Стучебников, В. М. О стабильности преобразователей давления на основе структур КНС / В. М. Стучебников, А.А. Устинов // Материалы XV Международной научно-практической конференции «Энергоресурсосбережение. Диагностика – 2013». . – Димитровград, 2013. – С. 119-122.
40. Люшинский, А. В. Диффузионная сварка разнородных материалов / А. В. Люшинский. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 208 с.
41. Петрунина, И. Е. Справочник по пайке / Под ред. И. Е. Петрунина. 3-е изд., перераб. и доп. – М. : Машиностроение, 2003. – 480 с.
42. Патент 1719375. Способ соединения сапфира с металлом / В. М. Косогоров, П. Г. Михайлов – 4760126; заявл. 04.09.1989 ; опубл. 15.03.1992.
43. Патент 1437360. Способ соединения сапфира с металлом / А. А. Кремнев, В. М. Косогоров, Е. А. Мокров – 4150293; заявл. 24.11.1986 ; опубл. 15.11.1988.

44. Папков, Н. С. Нелинейность механического преобразования в микроэлектронных датчиках давления / Н. С. Папков, В. С. Папков, В. М. Стучебников // Датчики и системы. – 1999. – №5. – С. 30-34.
45. Пульцин, Н. М. Титановые сплавы и их применение в машиностроении / Н. М. Пульцин. – М. : Машгиз, 1962.
46. Стучебников, В. М. Оптимизация характеристик высокотемпературных тензопреобразователей на основе структур КНС / В. М. Стучебников, В. И. Суханов / Датчики на основе технологии микроэлектроники, Материалы семинара. –1983. – С. 47-51.
47. Бушуев, Н. А. Высокоточные датчики давления высокотемпературных сред / Н. А. Бушуев, Д. Б. Мартынов, О. Л. Николайчук, В. М. Стучебников // Сб. док. международной научно-технической конференции “Датчики и Системы - 2005”. – Пенза : Изд-во НИИФИ, 2005. – С. 52-55.
48. Арзамасов, Б. Н. Материаловедение: Учебник для высших технических учебных заведений / Б.Н. Арзамасов, И.И. Сидорин, Г.Ф. Косолапов и др.; Под общ. Ред. Б.Н. Арзамасова. – 2-е изд., испр. И доп. – М. : Машиностроение, 1986. – 384 с.
49. Молотилов, Б. В. Прецизионные сплавы. Справочник. / Под ред. Б.В. Молотилова. – М. : «Металлургия», 1974. – 448 с.
50. Золоторевский, В. С. Механические свойства металлов / В. С. Золоторевский. – М.: Metallurgy, 1983. – 352 с.
51. Гохфельд, Д. А. Физическое материаловедение: Учебник для вузов: Справочник / Д. А. Гохфельд, Л. Б. Гецов, К. М. Кононов и др. – Екатеринбург : УрО РАН, 1996.
52. Калин Б. А. Физическое материаловедение: Учебник для вузов / Е.Г. Григорьев, Ю. А. Перлович, Г. И. Соловьев и др.; Под общей ред. Б. А. Калина. – М. : МИФИ, 2008. – 696 с.
53. Иордан, Г. Г. Измерение давления при высоких и сверхнизких температурах с помощью тензорезисторных преобразователей на основе структур КНС / Г. Г. Иордан, Г. И. Лурье, В. М. Стучебников, В. И.

- Суханов, В. В. Хасиков // Измерительные преобразователи механических и тепловых величин на основе микроэлектроники, Материалы конференции – 1980. – С.84-88.
54. Чечулин, Б. Б. Титановые сплавы в машиностроении / Б. Б. Чечулин, С. С. Ушаков, В. Н. Гольдфайн. – Ленинград : Машиностроение, 1977. -248 с.
55. Гохфельд, Д.А. Механические свойства сталей и сплавов при нестационарном нагружении. Справочник. / Д. А. Гохфельд, Л. Б. Гецов, К. М. Кононов и др. – Екатеринбург. : Уро РАН, 1996. – 408 с.
56. Столяров, В.В. Структура и свойства ультрамелкозернистого титанового сплава ВТ6, полученного равноканальным угловым прессованием / В.В. Столяров // Конструкционные материалы. – 2010. – С.30-36.
57. Фиргер, И. В. Термическая обработка сплавов: Справочник / И. В. Фиргер. – Л. : Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1982. – 304 с.
58. Яшкова, С. С. Повышение прочностных характеристик титановых сплавов / С. С. Яшкова, Н. В. Бобков. // Молодой ученый. – 2016. – № 28. – С. 215-217.
59. Manguo, H. Design of temperature compensation for silicon-sapphire pressure sensor / H. Manguo, L. Defeng, L. Chao, G. Zhanshe, L. Xin // IEEE International Conference on Imaging Systems and Techniques (IST). – 2017. – P. 214–218.
60. Moiseyev, V. N. Titanium Alloys: Russian Aircraft and Aerospace Applications / V. N. Moiseyev. – New York: Taylor&Francis, 2006. – 207 p.
61. Лариков, Л. Н. Тепловые свойства металлов и сплавов / Л. Н. Лариков, Ю. Ф. Юрченко. – Киев: Наукова думка, 1985. – 439 с.
62. Савченко, Е. Г. Пайка чувствительных элементов в преобразователях давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников // Сварочное производство. – 2013 – №1. – С. 23-25.
63. Калинин, Б. А. Особенности активной прецизионной пайки изделий атомной техники быстрозакаленными припоями / Б. А. Калинин, В. Т. Федотов, О. Н. Севрюков, А. Н. Плющев, Т. Т. Мамедова. // Сб. докл. VI

- русской конференции по реакторному материаловедению. – Димитровград, 2001. – с. 103–114.
64. Судзуки, К. Аморфные металлы / К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото. – М. : «Металлургия», 1987. – 328 с.
65. Агеев, Н. В. Диаграммы состояния металлических систем: сб. ст. / Н. В. Агеев, О. С. Иванов. – М. : Наука, 1971. – 270 с.
66. Стучебников, В. М. Исследование температурного дрейфа и нелинейности тензопреобразователей давления на основе керамики / В. М. Стучебников, А. А. Устинов, Ю. С. Нагорнов // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. – 2010. – №2. – С. 62-69.
67. <http://www.midaus.com/dokumentatsiya/programmnoe-obespechenie-dlya-priborov-mida.html>
68. Савченко, Е. Г. Гистерезисные явления в преобразователях давления на основе структур КНС / Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников, А. А. Устинов // Приборы. – 2015. – № 2. – С.30-35.
69. Антонец, И.В. Методы расчета и моделирования упругих элементов: учебное пособие. / И. В. Антонец. – Ульяновск: УлГТУ, 2013. – 121 с.
70. Андреева, Л. Е. Упругие элементы приборов / Л. Е. Андреева. – М. : Машгиз, 1962. – 456 с.
71. Агаповичев, А. В. Исследование структуры и механических свойств образцов, полученных с использованием технологии селективного лазерного сплавления из металлического титанового порошка марки ВТ6 / А. В. Агаповичев, А. В. Сотов // IV Международная конференция «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», ВИАМ. – 2018. – №2. – С. 9-16.
72. Оф. сайт Kulite Semiconductor Products – Режим доступа: <http://www.kulite.com/>, свободный. – Яз. англ.
73. Оф. сайт Yokogawa Electric Corporation – Режим доступа: <http://www.yokogawa.com/>, свободный. – Яз. англ.

74. Оф. сайт OMEGA Engineering – Режим доступа: <http://www.omega.co.uk/>, свободный. – Яз. англ.
75. Оф. сайт Sensonetics Inc. – Режим доступа: <http://www.sensonetics.com/>, свободный. – Яз. англ.
76. Оф. сайт Honeywell International Inc. – Режим доступа: <http://www.honeywell.com/>, свободный. – Яз. англ.
77. Оф. сайт ESI Technology Ltd – Режим доступа: <http://www.esi-tec.com/>, свободный. – Яз. англ.
78. Оф. сайт ALTHEN Sensors & Controls – Режим доступа: <http://www.althensensors.com/>, свободный. – Яз. англ.
79. Оф. сайт ПГ МИДА – Режим доступа: <http://www.midaus.com/>, свободный. – Яз. рус.
80. Оф. сайт АО НПК ВИП – Режим доступа: <http://www.zaovip.ru/>, свободный. – Яз. рус..
81. Оф. Сайт ООО Микротензор – Режим доступа :<http://www.microtensor.ru/>, свободный. – Яз. рус.
82. Ghosh S. Deformation and creep modeling in polycrystalline Ti–6Al alloys / S. Ghosh , Michael J. Mills , Deepu S. Joseph // Acta Materialia. – 2003
83. Barboza, M.J.R. Creep behavior of Ti–6Al–4V and a comparison with titanium matrix composites / M.J.R. Barboza, E.A.C. Perez, M.M. Medeiros, D.A.P. Reis ,M.C.A. Nono, F. Piorino Neto , C.R.M. Silva // Materials Science and Engineering. – 2006. – P. 320-326.
84. Bijish Babu Physically Based Model for Plasticity and Creep of Ti-6Al-4V / Licentiate Thesis 2008:40. – ISSN:402-1757.
85. Савченко, Е. Г. Керамические упругие элементы в тензопреобразователях давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е. Г. Савченко, В. В. Светухин, В. М. Стучебников // Датчики и системы. – 2013. – №1. – С. 23-25.
86. ГОСТ 26492-85. Прутки катаные из титана и титановых сплавов.

87. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников.
88. Васьков, Ю. А. Высокоточные цифровые датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э на основе структур «Кремний на сапфире» / Ю. А. Васьков, Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников // Вакуумная техника и технологии – 2019. Труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием.– 2019 – Т.29. – №2. – С. 24-26.
89. Савченко, Е. Г. Датчики давления для криогенных сред / Е. Г. Савченко, В. М. Стучебников // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы. – 2020 – Выпуск 4 (259) – С.43-48.
90. Dobrovinskaya, E.R. Sapphire: Material, Manufacturing, Applications Springer / E.R. Dobrovinskaya, L.A. Lytvynov, V. Pishchik. – New York: Springer, 2009. – 481 s.
91. Maurits, E.A. Problems and solutions in the preparation of SOS wafers. – Sol.St.Technol., 1977, v.20, No 4, p.81-86.
92. Gavryushin S.S., Skvortsov P.A., Skvortsov A.A. Optimization of semiconductor pressure transducer with sensitive element based on “silicon on sapphire” structure // Periodico Tche Quimica. 2018 .- Vol. 15 , Issue 30 .- С. 678 – 686.
93. Gavryushin S.S., Skvortsov P.A. Evaluation of output signal nonlinearity for semiconductor strain gauge // Solid State Phenomena. November 2017. Volume 269. P.60-70.
94. Мустафаев, Г. А. Влияние технологических факторов на дефектность структур кремний на сапфире / Г. А. Мустафаев В. А. Панченко, Н. В. Черкесова, А. Г. Мустафаев А.Г. // Электроника и электротехника. – 2017. – № 1. – С. 7-15.
95. Мустафаев, А. Г., Исследование гетероэпитаксии кремния на сапфире при создании транзисторных структур // Г. А. Мустафаев, А. Г. Мустафаев // Нано- и микросистемная техника. – 2011. – № 8. – С. 41-43.



УТВЕРЖДАЮ
 Директор ООО МИДАУС
 Бушев Е.Е.
 «15» мая 2021 г.

АКТ

О внедрении результатов диссертационной работы Е.Г. Савченко «Улучшение метрологических характеристик преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире»», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук

Впервые проведённые Савченко Е.Г. исследования соединительного слоя титанового сплава с сапфиром показали, что свойства этого слоя существенно влияют на метрологические характеристики датчиков давления. По результатам его работы было предложено заменить традиционную пайку титана с сапфиром сплавом ПСр72 на пайку аморфным припоем СТЕМЕТ, что дало существенное улучшение характеристик ТП давления.

Использование такого соединения позволило устранить гистерезис первого нагружения, а также в 4-7 раз снизить вариацию и гистерезис выходного сигнала ТП, особенно при отрицательных температурах. В результате в номенклатуре продукции ПГ МИДА появилась серия эталонных датчиков давления МИДА-15-Э с погрешностью менее 0,05%. Благодаря отсутствию гистерезиса первого нагружения при отрицательных температурах в тензопреобразователях с оптимизированным соединением, удалось наладить выпуск датчиков давления, работающих при криогенных температурах (до -200 °С), а также датчиков с перестраиваемым диапазоном серии МИДА-13-ПКН.

Оптимизированное соединение сапфира с титановым сплавом, применённое на основании исследований Савченко Е.Г., внедрено в ООО МИДАУС в разработанных и освоенных в производстве датчиках давления МИДА-12, МИДА-13 и МИДА-15, начиная с 2015 г.

Также по результатам исследований Савченко Е.Г. в производство был внедрен процесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей, что позволило изготавливать приборы стабильно работающие при повышенных температурах (вплоть до 350 °С).

Объём выпуска датчиков с применёнными результатами диссертационного исследования только в 2018-2019 годах составил 56800 шт.

Начальник отделения разработок

(В.В. Алашеев)

Начальник производства

(С.Б. Никитин)