

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Удмуртский государственный университет»

На правах рукописи

ШУТОВ ИЛЬЯ ВЛАДИСЛАВОВИЧ

**ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И
ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ Al СПЛАВОВ AMg6 И AD1
ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПАЙКЕ
ПРИПОЯМИ Zn-Cu-Al И Al-Si**

2.6.17 – Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук, доцент
Кривилев Михаил Дмитриевич

Ижевск – 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. Основные аспекты применения метода высокотемпературной пайки в современном машиностроении	12
1.1 Методика пайки тугоплавкими припоями	12
1.2 Использование припоев и флюсов	17
1.3 Сплавы марки АМг	24
1.4 Сравнение различных марок сплавов Al по паяемости	30
1.5 Формирование и характеристики оксидной пленки	33
1.6 Системы легирования алюминиевых сплавов	35
Выводы к главе 1	38
ГЛАВА 2. Материалы и методы экспериментального исследования	40
2.1 Образцы для температурных испытаний сплава АД1 с плакированным припоем сложного состава Al-10Si + KAlF ₄	40
2.2 Образцы для высокотемпературной пайки сплавов АМг припоями на основе Zn	42
2.3 Установка УПП-1 для пайки с контролем температуры	45
2.4 Методика дифференциально-калориметрического анализа	51
2.5 Методики структурно-фазового анализа	52
2.6 Методика испытаний на растяжение	53
Выводы к главе 2	54
ГЛАВА 3. Исследование физико-химических процессов при пайке сплавов АМг припоями на основе Zn	55
3.1 Матрица термических испытаний образцов матричного сплава АМг с припоем Zn-Cu-Al	55
3.2 Исследование температур фазовых превращений методом ДСК	58
3.3 Результаты структурного анализа методами металлографии и СЭМ	61
3.4 Исследование химического состава и фазового состава методами EDAX и PCA	74
Выводы к главе 3	79

ГЛАВА 4. Исследование разрушения паяных соединений АМг припоями на основе Zn	81
4.1 Первая серия механических испытаний	81
4.2 Фрактографическое исследование изломов первой серии механических испытаний	88
4.3 Вторая серия механических испытаний	95
4.4 Фрактографическое исследование изломов второй серии механических испытаний	99
4.5 Третья серия механических испытаний	106
Выводы к главе 4	110
ГЛАВА 5. Исследования физико-химических процессов при пайке Al с композитным припоем Al-Si + флюс	112
5.1 Матрица термических испытаний образцов матричного Al и композитного припоя Al-Si + внедренный флюс	112
5.2 Исследование температур фазовых превращений методом ДСК	114
5.3 Результаты структурного анализа методами металлографии и СЭМ	116
Выводы к главе 5	124
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	127
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	129
ПРИЛОЖЕНИЕ А	141
ПРИЛОЖЕНИЕ Б	142

ВВЕДЕНИЕ

Для изготовления алюминиевых деталей со сложной геометрией наиболее часто применяется технология высокотемпературной пайки (ВТП), также известная в международной литературе как пайка твердым припоем (brazing technology). Область применения ВТП определяется ее промежуточным положением между низкотемпературной пайкой и сваркой. Преимуществом ВТП является повышенная термоустойчивость соединения, так как температуры плавления твердых и мягких припоев значительно отличаются, то соединение, выполненное ВТП, способно работать при более высоких температурах, сохраняя эксплуатационные свойства.

Основной сложностью при пайке алюминиевых сплавов является присутствие тонкого, но механически очень прочного, тугоплавкого поверхностного оксидного слоя, который препятствует металлургическому соединению деталей. Для предотвращения образования оксидов и последующего окисления соединения во время пайки используют флюсы, температура плавления которых ниже температуры плавления припоя. Флюсы химически преобразуют оксиды в легкоплавкие комплексные соединения, которые в дальнейшем в процессе пайки не препятствуют взаимодействию припоя с основным материалом. Для некоторых классов Al сплавов использование флюсов ограничено, поэтому используются диффузионно-активные припои, которые позволяют паять конструкции без использования флюсов. Совершенствование всех перечисленных выше технологий требует детального исследования процессов формирования микроструктуры в зоне паяного шва, физико-химических взаимодействий припоя и основного материала, механических свойств паяных соединений для улучшения режимов технологических процессов.

Актуальность темы исследования заключается в выборе режимов пайки и присадочных материалов для обеспечения формирования оптимальной микроструктуры в зоне паяного соединения, оценке прочностных свойств паяных швов, полученных с учетом различных температурных режимов пайки, позволяющих определить эксплуатационные характеристики паяных швов для сплавов марок АМг и АД с различным содержанием Mg.

В настоящее время ВТП применяется во многих отраслях промышленности, таких как машиностроение, авиастроение и космическая

отрасль. В автомобилестроении ВТП применяется для производства теплообменников или радиаторов транспортных средств. В авиастроении ВТП используется для изготовления ряда элементов фюзеляжа, крыльев, баков для топлива и криогенных жидкостей, корпусов ракет и других конструкций из алюминиевых, титановых, магниевых сплавов. Отметим, что для создания авиационных конструкций и аппаратов в основном используются материалы, имеющие сложные системы легирования, что не всегда позволяет использовать для изготовления сборных конструкций традиционные режимы пайки. В машиностроении и станкостроении пайка используется для закрепления элементов оборудования, подвергающихся ударным воздействиям и подверженных износу. В результате удается обеспечить смену рабочего элемента без проведения ремонта всего оборудования.

При использовании ВТП необходимо учитывать множество факторов, влияющих на конечные характеристики изделий. Большое количество протекающих физико-химических процессов требуют особого внимания при оптимизации режимов ВТП и применимости тех или иных материалов и сплавов. Дополнительно важными аспектами высокотемпературной пайки, которые также необходимо учитывать, являются процессы кристаллизации и структурообразования первичной микроструктуры. При этом режим термической обработки значительно влияет на процессы кристаллизации, что требует определения оптимальных параметров пайки. Следовательно, учет термического воздействия при пайке очень важен, так как это непосредственно влияет на механические свойства изготавливаемых изделий. Таким образом, вышеприведенный анализ показывает, что тема диссертации является актуальной и результаты исследования имеют важное практическое значение для совершенствования технологии ВТП Al сплавов, легированных магнием.

Степень разработанности темы исследования. В области ВТП алюминиевых сплавов, используемой в различных областях машиностроения, авиастроения и электроники, накоплен значительный научный задел. В 30-х годах XX века С.Н. Лоцманов занимался изучением проблем пайки Al и его сплавов и способствовал развитию и совершенствованию нового техпроцесса. Исследованием возможности пайки высоколегированных алюминиевых и магниевых сплавов занимался И.Е. Петрунин в начале 60-х годов. В настоящее время в области ВТП различных Al и Ti сплавов проведен большой объем исследований, как в РФ, так и за рубежом. Множество исследований в данной

области проводится в Союзе профессиональных паяльщиков имени С. Н. Лоцманова и институте ВИАМ в г. Москва. Разработкой и внедрением современных припоев и флюсов, а также исследованием свойств присадочных материалов для ВТП газотурбинных двигателей и горной промышленности занимается д.т.н. И. Н. Пашков. Проблемам бесфлюсовой пайки алюминия в криогенной технике посвящено много работ А. И. Смородина и Е. И. Сторчая. За рубежом активно занимаются проблемами пайки Al и Ti сплавов твердым припоем космического назначения. Большой вклад в развитие технологии ВТП внесли D.P. Sekulic, A.E. Shapiro (США), F. Hodaj, N. Eustathopoulos (Франция). Вопросами моделирования смачивания занимаются S. Mesarovic (США), D. Seveno (Бельгия).

Обоснование выбора объекта и предмета исследования. В настоящее время в различных отраслях промышленности широко используются сплавы алюминия. Один из основных методов соединения при создании конструкций из Al сплавов является ВТП. Для каждой системы Al сплавов существуют различные способы пайки и используются определенные присадочные материалы. К основным системам, которые используются в качестве припоев, можно отнести силумины, это до- и заэвтектические сплавы Al–Si с процентным содержанием кремния от 10 до 15 вес.%. Температура их плавления составляет порядка 600–620 °С при температуре плавления матричного алюминия 660 °С согласно фазовой диаграмме. Силумины обладают высокой жидкотекучестью и хорошо смачивают поверхность, не требуют особых условий пайки, для силуминов подобран универсальный раскисляющий флюс тетрафторалюминат калия $KAlF_4$.

Если рассматривать авиастроительные отрасли, там широко распространены сплавы системы AlMg или сплавы алюминий-магний-марганец (манганалии и авиали). Эти сплавы обладают высокой прочностью с сохранением пластичности, что немаловажно для создания конструкций авиационного назначения. Температурные режимы термообработки при пайке сплавов AlMg строго зависят от количества легирующих компонентов, в основном от количества магния.

Если для пайки алюминия с использованием сплавов системы Al–Si разработаны технологии и флюсы, полностью исключаящие проблемы охрупчивания и разупрочнения матричного материала, то для системы AlMg (Al–Mg–Mn) с содержанием Mg выше 3% множество влияющих на свойства

соединения факторов приводят к трудностям при ВТП. В первую очередь, многостадийный процесс раскисления поверхности сплавов алюминия с магнием требует особых знаний о химическом взаимодействии магния с другими элементами и его химической активности. Большинство флюсов, используемых на производствах сейчас, не позволяют паять сплавы с высоким содержанием магния.

Объектом исследования, перспективным для изучения, в качестве основного материала выбраны сплавы марки АМг. В качестве припоев для выбранного основного материала исследовались системы Zn–Cu–Al, Zn–Al на основе Zn с различной концентрацией дополнительных элементов. Для сравнения механизмов структурообразования систем с различным содержанием магния в матричном материале и различных методов пайки исследовалась система АД1 с припоем Al–Si и флюсом KAlF₄.

Предметом исследования являются процессы растекания припоя, формирования микроструктуры, протекающие при высокотемпературной пайке Al сплавов с различным содержанием Mg, а также их влияние на механические свойства образованного паяного соединения.

Целью работы является определение режимов пайки Al сплавов с содержанием Mg до 6 % для реакционно-контактного и реакционно-флюсового методов, обоснование выбора состава припоев, отработка режимов пайки для получения оптимальной микроструктуры и механических свойств паяного соединения.

С учетом этого сформулированы **задачи диссертационного исследования**:

1. Изучение процессов формирования микроструктуры с учетом температурных режимов при реакционно-контактной и реакционно-флюсовой пайке сплавов Al с различным содержанием Mg.
2. Механические испытания образцов, паяных внахлест при различных режимах пайки, для определения максимальных сдвиговых напряжений.
3. Фрактографический анализ изломов образцов после испытания на срез с целью выявления механизмов разрушения и влияния структурно-фазовых характеристик на механические свойства.

Научная новизна:

1. Впервые показано, что использование припоя Zn–2%Cu–1%Al для пайки Al сплавов с содержанием магния от 3 до 6 вес. % позволило получить

соединение с микроструктурой, обеспечивающей приемлемые механические свойства.

2. Получены новые данные о механизме структурообразования: при кристаллизации формируется зона столбчатых кристаллов твердого раствора Al(Zn) и Zn(Al), эвтектика ZnAl + β -Zn, эвтектоид α -Al + β -Zn + интерметаллид CuZn₅. При этом фазы, формирующиеся в эвтектической структуре, незначительно уменьшают пластичность паяного шва при сохранении его прочности.
3. Предложен механизм разрушения паяных соединений АМг, заключающийся в образовании трещины на границе областей с различным типом микроструктуры и ее распространению в основном материале вдоль паяного шва.
4. Предложена гипотеза, что флюс KAlF₄, внедренный в слой плакированного припоя Al-Si, приводит к подплавлению основного материала на стадии нагрева в температурном интервале 550-580 °С, что приводит к структурной однородности поверхностного слоя и увеличению его сплошности.

Практическая значимость:

1. Впервые предложены методические рекомендации для высокотемпературной пайки Mg-содержащих сплавов марки АМг с учетом возможных режимов пайки и присадочных материалов.
2. Разработан экспериментальный стенд для проведения пайки внахлест с регулируемыми скоростями нагрева и охлаждения в контролируемой атмосфере.
3. Экспериментально доказано, что припои на основе Zn-Cu-Al являются оптимальными для пайки сплавов марки АМг, поскольку обеспечивают формирование микроструктуры с оптимальными механическими свойствами.
4. Экспериментально показано, что прочность паяных соединений, полученных по разработанной методике, не снижается при эксплуатации в условиях низких температур до -80 °С.
5. Проведено исследование нового материала композитного припоя, содержащего раскислитель KAlF₄ как внедренный элемент в слой плакированного сплава Al₉₀Si₁₀.

6. Результаты исследования используются в учебном процессе при проведении лабораторных и практических работ по курсам “Металлография”, “Физико-химические методы анализа”.
7. На основе ключевых результатов внедрены методики пайки для производства научно-технического оборудования (Акт внедрения результатов кандидатской (диссертационной) работы Шутова Ильи Владиславовича ООО «Эковектор»). Разработанные методические рекомендации по способу пайки практически значимы в радиоэлектронной промышленности для подготовки корпусов конденсаторов, крепежа элементов радиоэлектронной аппаратуры (Акт оценки практической значимости результатов кандидатской (диссертационной) работы Шутова Ильи Владиславовича АО «Элеконд»).

Работа выполнена в рамках целевых работ «Реология алюминиевых расплавов в условиях микрогравитации» (шифр РЕАЛ) по заказу АО «ЦНИИмаш» (г. Королев) (итоговый отчет по ЦР РЕАЛ, 2023 г.).

Методология и методы исследования. Для решения поставленных задач использовались методы физического материаловедения и физики конденсированного состояния: дифференциальная сканирующая калориметрия (калориметр DSC 404C Netzsch) для определения температур и энтальпий фазовых переходов с целью выявления многостадийности процессов, протекающих при пайке; метод металлографии и сканирующая электронная микроскопия (сканирующий электронный микроскоп FEI Inspect S50 + энергодисперсионная приставка EDAX) для определения микроструктуры и химического состава для систем сплавов после пайки; рентгеноструктурный анализ образцов (дифрактометр ДРОН – 6) для выявления стехиометрического состава фаз, образующихся при термической обработке; механические испытания на растяжение (электромеханическая разрывная машина SHIMADZU); фрактографическое исследование поверхности изломов (оптический прямой микроскоп Levenhuk DTX 700 LCD + оптический инвертированный микроскоп Olympus + анализатор фрагментов структур твердых тел SIAMS 800).

Положения, выносимые на защиту (соответствуют пунктам паспорта специальности):

1. Результаты рентгеноструктурного анализа, сканирующей электронной микроскопии, дифференциально-сканирующей калориметрии паяных

образцов Al сплавов с высоким (3% и более) содержанием Mg, доказывающие определяющую роль интерметаллида CuZn_5 в составе формирующейся эвтектической структуры, для предотвращения охрупчивания зоны спая интерметаллидами Me_xMg_y .

2. Данные фрактографического анализа, объясняющие характер разрушения паяных соединений АМг6 при испытаниях на срез, протекающего с образованием протяженной трещины и вязко-хрупким разрушением по границе основного материала вдоль паяного шва.
3. Результаты металлографии, свидетельствующие об образовании переходного слоя “плакированный припой” – “основной материал” при использовании композиционных припоев с внедренным флюсом для пайки сплавов с низким (менее 1 %) содержанием Mg, заключающемся в формировании переходной зоны за счет плавления и распространения внедренного флюса.

Степень достоверности результатов подтверждается большим статистическим объемом экспериментальных данных, соответствием современным методикам обработки экспериментальных данных, согласованностью представленных результатов с данными других исследователей.

Личный вклад автора. Все результаты, составляющие научную новизну настоящей работы, получены автором лично. Во всех работах, выполненных в соавторстве, автор непосредственно участвовал в постановке конкретных задач, проведении измерений и интерпретации экспериментальных данных. ДСК измерения и анализ результатов осуществлялись совместно с Л.В. Камаевой. Механические испытания и фрактографический анализ выполнены совместно с М.Н. Королевым.

Апробация результатов работы. Ключевые положения и результаты диссертационной работы обсуждали на 6 международных конференциях и семинарах:

Всероссийская конференция «Кристаллизация 2019: компьютерные модели, эксперимент, технологии», г. Ижевск, (2019 г.); XIII Международная научно-практическая конференция “Пилотируемые полеты в космос”, г. Звездный, (2019 г.); XII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» по тематике «Современные аспекты в области исследований структурно-фазовых превращений при

создании материалов нового поколения», г. Москва, (2020 г.); IX Международная конференция «Кристаллизация 2022: компьютерные модели, эксперимент, технологии», г. Ижевск, (2022 г.); Международная научно-техническая конференция, посвященная 135-летию изобретения Н.Г. Славяновым электродуговой сварки плавящимся электродом, г. Пермь, (2023 г.); XX Международная научно - техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия», г. Москва, (2023 г.); семинар д.т.н. И.Н. Пашкова в Союзе профессиональных паяльщиков, г. Москва, (2023 г.); семинар д.т.н. Е.В. Никитиной в Московском авиационном институте, г. Москва, (2023 г.).

Публикации. Основные результаты по теме диссертации изложены в 10 печатных изданиях, из них 1 статья в журнале, рекомендуемом ВАК, 3 статьи, опубликованных в изданиях, индексируемых Scopus и/или Web of Science, 6 в трудах конференций и тезисах докладов.

Структура и объем работы.

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованных источников и двух приложений. Работа изложена на 142 страницах машинописного текста, содержит 14 таблиц и 59 рисунков. Библиографический список включает 110 наименований.

ГЛАВА 1. Основные аспекты применения метода высокотемпературной пайки в современном машиностроении

1.1 Методика пайки тугоплавкими припоями

Как было отмечено во введении, метод высокотемпературной пайки является одним из технических методов сопряжения металлических деталей друг с другом. Пайка тугоплавкими (твердыми) припоями считается промежуточным методом между низкотемпературной пайкой и сваркой. Метод в основном применяется для соединения тонкостенных деталей с большим количеством ребер, где другие методы не технологичны или сложны в использовании. Для большинства цветных металлов и сплавов предложены различные способы использования высокотемпературной пайки. Разработан набор способов нагрева, включающих рекомендации по использованию флюсов и присадочных материалов. Из способов нагрева можно выделить три основных:

- ручная пайка горелкой (технологическое название – “феефкой”);
- пайка погружением во флюс;
- печная пайка (вакуумная или в защитной атмосфере).

В большинстве случаев на практике используется нагрев с помощью горелки. Для этого способа не требуются особые технологические условия, место соединения нагревается открытым пламенем, после чего охлаждается на воздухе. Пайку горелкой обычно применяют для ремонтных работ, малых объемов производства, а также вместо сварки. Пайку выполняют такой же горелкой, которую в некоторых случаях применяют для сварки. Предварительно требуется хорошая подготовка поверхности стыка перед пайкой. Зазоры между поверхностями в соединении обычно выдерживают в диапазоне от 0,1 до 0,65 мм [2, 4]. Нагрев горелкой также применяется для наплавки твердосплавных покрытий режущих инструментов.

Основным недостатком нагрева горелкой является затрудненность регулирования и контроля температуры нагрева. Это, в свою очередь, способствует нарушению качества соединения и влияет на конечные

механические свойства. Локальный нагрев не будет существенно влиять на механические свойства изделия в целом, поэтому нагрев горелкой лучше осуществлять только для небольших конструкций. Преимущество нагрева пламенем горелки в том, что энергозатраты минимальны и нагрев осуществляется достаточно быстро.

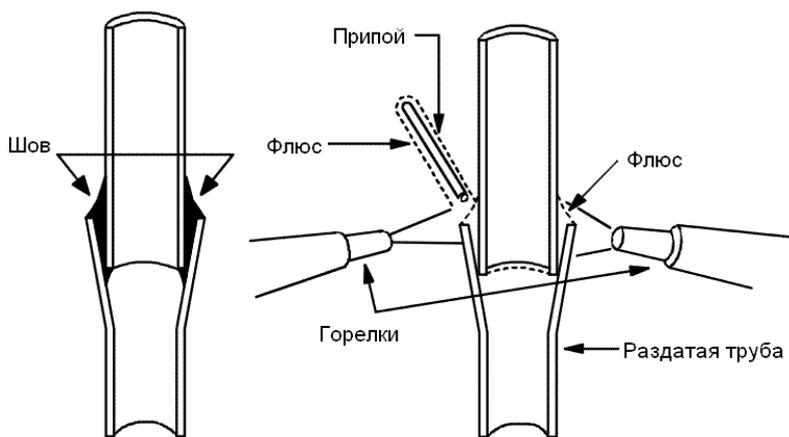


Рисунок 1 – Схематическое изображение пайки с помощью горелки [2, 4]

Алюминий при достаточно высоких температурах становится мягче, в результате изделие, которое подвергается пайке, под действием собственного веса и давления газа горелки может провиснуть. Особенно это относится к длинным горизонтальным деталям. Чтобы избежать этого, такие изделия каким-либо образом поддерживают снизу [2, 4].

О температуре пайки обычно судят по следующим признакам:

- по флюсу – становится прозрачным при температурах пайки;
- по поверхности алюминия – начинает светиться серебристым цветом;
- по тугоплавкому припою – размягчается и начинает плавиться.

Пайка алюминия погружением во флюс широко и успешно применяется на большинстве производств, особенно при изготовлении сложных конструкций. Этот метод создает быстрый и однородный нагрев и, кроме того, обеспечивает очень узкие размерные допуски. Детали перед пайкой подвергают очистке, собирают и плотно соединяют друг с другом вместе с установленным в месте соединения припоем. Всю эту конструкцию подогревают в печи, а затем погружают в расплавленный флюс на 1-2 минуты

(рисунок 2). При этом предварительный нагрев конструкции позволяет избежать падения температуры флюса в ванне.

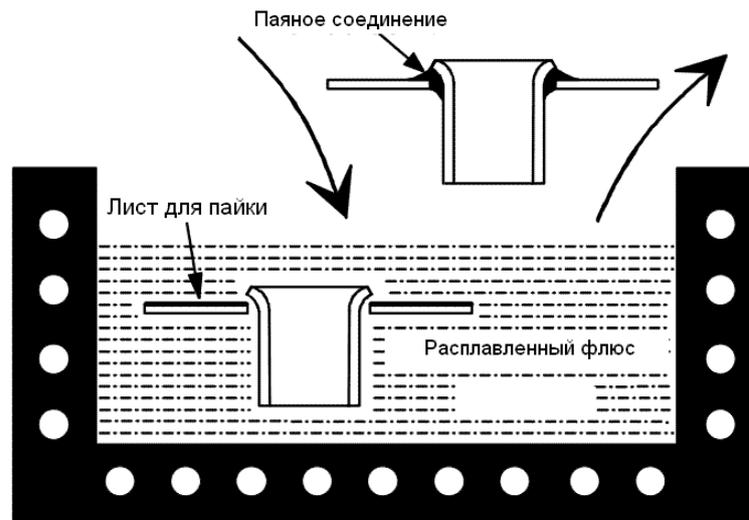


Рисунок 2 – Схематичное изображение метода пайки погружением во флюс [2, 4]

При пайке погружением во флюс температуру расплавленного флюса можно контролировать с точностью ± 3 °С. Это значительно лучше, чем при нагреве горелкой, но уступает другим более точным нагревательным методам. Это позволяет применять припой с температурой ликвидус, которая только на 5–6 °С ниже температуры солидус основного металла. Метод пайки погружением в расплавленный флюс является самым лучшим для соединения деталей с различными толщинами стенок и размеров. С другой стороны, этот метод требует большого расхода флюсов и более токсичен, также в основном используется для крупных конструкций [4].

Одним из недостатков этого метода является то, что требуется трудоемкая операция очистки изделия после пайки для удаления остатков флюса. Это накладывает также определенные ограничения на конструкцию изделия, чтобы избежать возможных воздушных пробок. Другим недостатком метода пайки погружением является то, что он создает значительные проблемы для окружающей среды. При пайке этим методом выделяются пары, которые обладают сильной коррозионной активностью, а также происходит выделение большого количества сточных вод. Поэтому этот метод находит все меньшее применение в промышленности в силу своей экологической

загрязненности.

Способ пайки твердыми припоями в печи (рисунок 3) является вторым по популярности после пайки погружением во флюс. Для промышленных масштабных производств целесообразно использовать нагрев с помощью индуктора и муфельных печей с инертной атмосферой или в вакууме. Детали перед пайкой подвергают очистке таким же способом, как и для других методов пайки. Поверхности под пайку обрабатывают флюсом, устанавливают припой в виде проволоки или малых чушек в местах пайки. Далее детали собирают в сборку и крепко фиксируют по отношению друг к другу фиксирующей проволокой. Часто конструкцию сборки выбирают таким образом, чтобы соединяемые детали фиксировали друг друга. Наглядным примером является сборка пластинчатого автомобильного радиатора, где ребра охлаждения фиксируются между двумя пластинами основания.

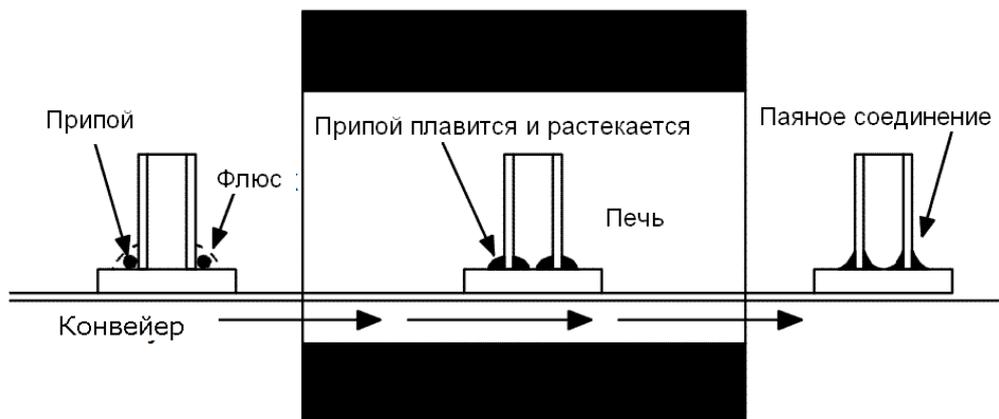


Рисунок 3 – Схематическое изображение конвейерной пайки в печи [2, 4]

Для пайки алюминия твердыми припоями применяют два типа печей: с загрузкой в печь партий изделий и печи непрерывного типа. Температуру печи контролируют в пределах ± 3 °С. Тепловая мощность печей должна быть достаточно большой, чтобы обеспечивать быстрый нагрев до температуры пайки. Это нужно для того, чтобы свести к минимуму проникновение легирующих компонентов в матричный металл, поскольку при продолжительности пайки более 5 минут протекает паразитная диффузия, что приводит к эрозии поверхности. После пайки изделие подвергают охлаждению

или, при необходимости, закалке.

При использовании метода высокотемпературной пайки, в первую очередь, важно равномерно нагреть поверхность матричного материала, ведь плавление припоя производится не за счет пламени, а за счет температуры паяемой поверхности. Нагрев в печи производится медленно, тем самым для оптимизации процесса необходимо выравнять температурные режимы пайки. При этом нагрев в печи или погружением в расплав флюса равномерен, но требует больших энергозатрат.

Альтернативным способом соединения тонкостенных деталей и различных агрегатов является индукционная пайка. При индукционной пайке быстрый нагрев места соединения деталей обеспечивается использованием энергии высокой концентрации [5]. Для защиты поверхности деталей от окисления используются твердые флюсы, с этой же целью индукционную пайку проводят в вакууме или в контролируемой атмосфере. Преимущества использования технологии индукционного нагрева для пайки различных конструкций из алюминиевых сплавов следующие: быстрый и равномерный нагрев соединения, уменьшающий вероятность окисления соединяемых поверхностей и коробления; избирательный разогрев, исключающий ступенчатую пайку с использованием припоев с разной температурой плавления; возможность получения соединения тонкостенных (0,65-1,4 мм) конструкций [5, 6]; возможность применения автоматического режима пайки; отсутствие концентраторов напряжений в связи с образованием плавной галтели в месте соединения деталей; упрощение, повышение производительности и чистоты производства по сравнению с пайкой во флюсовых ваннах и вакуумной пайкой [5].

При изготовлении деталей и узлов современных газотурбинных двигателей используется метод диффузионной пайки с использованием порошковых припоев из никеля и титана. Для создания рабочих лопаток, блоков сопловых аппаратов, коллекторов из жаропрочных никелевых сплавов невозможно использование метода сварки плавлением, так как это приводит к росту напряжений в околошовной зоне и образованию трещин [7, 8]. При

диффузионной пайке за счет взаимобмена легирующими компонентами припои теряют депрессанты (элементы, понижающие его температуру плавления) и это приводит к изотермической кристаллизации и формированию качественного шва [7, 8, 9].

1.2 Использование припоев и флюсов

Обычно изделия из алюминия с помощью пайки производят в промышленных цехах. Перед пайкой производится зачистка и обработка поверхности алюминиевых деталей для обезжиривания и удаления грязи. Данная операция не позволяет удалить слой оксида, поскольку сразу после механической обработки поверхности на ней снова появляется прочная оксидная пленка. Таким образом, для ее разрушения требуется применение специальных присадочных материалов, таких как флюсы или активные припои. Для этого в состав большинства припоев для пайки вводят химические элементы, которые почти не растворяют матричный алюминиевый сплав, но обеспечивают удаление оксидной пленки на соединяемых поверхностях. Поэтому для соединения алюминиевых деталей применяются как тугоплавкие припои на основе алюминия и цинка, так и легкоплавкие припои, созданные на основе кадмия и олова.

Более удобны в использовании составы припоев с температурой плавления в диапазоне 350-400 °С, с помощью которых процесс пайки можно проводить при температурах более низких, чем температура плавления основного материала, тем самым избежав больших изменений физико-химических свойств алюминиевого сплава. Существенным минусом применения соединений из олова и кадмия является их нестойкость к коррозии, что приводит к ускоренному разрушению материала. Наиболее часто применяются припои на основе алюминия с легирующими добавками кремния, цинка и меди. Самым простым из них является сплав алюминия с кремнием Al-Si. Сплавы до- и заэвтектического составов с процентным содержанием кремния от 10 до 17 ат.% применяются для промышленной пайки алюминия. Пониженные точки плавления получают – при некоторой потере в

коррозионной стойкости – путем добавок меди и цинка [10].

При пайке с применение горелки обычно применяют припой с температурой ликвидус как можно ниже, чем температура солидус основного металла. Поскольку в этом случае температурный контроль затруднен, то большая разница температур плавления снижает вероятность случайного подплавления основного металла. Когда необходимо получить плотный паяный шов, то выбирают припой с коротким интервалом плавления – минимальной разницей между температурами ликвидус и солидус. Например, сплав Al-12at.%Si имеет интервал между температурами ликвидус и солидус всего 5,5 °С. Этот припой является эвтектическим и быстро переходит из твердого в жидкое состояние, что сильно сокращает время пайки. В результате это положительно сказывается на качестве паяного шва. Такой припой особенно подходит для создания тонких паяных швов [4, 11].

Вторым по применимости припоем в промышленных масштабах является сплав цинка с алюминием Zn–Al. Цинк среди других легкоплавких металлов (олова, свинца, кадмия) имеет наиболее высокую температуру плавления (419 °С). Образование эвтектики с алюминием сильно снижает температуру начала плавления до 380-390 °С. При легировании цинка кадмием, оловом, алюминием температура плавления понижается вследствие образования легкоплавких эвтектик. Наиболее сильно снижается температура начала плавления при легировании цинка оловом (199 °С); эвтектика Zn–Cd плавится при 266 °С, а эвтектика Zn–Al при 382 °С [10]. При введении в цинк серебра или меди температура плавления цинковых сплавов вследствие образования перитектики повышается. В настоящее время изучены и применяются в качестве припоев некоторые цинковые сплавы с алюминием, кадмием, медью, серебром, оловом, свинцом, температура расплавления, которых находится в интервале 340-480 °С. Цинковые припои имеют ряд особенностей, определяющих их применение. Подавляющее большинство припоев на цинковой основе отличается относительно низкой пластичностью, невысокой прочностью и плохой способностью к растеканию и затеканию в зазор. Легирование цинка оловом, алюминием, кадмием приводит не только к

снижению температуры начала и конца затвердевания припоев, но существенно влияет на их механические свойства. Так, например, среди сплавов Zn–Sn наиболее прочны и достаточно пластичны сплавы, содержащие 20–30 % Sn. Однако эти сплавы имеют большой интервал кристаллизации (199–375 °С) и, что особенно важно, низкую температуру солидуса и поэтому неперспективны для пайки соединений, работающих в условиях нагрева до температур 200–250 °С. В литературе [10, 12] показано, что относительное удлинение цинковых сплавов с оловом (20—25 % Sn) в значительной степени зависит от скорости охлаждения при затвердевании. Относительное удлинение сплава, отлитого в кокиль, подогретый до температуры 200 °С, составляет 5,2 %. Припой системы Zn–Cd отличаются весьма низкой пластичностью даже в том случае, когда содержание в них кадмия достигает 40 % (П300А). Малопластичны и сплавы цинка с алюминием, близкие по составу к эвтектике Zn – 5 % Al ($t_{пл} = 380$ °С). Пластичность припоев на основе цинка, легированных алюминием, и паяных ими соединений может быть несколько повышена при введении в них 1–5 % Al, при этом температура плавления припоя понижается примерно на 20 °С. Относительно пластичны сплавы цинка с небольшими количествами меди (< 3 %), что позволяет прокатывать их в фольгу [13, 14]. Технологические характеристики цинковых припоев существенно зависят от состава паяемого металла. При пайке цинковыми припоями теплостойкость паяных соединений алюминия меньше, чем при пайке кадмиевыми припоями. В работах [15, 16] широко исследовались особенности растекания припоев на основе Zn–Al и температурные режимы пайки различных Al сплавов цинковыми припоями. Особый интерес вызывает технология ультразвуковой пайки, позволяющая эффективно затекать и взаимодействовать припою с основным материалом. Важным параметром для выбора припоев под определенные марки сплавов является температура схватывания. Данный параметр в основном зависит от химического состава припоя, так повышение концентрации Al в Zn – припое увеличивает его температуру схватывания. Показано, что Al в составе цинковых припоев повышает их ползучесть и способствует лучшему затеканию припоя в зазор.

Температура и режимы пайки Zn–Al припоями влияют на образование усадочной пористости в шве.

Одним из способов предотвращения образования прослоек интерметаллидов по границе паяемого металла и припоя в результате их химического взаимодействия является легирование припоя элементами, имеющими большее химическое сродство к паяемому металлу, чем основа припоя. Цинковые припои с кадмием, алюминием и медью применяют чаще всего для пайки алюминиевых сплавов. Важнейшее их преимущество — относительная легкоплавкость и хорошая коррозионная стойкость паяных ими соединений, особенно паяных цинковыми припоями, легированными алюминием и медью. Цинк с алюминием образует эвтектику и широкую область твердых растворов [3, 17].

Цинковые припои для уменьшения эрозионного действия на алюминиевые сплавы легируют элементами, снижающими их температуру плавления и имеющими низкую предельную растворимость алюминия при температурах пайки. К таким элементам относятся, например, олово и свинец. Однако свинец в отличие от олова, образующего с цинком эвтектику, химически слабо взаимодействует с цинком. Введение в цинковые припои алюминия и кремния улучшает их плотность и повышает смачивающую способность по отношению к алюминию при пайке [17].

При пайке алюминиевых сплавов, в частности технического алюминия, самым широко используемым припоем является сплав Al–Si, силумин [1, 4]. Материал силумин представляет собой сплав, состоящий из алюминия с кремнием. В большей мере используются доэвтектические и эвтектические сплавы с процентным содержанием от 10 до 12 ат.% кремния. Реже используются заэвтектические с содержанием кремния до 17 ат.% [3, 17]. Также в силумине, в зависимости от марки, может присутствовать небольшое количество добавок железа, меди, калия, цинка, титана и других элементов. Все марки силуминов характеризуются высокими литейными свойствами благодаря малой усадке, значительной жидкотекучести и простоте сваривания. В процессе производства силумина методом литья не образуются трещины.

Сплав демонстрирует высокую стойкость к коррозии, достаточную прочность и износостойкость.

Учитывая незначительное различие в растворимости кремния, входящего в состав, при низких и высоких температурах сплавы малопригодны для упрочнения методом термообработки. По данной причине свойства силумина принято повышать методом модифицирования [3, 17]. Модифицирование представляет собой обработку жидкого сплава незначительным количеством натрия или калия, либо солями этих элементов. Этот процесс обеспечивает уменьшение частиц эвтектической смеси благодаря способности компонента обволакивать кремниевые кристаллы, препятствуя их росту. Благодаря низкой стоимости, сочетающейся с технологичностью, силуминовые сплавы чрезвычайно широко применяются при производстве самых разных деталей, начиная от компонентов бытовой техники и заканчивая узлами, применяемыми в авто- и самолетостроении. Силумины интересны тем, что эвтектика имеет небольшое содержание кремния (рисунок 4), и прочностные свойства сплавов с эвтектикой достаточны для практического использования. Силумины применяют в литом виде, хотя в настоящее время достижения технологий литейного производства позволяют создавать и деформируемые силумины.

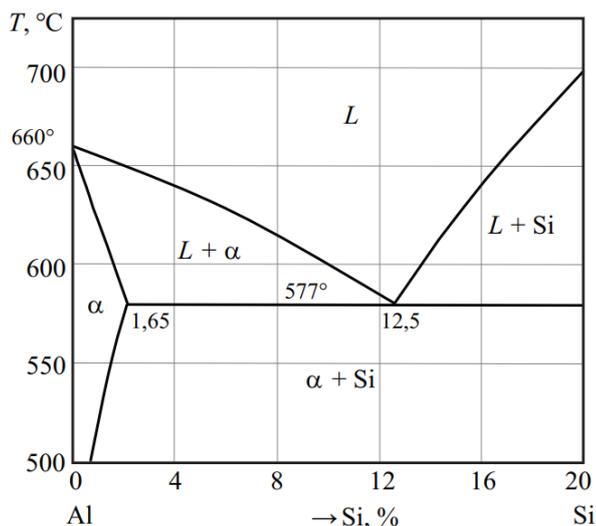


Рисунок 4 – Фазовая диаграмма системы Al–Si [17, 18]

Как и все сплавы с эвтектикой, силумины можно классифицировать по

структуре: доэвтектический, эвтектический, заэвтектический. Эвтектический сплав представляет собой пластинчатую эвтектику кристаллов кремния и твердого раствора кремния в алюминии; доэвтектический сплав состоит из дендритов твердого раствора кремния в алюминии и эвтектики в междендритном пространстве; структура заэвтектического сплава – кристаллы избыточного кремния и эвтектика. Силумины слабо упрочняются термической обработкой, однако режимы пайки сильно влияют на конечные механические характеристики деталей, паяемые силуминами [19, 20]. Свойства силуминов существенно зависят от технологии, чем и пользуются на практике. Основным вопросом для системы Al–Si – размер и морфология кристаллов кремния как эвтектического, так и избыточного. Если концентрация кремния в сплаве немного больше эвтектической, то его структура в основном состоит из эвтектики и первичного кремния.

Сплав можно сделать доэвтектическим путем модифицирования. Если в сплав ввести до 1% смеси NaF+NaCl, то точка эвтектической кристаллизации сместится в сторону больших концентраций кремния и более низкой температуры кристаллизации и структура сплава кардинально изменится [4, 19]. Избыточный кремний после модифицирования пропадает, а кремний в эвтектике измельчается. Поэтому механические свойства сплава изменятся: предел прочности сплава с 13% Si повышается от 140 до 180 МПа, а относительное удлинение – от 3 до 8%.

Время нахождения системы в расплавленном состоянии резко влияет на характерный размер эвтектики и первичных кристаллов кремния [21]. Изменяя времена выдержки расплава, можно изменять размер эвтектической микроструктуры и тем самым менять механические свойства изделий. Плавку силуминов при пайке проводят под слоем флюса, обычно состоящего из фторсодержащих комплексных солей на основе калия или натрия. Потери алюминия в этой операции происходят, главным образом, вследствие окисления металла кислородом воздуха в силу высокого сродства алюминия к кислороду, а также физико-химического взаимодействия алюминия с компонентами, входящими в состав флюса. Наибольшие потери на окисление

алюминия связаны, главным образом, с поверхностными явлениями на границе раздела фаз: “флюс — окись металла — металл”. Поэтому главным условием, обуславливающим уменьшение потерь металла на окисление при плавке силумина, является полнота удаления окисных пленок с поверхности металла [22, 23].

Долгое время в промышленности использовались хлоридные флюсы, содержащие некоторое количество фтористого кальция, они растворяли пленки окиси алюминия и тем самым способствовали хорошему смачиванию поверхности расплавом металла. Однако такие флюсы приводили к большим потерям металла при пайке, что способствовало сильной эрозии места соединения. В настоящее время универсальными флюсами считаются комплексные соли – фторалюминаты, они все чаще используются при пайке алюминиевых сплавов припоями на основе Al–Si. Удаление окисных пленок с поверхности металла связано с адсорбцией твердых частичек окиси алюминия расплавленным флюсом [4, 22]. При проведении опытов по смачиванию поверхности расплавом алюминия под действием флюса было замечено, что окисные пленки, покрывающие поверхность, под действием флюса начинают соскальзывать с поверхности металла в виде шлаков [24]. Это позволило сделать вывод о том, что флюс достаточно хорошо смачивающий окись алюминия, адсорбирует последнюю и тем самым способствует слиянию отдельных капель алюминия. Для того чтобы хорошо протекал процесс адсорбции окисных пленок флюсом необходимо, чтобы межфазное натяжение σ_{MT} расплавленного металла на границе с твердыми частицами окиси алюминия было больше суммы межфазных натяжений $\sigma_{\text{MФ}}$ и $\sigma_{\text{ФТ}}$ на границах «флюс—расплавленный металл» и «флюс—твердая частица» соответственно:

$$\sigma_{\text{MT}} > \sigma_{\text{MФ}} + \sigma_{\text{ФТ}}.$$

При этом особенно важно увеличение значения σ_{MT} , т.е. межфазного натяжения металла на границе с твердыми частицами оксида. Было отмечено [25, 26], что степень смачивания окиси алюминия расплавленным металлом в присутствии флюсов меняется и зависит от их поверхностных свойств.

На процессы кристаллизации сильно влияют параметры смачивания и

окисления в процессе пайки. В работах [27] исследованы процессы быстрого поверхностного окисления капли расплава алюминия в момент смачивания им подложки. Экспериментальные и численные расчеты позволяют оценить кинетику окисления алюминия в реальных условиях пайки, а также имеют потенциальное применение для оценки смачивания расплавами цинка, олова, магния на различных подложках [27]. Численные расчеты для процесса течения расплава припоя в земных условиях и условиях микрогравитации смогли помочь в реализации экспериментальных испытаний по пайке в космосе [28]. Исследования в рамках космических экспериментов по смачиванию Al–Si припоем подложки из технического алюминия и моделирование процессов капиллярного течения припоя позволили выделить особенности технологии пайки в космосе и предпосылки развития технологии ремонта космических аппаратов [29, 30, 31]. Технология пайки применяется не только в области машиностроения, но также имеет перспективы внедрения в медицинских технологиях. Например, в области лазерной пайки и аддитивных технологий широко применяются сплавы Zn, как перспективные материалы для создания биосовместимых композитов для выращивания костей [31].

1.3 Сплавы марки АМг

Сплавы алюминия с магнием принято называть магналиями. Сплавы АМг6 и АМг5 – это магналии высокой пластичности и средней прочности, они обладают хорошей коррозионной стойкостью, хорошо обрабатываются резаньем и давлением. В отличие от АМг2 и АМг3, стойкость к коррозии у АМг6 и АМг5 ниже, а прочность и характеристики для механической обработки лучше, благодаря чему они применяются в производстве авиационных деталей и в космической отрасли. Магний образует с алюминием α -твердый раствор (рисунок 5), и в области концентраций от 1,4 до 17,4 масс.% Mg происходит выделение вторичной β -фазы (Mg_2Al_3) [3]. Сплавы, содержащие до 7% Mg, дают очень незначительное упрочнение при термической обработке, поэтому их упрочняют холодной пластической

деформацией. Чем больше степень холодной деформации, тем значительно будет расти прочность и снижаться пластичность. В зависимости от степени упрочнения различают сплавы нагартованные (80% наклепа) и полунагартованные (40% наклепа) [20, 32].

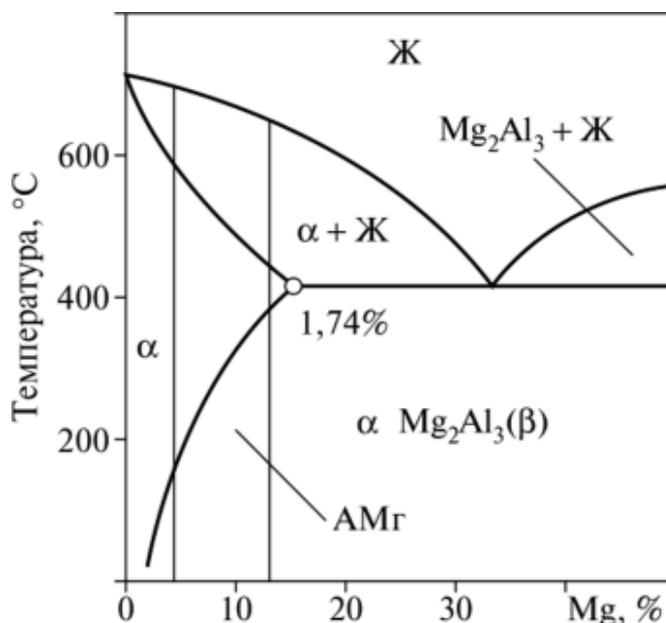


Рисунок 5 – Область диаграммы состояния бинарной системы Al–Mg с содержанием Mg до 40 масс.%. Выделенная область соответствует содержанию Mg в сплавах АМГ [3, 18]

Из алюминиевых сплавов предъявляемым требованиям для авиастроения удовлетворяют сплавы Al–Mg–Si и Al–Mg–Cu, по зарубежной классификации это сплавы серий бxxx и 5xxx соответственно. Эти сплавы при низком или среднем уровне прочности обладают высокой коррозионной стойкостью, хорошей пластичностью, свариваемостью. Эти сплавы легко поддаются холодной гибке, штамповке и глубокой вытяжке. Системами легирования сплавов серий бxxx и 5xxx являются Mg, Si, Mn и редко Cu, они повышают коррозионную стойкость, не снижая пластичности, увеличивают прочность и способствуют повышению свариваемости [33, 34]. В России конструкции, изготавливаемые с применением холодной листовой штамповки и сварки, выполняются преимущественно из сплавов системы Al–Mg марок АМГ2, АМГ3. Сплавы данных марок обладают относительно низкой прочностью, по сравнению с АМГ6, сварные детали не являются вакуум-

плотными при изготовлении из листов толщиной 2 мм, склонны к наклепу в процессе деформации и формообразования, формированию деформационных полос при растяжении. Сплавы системы Al–Mg–Si обладают более высокими прочностными характеристиками по сравнению со сплавами AMg2, AMg3, но обладают низкой способностью к формообразованию при холодной деформации. Отмечается [35, 36], что на параметры структуры в алюминиевых сплавах существенное влияние оказывают переходные (Fe, Zr, Ti), а также щелочные и щелочно-земельные металлы, например Ca. Сплавы Al–Mg–Si с различными системами легирования, например, с кальцием, обладают повышенной (в сравнении с листами из группы AMg) технологической пластичностью при холодной листовой штамповке, при этом не нагартовываются при деформации, тогда как при изготовлении деталей из сплавов AMg2, AMg4 и AMg6 требуется проводить межоперационные отжиги из-за наклепа материала [34, 37]. Для избавления от эффекта нагартовывания при пластической деформации сплава AMg6 требуется несколько отжигов, это позволяет повысить технологическую пластичность сплава.

Магний существенно упрочняет алюминий. Каждый процент (по массе) магния повышает прочность алюминия примерно на 30 МПа. Относительное удлинение сохраняется достаточно высоким при увеличении содержания магния (до 11÷12% Mg). Сплавы, содержащие до 8 % Mg, термически не упрочняются. Лишь при содержании более 8 вес. % Mg сплавы системы Al–Mg упрочняются в результате термической обработки. Однако деформируемые сплавы со столь высоким содержанием магния не применяют в силу их особенностей. При повышенной концентрации магния (более 6 вес. %) резко ухудшается коррозионная стойкость, сплавы становятся склонными к коррозии под напряжением. Причиной развития коррозии под напряжением является образование по границам рекристаллизованных зерен ободков выделений β-фазы. Для того чтобы улучшить прочностные характеристики, сплавы системы Al–Mg дополнительно легируют марганцем, хромом, титаном, кремнием или ванадием [38]. Ценность сплавов системы Al–Mg определяется сочетанием удовлетворительной прочности, высокой

пластичности, очень хорошей коррозионной стойкости и свариваемости. Все эти качества обусловили широкое применение алюминиево–магниевого сплава АМг6 – наиболее прочного из числа термически неупрочняемых сплавов. При добавлении в сплав Al–Mg кремния Si образуется еще один сплав, который называется авиаль. Этот класс сплавов, в силу своего названия, применяется в основном в авиационной промышленности [39].

По химическим свойствам сплавы АМг не сильно отличаются от большинства сплавов алюминия. Единственным минусом при сварке и пайке сплавов системы АМг является образование твердых вторичных интерметаллидных фаз, включая Al_2Mg . Использование криолитовых флюсов при пайке АМг способствует образованию фтор-магниевого соединения, которые в дальнейшем негативно влияют на механические свойства деталей. Таким образом, основной проблемой при пайке сплавов АМг является устранение образования интерметаллидных фаз и комплексных соединений. Для этого разрабатываются специальные флюсы и присадочные материалы, которые при пайке позволяют припою легко распространяться в месте стыка и не позволяют магнию и легирующим добавкам образовывать твердые соединения [4, 40].

Пайка сплавов АМг практически не реализуется в промышленных масштабах, так как в основном используется метод сварки или наплавки плазменным пучком. При высокотемпературной пайке сплавов АМг могут быть использованы припои с высоким содержанием цинка, но и при их использовании есть некоторые технологические ограничения [13, 14, 15, 16]. Алюминиевую проволоку для улучшения ее смачиваемости при пайке иногда гальванически покрывают цинком, оловом или другими металлами, на алюминиевую деталь могут наносить одно или несколько гальванических покрытий. Толщина гальванических покрытий должна превышать высоту неровностей паяемой поверхности. Температура нагрева при пайке должна быть выше температуры образования эвтектики Al–Cu. После покрытия поверхности алюминия очень тонким слоем серебра возможна бесфлюсовая

пайка погружением паяемого изделия в жидкий цинк или цинковые припои, которые хорошо смачивают посеребренную поверхность алюминия. Сплавы типа Al–Mg при содержании 0,5 вес. % Mg в нагартованном состоянии особенно подвержены межзеренному проникновению в них легкоплавких припоев. Поэтому эти сплавы перед низкотемпературной пайкой необходимо отжигать при температуре выше температуры рекристаллизации [41].

Бесфлюсовая пайка алюминиевых конструкций для криогенной техники в настоящее время осуществляется в вакууме и атмосфере аргона с использованием геттера в виде пористого титана. Одним из вариантов вакуумной технологии пайки является способ, позволяющий вести процесс при нагреве в вакууме с остаточным давлением менее 10 Па и использовать в качестве припоя силумины без магния. Переход к низкому вакууму возможен: (а) благодаря применению вспомогательного контейнера с затвором, уплотненным титановой губкой, (б) с введением паров магния из навески, которая размещена в затворе под губкой, выполняющей функцию неиспаряемого геттера. Этот способ позволяет осуществлять пайку на более простом оборудовании и перспективен при изготовлении негабаритных изделий [42].

В области пайки титановых сплавов себя хорошо зарекомендовали сплавы Al–Mg, используемые в качестве припоев. Вакуумная пайка титановых сплавов с использованием AlMg6 в качестве припоя показала, что в процессе пайки отсутствует необходимость в использовании Mg – геттера, так как магний начинает испаряться, что обеспечивает удаление оксидной пленки с поверхности и смачивание основного материала [43, 44].

Высокотемпературная пайка алюминия и его сплавов в печах осуществляется главным образом контактно – активными припоями или методом реакционно-контактной пайки. Реакционно-контактное взаимодействие расплава и подложки широко описано в работах [45, 46]. Контактное взаимодействие жидкого металла и твердого субстрата сопровождается несколькими этапами взаимодействия: формированием гребней, взаимной диффузией и химическими реакциями. Исследования в

этой области позволили объяснить процессы адгезии на границе расплавленной подложки, механизмы формирования переходной зоны в поверхностном слое подложки и капиллярную эволюцию границ раздела между разнородными металлами [45, 46]. При высокотемпературной пайке алюминиевых сплавов в конвейерных печах важно применение реакционно-активных флюсов, которые непосредственно предварительно наносятся на стыкуемые конструкции. Характерно, что для этой цели применяют главным образом припои на основе алюминия Al–Si, Al–Zn, Al–Cu–Si, Al–Mg–Si. Совместимость сплавов с такими припоями характеризуется степенью химической эрозии, пористости и охрупчивания при контакте их с жидкими припоями. Выше температуры 500 °С растворимость алюминия в цинке резко возрастает: значительной величины достигает растворимость алюминиевых сплавов в припоях П575А, 590А, эвтектическом силумине [17]. В соединениях из сплава АМг, паяных эвтектическим силумином, при больших выдержках (> 25 мин) могут появиться достаточно резко выраженные усадочные трещины в галтельных участках швов [47]. Длительные выдержки при пайке цинковыми припоями приводят к утолщению галтельных участков швов, обусловленные обратной ликвацией эвтектики Zn–Al. Поэтому пайка алюминиевых сплавов припоем должна быть кратковременной (не более 5 минут) [40].

Прочность соединений из сплава АМц (Al–Mn), паяных припоями на основе меди и цинка при достаточной нахлестке (3-4 толщины листа), приближается к прочности паяемого металла, а температура распайки становится на 50-100 °С выше температуры плавления припоев вследствие повышения температуры ликвидуса. Если после пайки изделие должно быть подвергнуто анодированию и при этом цвет паяного шва не должен отличаться от цвета паяемого металла, то не следует применять цинковые (П425А, П480А) и алюминиевые припои, легированные значительными количествами кремния или меди, так как швы чернеют при анодной обработке [40]. С ростом предельной растворимости алюминия в припоях с повышением температуры процесс подплавления его под оксидной пленкой и разрушения последней становится все более активным. Вероятно, при пайке с галогенидными

флюсами возможно и электрохимическое разрушение оксидной пленки через ее несплошности в результате электрохимического растворения паяемого металла в электролите — расплаве флюса [4].

1.4 Сравнение различных марок сплавов Al по паяемости

Флюсовая высокотемпературная пайка алюминия и его сплавов готовыми припоями может быть выполнена с локальным нагревом в пламени паяльных горелок, ТВЧ и общим нагревом в печах и погружением во флюсовые ванны. Для высокотемпературной пайки алюминия с низким содержанием магния наиболее широкое применение нашли припой 34А или Al–Cu–Si, а для сплава АД1 эвтектический силумин Al–Si [1, 40]. Для сплавов с высоким содержанием магния могут использоваться припой на основе Zn [15, 16]. Предельно допустимые температуры технологического нагрева и ресурс работоспособности при повышенных температурах паяных соединений металлов, образующих хрупкие интерметаллиды с магнием, ограничены главным образом температурной зависимостью продолжительности периода процесса образования промежуточных фаз. Например, в сплавах АМг3 и АМг6 такими фазами являются AlMg, Al₂Mg, AlMg₃ и другие [35]. Время выдержки при высоких температурах сплавов АМг3 и АМг6 сильно влияет на образование микроструктуры при пайке. Большое время выдержки способствует росту интерметаллидных фаз с магнием, которые, в свою очередь, охрупчивают соединение. Практически все алюминиевые сплавы, так или иначе, могут быть подвергнуты пайке различными припоями. Однако их химический состав сильно влияет на легкость пайки, тип припоя, применяемый метод пайки и способность паяного изделия выдерживать различные нагрузки в эксплуатации.

Относительная способность к высокотемпературной пайке основных деформируемых алюминиевых сплавов выглядит следующим образом:

- отлично паяются: 1100 (АД), 1200 (АД), 1235 (≈АД1), 1350 (АД0Е), 3003 (АМц);
- хорошо паяются: 3004 (Д12), 5357, 6061 (АД33), 6101, 7072, 8112;

- средне паяются: 2011, 2014, 2017 (Д1), 2117 (Д18), 2018, 2024 (Д16), 5050, 7005 (1915);
- плохо паяются: 5052 (АМг_{2,5}), 5056 (\approx АМг₅), 5083 (АМг_{4,5}), 5086 (АМг₄), 5154 (\approx АМг₃), 7075 (\approx В95).

Сплавы, которые содержат более 1% магния, нельзя удовлетворительно паять с применением органического или канифольного флюса, а сплавы с более чем 2,5 % магния – с активными флюсами. Сплавы, которые содержат более 5-6 % магния, практически нельзя паять ни с каким флюсом [10, 12, 40].

При пайке алюминиевых сплавов, содержащих более 0,5 % магния, расплавленные оловянные припои проникают между зернами металла. Цинк также способен проникать по границам зерен между зернами алюминий-магниевых сплавов, но уже при содержании магния более 0,7 %. Это межзеренное проникновение усугубляется наличием внешних и внутренних напряжений. Алюминиевые сплавы, Al–Mg–Si, менее подвержены межзеренному проникновению, чем бинарные Al–Mg сплавы. Алюминиевые сплавы, содержащие медь или цинк в качестве основных легирующих элементов, обычно также содержат достаточное количество других элементов. Большинство этих сплавов подвержены межзеренному проникновению припоя, что приводит к появлению внутренних напряжений, поэтому их обычно не паяют. Термически упрочненные сплавы обычно имеют более толстую оксидную пленку чем та, которая возникает естественным образом [22, 23]. Эта пленка затрудняет пайку большинством припоев и флюсов. Для таких сплавов обычно перед пайкой применяют химическую подготовку поверхности травлением.

Алюминий с большинством легкоплавких элементов, составляющих основу легкоплавких припоев (Sn, Pb, Cd, Bi, In, Li, Na), образует монотектические диаграммы состояния с весьма слабой взаимной растворимостью компонентов (кроме цинка, образующего с алюминием эвтектику при температуре 382 °С (рисунок 6) и широкую область твердых растворов со стороны алюминия и олова) [3, 18].

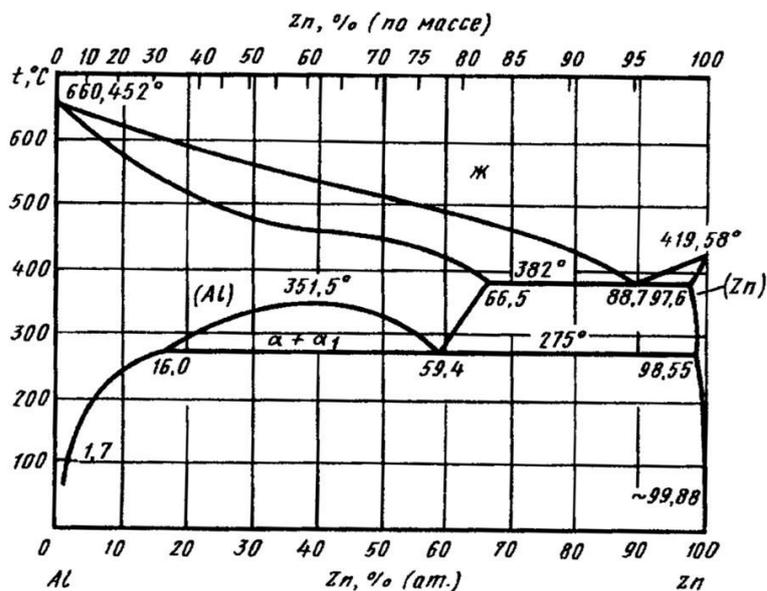


Рисунок 6 – Фазовая диаграмма бинарной системы Al–Zn [3, 18]

Поэтому низкотемпературная пайка алюминия и его сплавов применяется весьма ограниченно. Большинство легирующих компонентов в алюминиевых припоях, таких как Zn, Cu, Mn, Mg, Ti, имеют с алюминием высокое химическое сродство и образуют химические соединения, образующие эвтектики [18, 20]. Данные элементы являются высокотемпературными, поэтому пайка с использованием сплавов на основе этих элементов применяется не так ограничено. Такой компонент алюминиевых припоев как кремний образует с алюминием сплавы с простой, относительно пластичной эвтектикой. Наиболее прочной является эвтектика с серебром ($\sigma_{\text{в}} = 24,4$ МПа), а затем по мере убывания прочности располагаются эвтектики Al–Si–Cu, Al–Cu; Al–Ni, Al–Mg–Si. Наименее прочной является эвтектика Al–Mg–Cu ($\sigma_{\text{в}} = 7,5$ МПа) [48, 49].

Алюминий плохо смачивается припоями, пригодными для пайки сталей и медных сплавов, которые уже давно изучены и применяются в настоящее время. Пленка оксида, образовавшаяся на воздухе на поверхности алюминия при 20°C , состоит из двух слоев. Внутренний слой оксида, прилежащий к металлу (барьерный), — компактный, с недостроенной кристаллической решеткой, т.е. аморфный, который может перейти в кристаллическую модификацию после длительной выдержки на воздухе или после двухчасовой

выдержки при температуре свыше 20 °С [22, 23]. Наружный слой так называемой воздушно-оксидной пленки состоит из более проницаемого пористого оксида, его толщина зависит от продолжительности реакции и влажности окружающей атмосферы, он менее прочный в силу своей несплошности.

1.5 Формирование и характеристики оксидной пленки

Длительная выдержка при температуре до ~500 °С приводит к образованию аморфного оксида [23, 40]. После выдержки при температуре до 475 °С в течение 10-12 часов или после выдержки при температуре 500 °С в течение 1-2 часов наблюдается частичный переход оксида в кристаллическое состояние [40]. Длительное окисление при температуре свыше 475 °С ведет к полному переходу оксида в кристаллическое состояние [40]. После погружения в воду при температуре 60 °С на поверхности алюминия мгновенно образуется пленка байерит ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) или гидрат окиси алюминия. При контакте с водой на поверхности алюминия образуется также гидроксид алюминия. Состав и структура оксидной пленки, покрывающей алюминий, обуславливают ее свойства. При температуре 20 °С теоретическая плотность $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ составляет 3,97 г/см³.

В интервале температур 0-100 °С средний коэффициент линейного расширения оксида алюминия $\alpha = (6-8) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ при значении для металлического Al $\alpha = 24 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Температура плавления оксида $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ составляет 2045 °С. Коэффициент его теплопроводности при температуре 20 °С составляет $\lambda = 30,145 \text{ Вт/(м}\cdot^\circ\text{C)}$. Давление паров $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при температуре его плавления равно 455 Па; давление диссоциации $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при температуре 2000 °С – $1,33 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$, т.е. оксид Al_2O_3 практически не восстанавливается в используемых для этой цели газообразных средах и не испаряется при пайке. Этот оксид устойчив к действию воды и кислот.

На поверхности сплавов Al–Mg (с 2,8-8 % Mg) при нагреве до 120 °С образуется пленка аморфного оксида Al_2O_3 , при 120 - 350 °С — $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. При нагреве выше 400 °С растет двухслойная оксидная пленка: сверху оксид MgO,

а под ним $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, что обусловлено большим давлением паров магния. Вследствие перестройки кристаллической решетки и изменения физических свойств при нагреве до температуры пайки в оксиде алюминия возможны местные нарушения ее сплошности и другие дефекты, по которым может происходить контакт паяемого металла с жидким припоем [22, 23, 40].

Для изготовления паяных конструкций в настоящее время среди промышленно выпускаемых термически упрочняемых сплавов наиболее широкое распространение находят сплавы типа «авиалей», легированные кремнием, магнием и медью [50]. Для обеспечения высоких механических свойств полуфабрикаты из данных сплавов, как правило, подвергаются термической обработке, включающей закалку и искусственное старение. Однако на стадии нагрева под пайку происходит растворение закалочных структур и резкое снижение механических свойств паяных конструкций, что требует проведения после пайки дополнительной термической обработки для увеличения прочности. Другой проблемой при пайке данных сплавов является склонность некоторых марок к самозакаливанию на воздухе. В результате при охлаждении больших корпусных конструкций происходит неравномерный теплоотвод от различных участков, формирование областей с закалочными структурами и возникновение внутренних напряжений, что может приводить к короблению конструкции, образованию трещин в паяных швах и разрушению детали. Для устранения коробления конструкции требуется достаточно длительная операция термической обработки для снятия напряжений и выравнивания структурного состава сплава, механическое исправление дефекта и последующая термическая обработка на требуемые механические свойства. В связи с этим для устранения отдельной операции термообработки и уменьшения вероятности коробления конструкции совмещают операцию термообработки с циклом «нагрев-охлаждение» при пайке.

Для этого температура нагрева под пайку выбирается с учетом теплофизических свойств основного материала и должна быть не более чем на $5\div 10$ °C выше предельной температуры нагрева под закалку и не менее чем на

10÷15 °С ниже температуры солидуса паяемого алюминиевого сплава (патент RU 2675326) [51]. Нагрев выше предельной температуры под закалку связан с тем, что с учетом термодинамических свойств больших воздушных печей для пайки по ее объему возможен перепад температуры порядка 10 °С, поэтому требуется небольшой перегрев конструкции для равномерного прогрева конструкции. Превышение температуры солидус сплава в процессе пайки приводит к появлению дефекта типа «пережог», который снижает механические свойства паяной конструкции. Поскольку в процессе пайки возможно неравномерное распределение температур на поверхности изделия, то для полного исключения перегрева конструкции необходимо, чтобы температура солидус сплава была как минимум на 10÷15 °С выше температуры пайки. Отличительной особенностью сплавов авиалей является относительно низкие скорости охлаждения при закалке. В связи с этим для обеспечения процесса закалки можно производить охлаждение холодным воздухом через специально сделанные форсунки в камере печи. Для обеспечения максимальных механических свойств конструкции после пайки обычно производится естественное и искусственное старение при определенной температуре [40, 51].

1.6 Системы легирования алюминиевых сплавов

При легировании медью алюминиевых сплавов при их кристаллизации образуется интерметаллид Al_2Cu , при концентрации меди в сплаве до 10 ат. % происходит образование вторичных кристаллов интерметаллида. Медь хорошо растворяется в алюминии, при повышении концентрации близкой к эвтектической происходит образование эвтектики, альфа-фазы и вторичного интерметаллида. Образование слоев хрупкого интерметаллического соединения при пайке и сварке сплавов Al–Cu приводит к появлению горячих трещин и повышению пористости, что является неизбежным и большим недостатком в технологическом процессе [52]. Установлено, что разнородная ультразвуковая или сварка трением меди с алюминием с добавлением промежуточного слоя цинка значительно повышает прочность соединений на

растяжение при сдвиге внахлест. В дополнение к этому утверждается, что введение промежуточного слоя Zn во время сварки сможет предотвратить дальнейшее образование хрупких интерметаллических соединений Al_2Cu на границе раздела “основной материал-припой” [52].

Цинк при сварке алюминия и меди играет важную роль в росте морфологии и размере зерен микроструктуры. Образование интерметаллида на основе Zn и Cu благоприятствует повышению прочностных характеристик соединений из алюминий-медных сплавов. Интерметаллиды составами Cu_4Zn , $CuZn_5$ и $CuZn$ являются мягкими, в отличие от Al_4Cu_9 , Al_2Cu и $AlCu$, соответственно использование в качестве припоя или прослойки сплава с цинком благоприятствует образованию эвтектики на основе мягких фаз. В силу своей активности цинк способствует росту микроструктуры, сочетающей в себе и пластические и прочностные характеристики [52, 53]. При производстве сплавов АМгб, где содержание магния достигает до 5,8 %, а также в составе легирующих компонентов присутствует Mn от 0,8 до 1 %, в составе микроструктуры остается нерастворенный интерметаллид $MnAl_6$. Интерметаллиды с марганцем обычно играют роль упрочняющей фазы, при пайке с цинком марганец не вступает в реакцию и не образует дополнительных соединений. Размер частиц $MnAl_6$ изменяется в зависимости от типов механической обработки и прокатки листов АМгб [37, 52, 53].

С увеличением содержания меди от 1 до 4 % в припое Zn–Cu–Al температуры схватывания снижаются на 20 °С. В соответствии с тройной диаграммой состояния Zn–Cu–Al, добавление меди приводит к снижению температуры ликвидуса этих сплавов, а соответственно и к снижению минимальной температуры плавления припоя. Увеличение Mn и Mg в материале подложки приводит к незначительному повышению температуры схватывания, что практически не влияет на процессы смачивания припоем поверхности [35, 39]. Так как температуры схватывания припоев находятся близко к температурам ликвидуса сплавов, то способность растворения алюминия становится максимальной. Алюминий в составе припоя снижает химическую эрозию паяемого металла, магний также приводит к снижению

эрозионной активности при пайке. В результате изделия авиационной техники, в частности паяные швы конструкций, могут эксплуатироваться в агрессивных климатических условиях, где металлические материалы могут подвергаться усиленной коррозии. Во избежание сильных коррозионных процессов припой для пайки алюминия легируются малыми добавками магния, кадмия, хрома и никеля [35].

Грамотный подбор параметров припоя для конкретных поверхностей и условий процесса смачивания является одной из основных проблем для реализации современных методов пайки. Возможность проведения численных экспериментов по процессам смачивания припоем поверхности облегчает оптимизацию технологического процесса [54]. Так расчеты в задаче смачивания и формирования мениска в месте стыка позволяют оценить поведение расплава припоя и характеристики смачивания, такие как контактный угол. Численные эксперименты позволяют качественно оценить процессы взаимодействия припоя и подложки в различных возможных технологических условиях [55]. Применение высокотехнологичных методов формирования неразъемных соединений, таких как индукционная пайка, усложняется наличием ряда внешних факторов, включая: низкую степень повторяемости процесса, невозможность визуального контроля нагрева, помехи средств контроля процесса и другие [56]. Обозначенные проблемы управления процессами пайки могут быть решены с помощью внедрения интеллектуальных технологий обработки информации, что позволит формировать адекватное управление технологическим процессом с целью повышения его точности и повторяемости [57, 58].

Выводы к главе 1:

1. По результатам обзора литературы определены преимущества и недостатки метода высокотемпературной пайки в сравнении с другими металлургическими способами соединения. К преимуществам относятся: ВТП позволяет сопрягать детали, которые невозможно соединить сваркой или другими методами; ВТП позволяет соединять детали с высоким числом ребер и тонкими стенками. Недостатки метода ВТП состоят в следующем: промышленные масштабы производства требуют высоких экономических затрат; используемые материалы в ВТП требуют особого подхода к выбору и использованию тех или иных составов флюса, припоя и легирующих добавок.
2. Сплавы системы Al–Si широко распространены в технологии ВТП в силу своей хорошей жидкотекучести и низкой температуры плавления. Основной проблемой при пайке припоями Al–Si является образование вторичных кристаллов кремния после кристаллизации, которые в свою очередь нарушают сплошность эвтектической структуры и пагубно влияют на механические свойства. Для достижения мелкозернистой эвтектики сплавы модифицируют легирующими добавками Na, K, Cu. Для удаления оксидной пленки с поверхности при пайке припоями Al–Si используются криолиты, флюсы на основе Na и K с фтором. Изменяя условия термической обработки при пайке припоями Al–Si, можно изменять размер эвтектической микроструктуры и тем самым менять механические свойства изделий.
3. Магний значительно упрочняет сплавы с алюминием, образуя прочную эвтектику. При содержании магния до 6 вес.% сплавы AlMg паяются затруднительно из-за образования неблагоприятной бета-фазы AlMg. При этом сплавы AlMg с содержанием магния до 6 вес.% при пайке с активными флюсами образуют фтор-магниевые высокотемпературные соединения, которые охрупчивают микроструктуру при кристаллизации. Термически неупрочняемые сплавы AlMg паяются цинковыми припоями и припоями на основе меди и алюминия. Сплавы AlMg при нагреве

покрываются аморфным оксидом с дополнительным слоем оксида магния, который при взаимодействии с активным флюсом на основе фтора способствует образованию хрупких фтормагниевого соединений.

4. На основании анализа литературных источников сделан вывод, что технология высокотемпературной пайки разработана в достаточной степени для ряда бинарных систем на основе Al. Применение ВТП для сплавов АМг затруднено при высоком содержании магния, который формирует интерметаллидные соединения и способствует охрупчиванию материала. Таким образом, актуальным направлением исследований является изучение физико-химических процессов при пайке алюминиевых сплавов данного класса тугоплавкими припоями для разработки методических основ пайки сплавов марки АМг с высоким содержанием магния.

ГЛАВА 2. Материалы и методы экспериментального исследования

В настоящей главе рассмотрены вопросы подготовки исследуемых образцов сплавов АМг с припоями различной концентрации Zn и легирующих компонент. Дополнительно исследовались образцы сплава алюминия АД1 с нанесенным плакированным припоем Al–Si с внедренным флюсом $KAlF_4$. Образцы паяных соединений готовились различными методами высокотемпературной пайки, включая реакционно-флюсовый и реакционно-контактный методы. Выполнена аттестация образцов, описана методика проведения испытаний, приведены характеристики экспериментального оборудования.

2.1 Образцы для температурных испытаний сплава АД1 с плакированным припоем сложного состава Al-10Si + $KAlF_4$

В настоящей работе для проведения температурных испытаний использовались композитные образцы, состоящие из плакированного слоя Al–Si (дозвтектической стехиометрии $Al_{90}Si_{10}$), нанесенного на подложку из технического алюминия марки АД1 (Al 99,3 вес.%). Образцы изготавливались по технологии TRILLIUM™ Technology [1] и представляли собой пластинки толщиной от 0,5 до 0,8 мм с нанесенным слоем (толщиной 30–40 мкм) припоя Al–Si с внедренным флюсом $KAlF_4$ (рисунки 6, 7, 8). Данная технология является новой и не использовалась ранее в отечественной промышленности. Образцы для исследований были предоставлены шведской компанией SAPA. В рамках данной работы образцы исследовались методами дифференциальной сканирующей калориметрии для определения температур фазовых переходов, металлографически для определения механизмов структурообразования и с помощью сканирующей электронной микроскопии для определения химического состава после температурных испытаний.

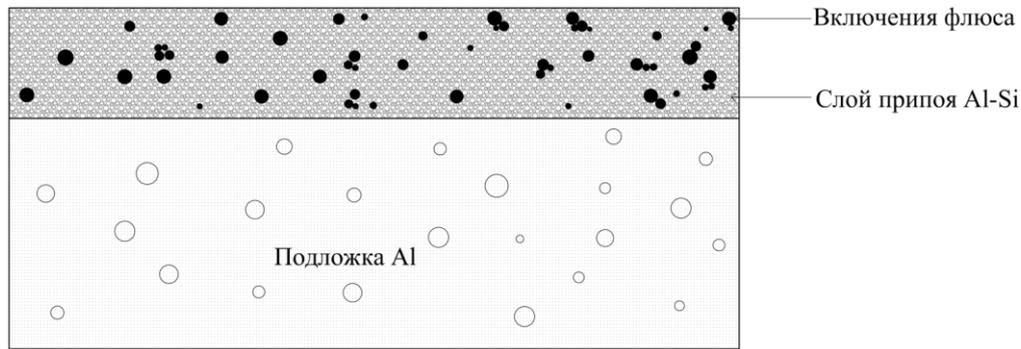


Рисунок 6 – Схематичное изображение образца типа Trillium [1]

Флюс KAlF_4 , внедренный в припой по технологии Trillium, представляет собой однородный белый порошок без цвета и запаха. Помимо того, что он может находиться в составе припоя в виде частиц, его можно наносить на поверхность деталей в виде раствора. Тетрафторалюминаты (соли AlF_4^-) хорошо растворяются в этаноле, образуя коллоидный раствор. Тетрафторалюминат калия KAlF_4 является универсальным флюсом, используемым при пайке твердыми припоями большинства алюминиевых сплавов. Сплошность распределения флюса является очень важной характеристикой, так как она влияет на растекание припоя при плавлении и удаление оксидного слоя на поверхности основного материала.

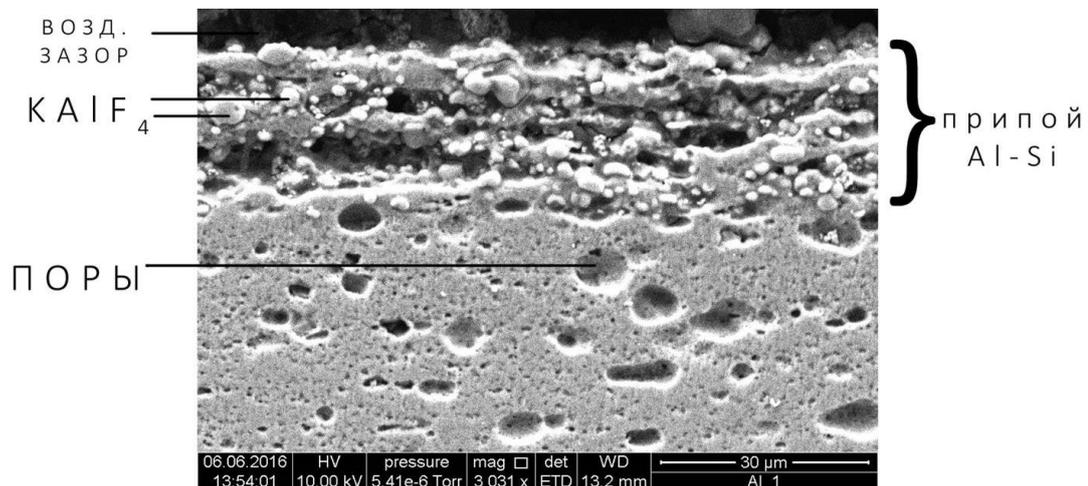


Рисунок 7 – СЭМ изображение исходного образца сплава АД1 с плакированным слоем композитного припоя Al-10Si + внедренный флюс KAlF_4 в поперечном сечении. Данные получены при аттестации образцов перед проведением исследований

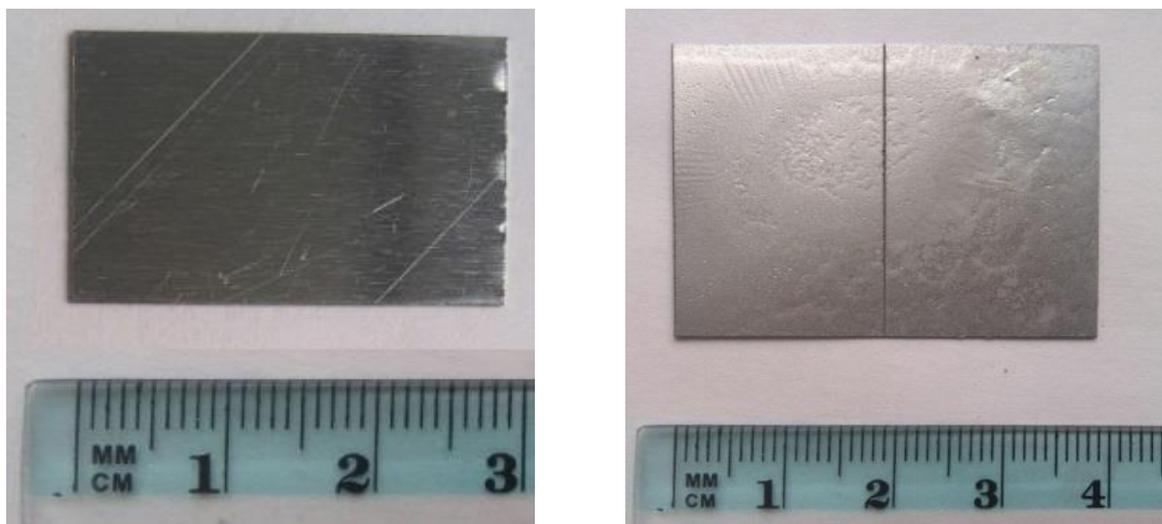


Рисунок 8 – Общий вид исходных образцов композитного материала Trillium (матричная фаза Al (99,3%) + припой $Al_{90}Si_{10}$ + внедренный в припой флюс $KAlF_4$)

2.2 Образцы для высокотемпературной пайки сплавов АМг припоями на основе Zn

Для второй серии испытаний исследуемыми материалами в качестве матричного были выбраны сплавы АМг3 и АМг6 с химическим составом, представленном в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав сплавов АМг3 и АМг6 [59, 60]

Содержание элементов, вес. %	Al, %	Mg, %	Si, %	Mn, %	Ti, %	Be, %
АМг3	93,8-96	3,2-3,8	0,5-0,8	0,3-0,6	-	-
АМг6	91,1-93	5,8-6,8	<0,4	0,5-0,8	0,02-0,1	0,0002-0,005

В работе использовали пластины, вырезанные из листов АМг3 и АМг6 с регламентируемым стандартом ГОСТ 21631 [61, 62], исходные микроструктуры образцов представлены на рисунке 9. В качестве припоев для системы АМг использовали различные составы сплавов на основе Zn [63]. Поверхность пластин предварительно готовили под термические испытания

лужением поверхности припоями. Матрица объектов исследований для сплавов марки АМг представлена в таблице 2.

Таблица 2 – Матрица объектов исследований

	Система №1	Система №2	Система №3
Основной материал	АМг		АД1
Припой	Zn–Cu–Al с высоким (более 3 вес. %) содержанием Mg	Zn–Al для сплавов с высоким (более 3 вес. %) содержанием Mg	Al–10Si для пайки модельного Al сплава с низким содержанием Mg
Типы пайки	Реакционно-контактная пайка	Реакционно-контактная пайка	Реакционно-флюсовая пайка (с применением $KAlF_4$)

Микроструктуры исходных образцов пластин АМг3 и АМг6 (ГОСТ 21631) до термических испытаний приведены на рисунке 9.

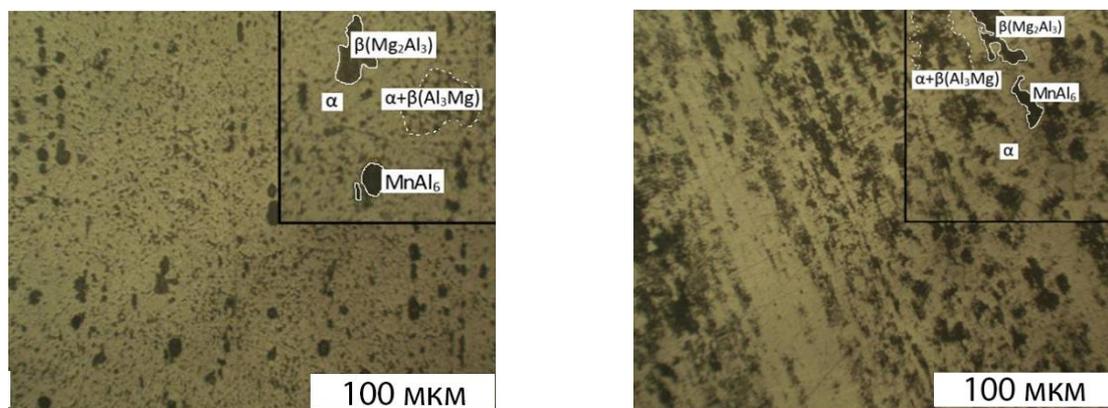


Рисунок 9 – Микроструктуры исходных образцов пластин АМг3 (а) и АМг6 (б), аттестованных согласно ГОСТ 21631

В качестве основного исследуемого материала припоя был выбран сплав с химическим составом 97% Zn, 2% Cu и 1%Al (марка НТС-2000). Материал с коммерческим названием НТС-2000 является универсальным припоем для большинства сплавов на основе алюминия. Данный припой в основном используется при пайке сплавов Al–Cu для закупоривания трещин и создания

прочного соединения [64]. Аналогом припоя HTS-2000 является припой 34А, который используется с флюсами Ф-34А, на основе хлоридов. Припой 34А более высокотемпературный и ограничен при использовании со сплавами Al с высоким содержанием магния. Припой HTS-2000 является безфлюсовым, соответственно в промышленности пайка производится в режиме нагрева в пламени горелки или в печи в контролируемой атмосфере без предварительного флюсования поверхности. Температура плавления припоя находится в диапазоне 380-390 °С, что ниже температуры плавления матричной системы АМг (650 °С). Сплавы на основе цинка часто используются в пайке сплавов с высоким содержанием магния благодаря тому, что при кристаллизации в зоне соединения образуется сложная микроструктура, включающая пластичную эвтектику с упрочняющими интерметаллидными фазами $CuZn_5$ [64]. В качестве дополнительных материалов припоев для сопоставительного анализа использовались марки Alcor 22 и Castolin 192 FBK. Химический состав всех материалов припоев представлен в таблице 3.

Таблица 3 – Химический состав припоев для пайки системы АМг

Коммерческое название	Zn, вес%	Al, вес%	Cu, вес%
HTS-2000	97	1	2
Alcor 22	78	22	-
Castolin 192FBK	98	2	-



Рисунок 10 – Образцы, луженные припоем HTS-2000, для изучения влияния режимов нагрева на микроструктуру зоны взаимодействия

Образцы подготавливались методом лужения поверхности для изучения процесса диффузионного проникновения припоя при температурной выдержке (рисунок 10). Толщина слоя припоя при лужении выбиралась 40 мкм, 100 мкм и 1 мм для изучения влияния этого параметра на характеристики переходной зоны “припой – основной материал” [65].

2.3 Установка УППП-1 для пайки с контролем температуры

Испытания по высокотемпературной пайке исследуемых в работе образцов производились на специализированной экспериментальной установке, изготовленной в рамках подготовки диссертационного исследования (рисунок 11).

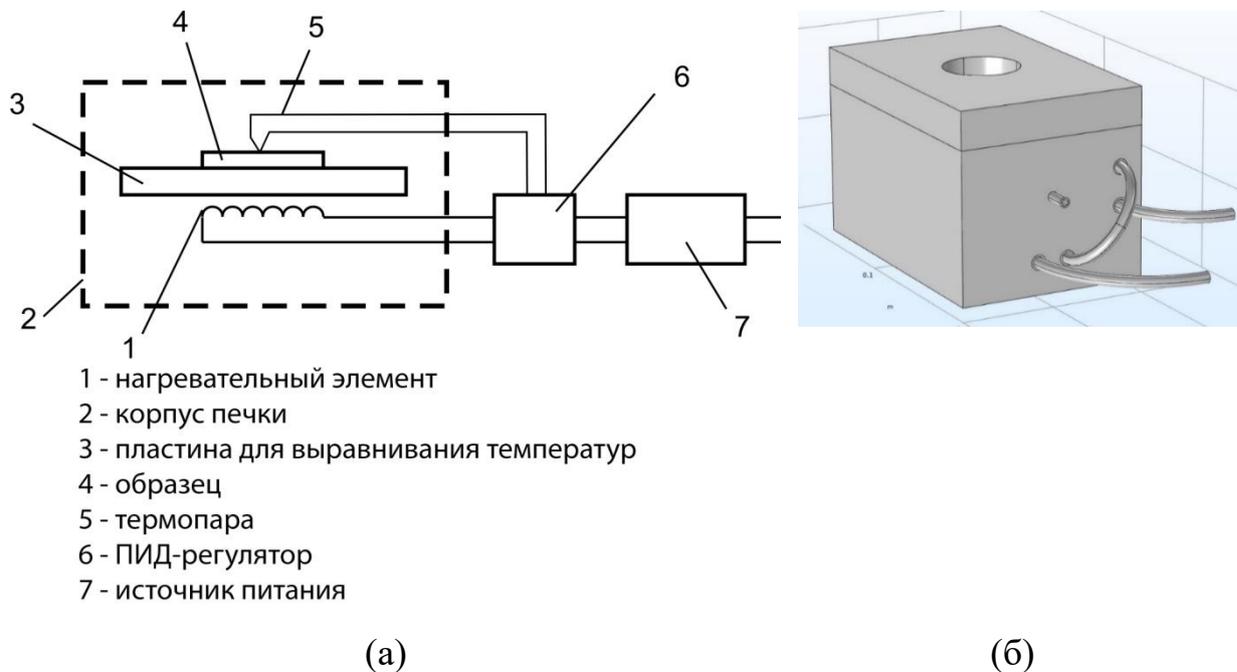


Рисунок 11 – Схема установки УППП – 1 (а), схема наружного корпуса (б)

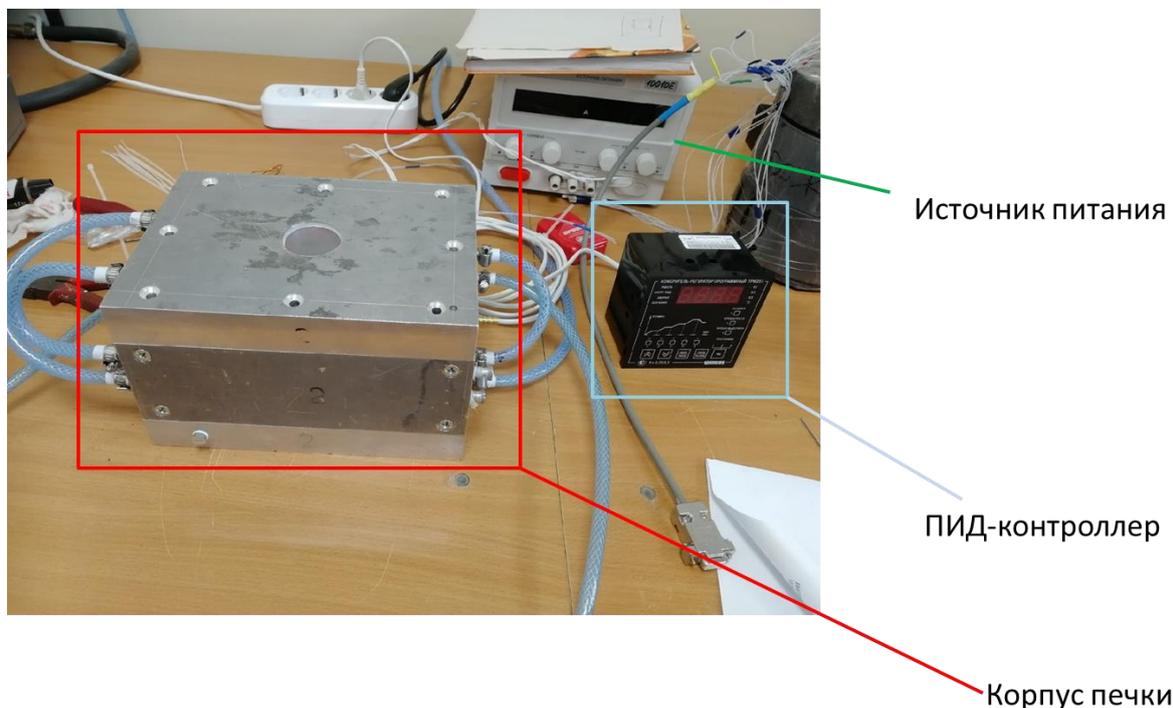


Рисунок 12 – Фотография установки для высокотемпературной пайки, разработанная в рамках диссертационного исследования и использованная для проведения испытаний. Включает блок нагрева, источник питания, ПИД-регулятор температуры с термопарой ТХА

Установка представляет собой металлический кожух, изготовленный из дюралюминия, с внутренним водяным охлаждением. На рисунке 12 представлен вид сверху, на крышке установлено кварцевое окно для визуального наблюдения процесса пайки. Толщина стенок установки составляет 40 мм, что позволяет обеспечить внутренние каналы для водяной рубашки и тем самым облегчить изготовление конструкции с внутренним контуром охлаждения. Большая толщина стенок позволяет использовать инертную газовую атмосферу и вакуум для проведения высокотемпературных испытаний [65]. Данная установка имеет входной и выходной каналы для прокачки газа при создании инертной атмосферы внутри установки. Защитная атмосфера или вакуум необходимы для снижения окислительных процессов на образцах и нагревательном элементе при высокой температуре испытаний. Как говорилось ранее, образцы сплавов алюминия имеют на поверхности тонкий слой тугоплавких оксидов, который необходимо удалять с помощью флюсов-

раскислителей или механическим способом перед непосредственной операцией пайки. Для предотвращения повторного окисления и образования комплексных неблагоприятных химических соединений при процессе пайки испытания проводятся в защитной атмосфере азота. Азот не взаимодействует с алюминием и флюсами при высокой температуре. Молярная доля азота для прокатки должна быть не менее 99,99 %, поэтому используется азот повышенной чистоты, 1 сорт (ГОСТ 9293-74) [66].

Нагрев образцов производился посредством ИК-излучения от нагревательного элемента в виде меандра. Нагреватель установки встроен в многослойный предметный столик, изготовленный из различных материалов. На предметном столике – медной или кварцевой пластине – непосредственно устанавливаются образцы для пайки. Под пластиной устанавливается нить накала в виде меандра из нихрома, на нихром подается напряжение и при протекании постоянного тока нить раскаляется, излучая в ИК диапазоне.

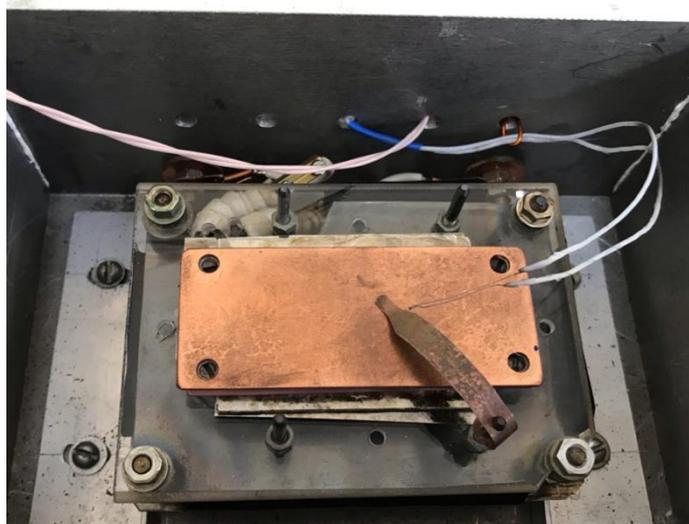


Рисунок 13 – Нагревательный столик в экспериментальном стенде УПП-1

Для уменьшения рассеивания ИК-излучения, в первую очередь, используется теплоизоляция, во-вторых, нагревательный элемент окружен экранами из нержавеющей стали. Между пластиной предметного столика и нагревательным элементом помещается кварцевое стекло для нивелирования следующих паразитных эффектов: (1) уменьшения теплового расширения нагревательного столика; (2) изоляции электрического тока между столиком,

на который устанавливаются образцы, и нагревательным элементом; (3) уменьшения тепловой инертности. Сам предметный столик для образцов представляет собой медную пластину толщиной 1-2 мм. Медь обладает хорошей теплопроводностью и позволяет достаточно быстро нагревать испытательный образец [64]. Как отмечалось выше, нагреватель работает от сети постоянного тока источника питания. Чтобы нагреть спираль нихрома, необходимо учитывать сопротивление как нити накала, так и подводящих контактов. В противном случае может произойти перегрев нагревательного элемента и выход его из строя. Питание на нагревательный элемент подается с источника питания Тетрон максимальной мощностью 1 кВт.

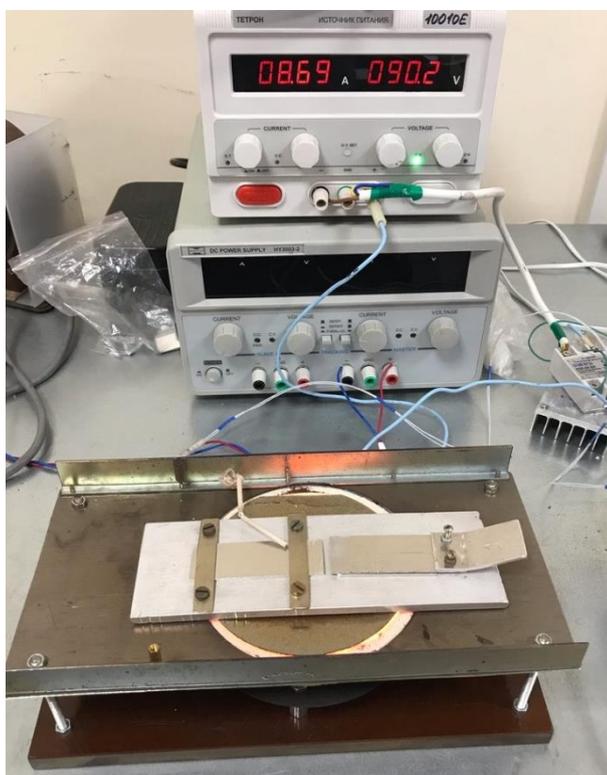


Рисунок 14 – Дополнительный нагревательный стенд для подготовки образцов под пайку пластин АМг внахлест

Помимо установки УПП-1 был изготовлен дополнительный стенд (рисунок 14) для проведения пайки пластин внахлест. Данный стенд оборудован пластиной алюминия толщиной 6 мм для равномерного прогрева образцов.

Контроль температуры осуществляется с помощью ПИД-регулятора (контроллера) и подключенных к нему термопар. В данной установке

используются термопары хромель-алюмель (ТХА). Первый сплав в термопаре обозначается маркой НХ 9,5, второй – НМЦАК 2-2-1. Основным компонентом хромеля является никель (Ni), доля которого составляет около 87,4-90,4% с учетом 0,6-1,2% кобальта (Co). Вторым по количеству элементов является хром (Cr) – 9,0-10,0%. Остальные химические элементы содержатся в десятых и тысячных долях процента. Алюмель на 91,5-95,1% состоит из никеля (Ni), также в данный диапазон входит 0,6-1,2% кобальта (Co). Доля марганца (Mn), алюминия (Al) и кремния (Si) составляют 1,8-2,7%, 1,6-2,4% и 0,85-1,5% соответственно, остальные элементы представлены десятими и сотыми долями процента. Химический состав марок НХ 9,5 и НМЦАК 2-2-1 регламентируется стандартом ГОСТ 492-2006 [67].

Паспортные характеристики изготовленных термопар:

- Диапазон измеряемых температур: от -200 °С до $+1100$ ($+1300$) °С. В скобках указана максимальная температура при кратковременном использовании.
- Эксплуатируется в нейтральной атмосфере, атмосфере с избытком кислорода, может использоваться в вакууме.
- Для изоляции электродов используется фарфор, кварц, стекловолокно, эмаль, асбест.

Термопары ТХА предназначены для измерения отрицательных температур, а также положительных до 1300 °С, также применяются в нагревательных устройствах промышленных печей, энергосиловом оборудовании, в различных лабораторных приборах и научном оборудовании. Контрольная термопара устанавливается непосредственно в контакте с нагревательным столиком и образцом для управления выхода температуры на максимальное значение. Для процессов пайки сплавов алюминия максимальное значение температуры не должно превышать $600-620$ °С или температуру плавления матричного материала. Максимальное количество термопар ограничено возможностями ПИД-регулятора, их число составляет 5 (1 контрольная и 4 измерительных).

ПИД-регулятором (от англ. P-proportional, I-integral, D-derivative)

называется устройство, применяемое в контурах управления, оснащенных звеном обратной связи. Данные регуляторы используют для формирования сигнала управления в автоматических системах, где необходимо достичь высоких требований к качеству и точности переходных процессов. Управляющий сигнал ПИД-регулятора получается в результате сложения трех составляющих: первая пропорциональна величине сигнала рассогласования, вторая — интегралу сигнала рассогласования, третья — его производной (рисунок 15). Если какой-то из этих трех компонентов не включен в процесс сложения, то регулятор будет просто пропорциональным, пропорционально-дифференцирующим или пропорционально-интегрирующим.

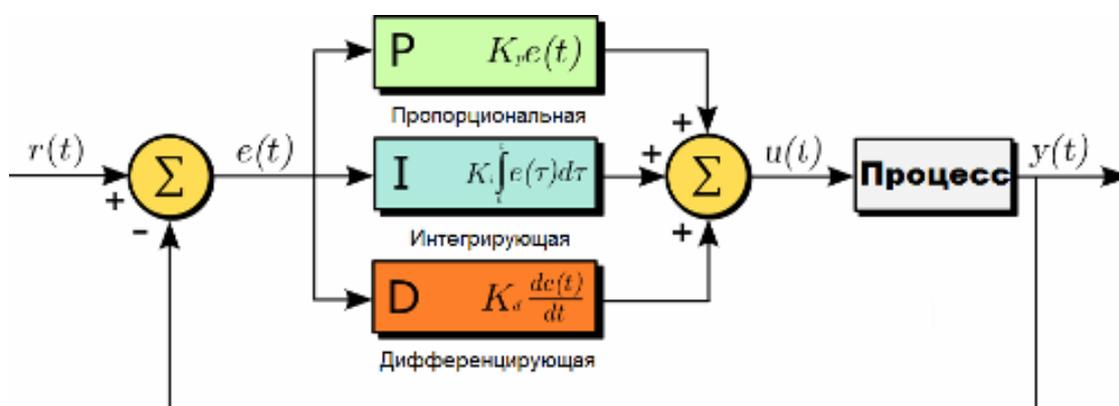


Рисунок 15 – Схема работы ПИД-контроллера [68]

Выходной сигнал дает пропорциональная составляющая. Этот сигнал приводит к противодействию текущему отклонению входной величины, подлежащей регулированию от установленного значения [68]. Чем больше отклонение — тем больше сигнал. Простым примером может являться терморегулятор, управляющий мощностью нагревательного прибора. Выходной сигнал уменьшается по мере приближения требуемой температуры объекта к максимальному значению, и сигнал управления стабилизирует мощность на уровне тепловых потерь. В связи с этим реально работающие ПИД-регуляторы всегда имеют ограничение рабочего диапазона снизу и сверху, это принципиально объясняет их нелинейность. В результате настройка ПИД-контроллера практически всегда производится опытным путем, когда объект управления подключен к системе управления. В данной

работе ПИД-контроллер осуществляет лишь управление выходом температуры и ее скорости на нагревательном элементе на стационар. Использование величины, формируемой программным алгоритмом управления, обладает рядом специфических нюансов. Если идет речь, например, о регулировке температуры, то часто требуется не одно, а два устройства: первое управляет нагревом, второе — охлаждением. Первое подает разогретый теплоноситель, второе — хладагент. Для калибровки термопар при этом необходимо использование термостата.

Технические характеристики разработанной установки УПП-1:

- Максимальная мощность нагревателя – 1кВт.
- Постоянный ток – до 10 А.
- Напряжение – до 100 В.
- Максимальная температура нагрева – 800 °С.
- Максимальная скорость нагрева – 50 °С/мин.
- Максимальная скорость охлаждения – 100 °С/мин.
- Минимальная концентрация остаточного кислорода – 10 ppm.

2.4 Методика дифференциально-калориметрического анализа

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) предоставляет информацию о температурах и теплотах фазовых переходов (плавления, кристаллизации, стеклования), термодинамике и кинетике химических реакций, химическом составе, чистоте, термической и окислительной стабильности различных материалов [69, 70]. Метод основан на непрерывной регистрации разности тепловых потоков от образца и эталона или к образцу и эталону (изменения энтальпии) как функции температуры или времени при нагревании образцов в соответствии с определенной программой в заданной газовой атмосфере. Метод ДСК позволяет измерять теплоту различных процессов: химических реакций, фазовых переходов, нагрева. В методе ДСК теплоту определяют через тепловой поток – производную теплоты по времени (отсюда в названии термин «дифференциальный»). Этот метод позволяет фиксировать так называемые кривые нагревания (или охлаждения)

исследуемого образца, т.е. изменение температуры последнего во времени. В случае фазового превращения первого рода в веществе (или смеси веществ) происходит выделение или поглощение теплоты и на кривой (термограмме) появляются площадка или изломы [69, 70].

Исследования фазовых превращений проводили методами дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), реализованной на установке DSC 404C Netzsch. ДСК осуществляли в стационарной атмосфере аргона с предварительным вакуумированием до 10^{-2} Па в корундовых тиглях в режиме нагрев – охлаждение. Согласно паспорту прибора, абсолютная ошибка определения температуры составляет ± 3 °С, относительная ошибка определения энтальпии ΔH в температурном интервале от 40 до 1000 °С составляет 3%.

2.5 Методики структурно-фазового анализа

После термических испытаний образцы изучались с помощью металлографии и оптической микроскопии, а также электронной микроскопии с энергодисперсионной приставкой (EDAX). Металлографический анализ позволяет выяснить механизм структурообразования при пайке и спрогнозировать возможность образования металлургического соединения. Образцы для металлографии травили в 5% растворе азотной кислоты в этаноле или в 1 н растворе NaOH [71]. Время травления выбиралось от 2 до 5 секунд. Микроструктурный анализ проводили с помощью оптической и растровой электронной микроскопии на микроскопах Neophot 32 Jena Zeiss с цифровой системой регистрации изображения, оптического микроскопа Olympus и сканирующего электронного микроскопа FEI Inspec S50 с энергодисперсионной приставкой (EDAX) при ускоряющем напряжении 200 V – 30 kV с вольфрамовым катодом. Исследования проводили в условиях высокого вакуума до 10^{-6} Па. Для автоматизации исследований использовался комплекс системы микроструктурного анализа SIAMS 800.

Фазовый анализ проводили с помощью ДРОН-6 с использованием $\text{CoK}\alpha$ -излучения ($\lambda = 0,1789$ нм). Максимальное время экспозиции для

дифрактограмм составило 5 секунд. Для идентификации различных фаз использовалась база данных рентгеновских спектров.

2.6 Методика испытаний на растяжение

Испытание на растяжение – это механический метод испытания для определения характеристик материалов. Испытание на растяжение проводили согласно соответствующему стандарту (ГОСТ 1497-84 Металлы. Методы испытаний на растяжение) для определения предела текучести, прочности при растяжении, деформации разрушения и других характеристик [72]. Скорость деформации при этом должна быть низкой, чтобы результат не искажался. Во время испытания на растяжение измеряют усилие и продольную деформацию образца. Испытания на растяжение являются наиболее часто проводимыми в области механических испытаний материалов, наряду с измерением твердости. Они предназначены для определения свойств прочности и деформации при растягивающем нагружении.

Механические испытания проводили на электромеханической настольной машине Shimadzu с максимальной допустимой нагрузкой 50 кН, тип измерения – статический с точностью 0,5 %. Установка оснащена термокамерой для возможности испытаний при различных температурах. Для испытаний использовались плоские образцы, представляющие собой пластины из матричного материала или паяные внахлест пластины толщиной 2 мм. Образцы не содержали отверстий для установки в испытательную машину. Вместо этого концы образца фиксировались зажимами (захватами) с обеих сторон, максимальная скорость траверсы до 1000 мм/мин ($\pm 0,1$ %).

Выводы к главе 2

1. В работе исследовались образцы сплавов АМг3 и АМг6 и модельный сплав АД1 с композитным припоем. В качестве припоев для сплавов АМг использованы сплавы Zn–Cu–Al, Zn–Al. Выполнена аттестация образцов сплавов Al и припоев различного состава Zn для проведения исследований в работе методами теплофизических измерений, структурно-фазового анализа и механических испытаний на растяжение.
2. Для проведения испытаний изготовлена установка УПП-1 для высокотемпературной пайки. Конструкция установки позволяет проводить термические испытания и высокотемпературную пайку в различных режимах нагрева и охлаждения и использование защитной атмосферы азота. Чувствительность установки при нагреве составляет ± 1 °С.
3. Используемые методики измерений обладают достаточной чувствительностью для проведения измерений в диапазоне 250-650 °С, характерном для пайки алюминиевых сплавов.
4. Ряд экспериментальных методов потребовал дополнительной калибровки на испытываемых объектах с целью достижения требуемых значений скоростей нагрева и охлаждения образцов. Полученные на стадии предварительных испытаний режимы работы оборудования в дальнейшем использованы для введения тарировочных коэффициентов при обработке результатов основной серии испытаний.

ГЛАВА 3. Исследование физико-химических процессов при пайке сплавов АМг припоями на основе Zn

В данной главе рассматривается определение матрицы эксперимента при высокотемпературной пайке сплавов марки АМг припоями на основе Zn и обсуждение результатов проведенных термических испытаний. Далее приведено обсуждение результатов ДСК, структурно-фазового и электронноскопического анализа и металлографии. Выполнено сопоставление результатов анализа структурно-фазовых характеристик и режимов термических испытаний для выявления механизмов формирования микроструктуры в исследуемых образцах. Результаты исследований, описанные в настоящей главе, опубликованы в полнотекстовой статье в журнале “Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования” [73], входящей в список изданий, рекомендованных для публикации результатов диссертации.

3.1 Матрица термических испытаний образцов матричного сплава АМг с припоем Zn-Cu-Al

Как показано в литературе [13, 14, 15, 16], основными припоями, которые эффективно могут быть использованы при высокотемпературной пайке сплавов АМг, являются сплавы на основе Zn. При этом возникают значительные материаловедческие и прочностные проблемы в зоне спая. Для оценки возможности смачивания припоями на основе Zn основного материала из АМг была проведена серия экспериментов с припоями, содержащими различную массовую долю цинка. Так как с Zn припоями подразумевается бесфлюсовая реакционно-активная пайка, то целесообразно исследовать процесс пайки при различных условиях (воздух, вакуум и контролируемая инертная атмосфера). Таким образом, была запланирована и проведена серия температурных испытаний в различных средах, которая позволила выявить основные особенности реакционно-активной пайки цинковыми припоями сплавов алюминия марки АМг с высоким содержанием магния.

Матрица термических испытаний (таблицы 4 и 5) включают исследование пластин АМг3 и АМг6 толщиной 2 и 1,5 мм соответственно с использованием коммерческого припоя на основе Zn HTS-2000. Термические испытания проводились в режимах нагрева и охлаждения, режимы термической обработки представлены ниже. Выбранные режимы включали варьирование различных управляющих параметров и определялись, исходя из следующих соображений:

1. Температура $T_{\text{выдер.}}$ выдержки принимала значения 400 и 450 °С, что ниже температуры плавления матричного материала АМг на 150-200 °С. Температура плавления припоя составляет ~390 °С. Таким образом, выбранные значения $T_{\text{выдер.}}$ находятся в диапазоне между температурами плавления матричного материала и припоя ближе к нижней границе диапазона.
2. Скорость $V_{\text{нагр.}}$ нагрева принимала значения 15-20 °С/мин. Выбранные значения выбирались исходя из экспериментов, описанных в справочных материалах. Такой параметр как скорость нагрева оказался мало влияющим на процессы смачивания и структурообразования при ВТП.
3. Время $t_{\text{выдер.}}$ выдержки при максимальной температуре составляло 1, 3 и 5 минут. Из анализа литературы было выявлено, что параметр времени выдержки резко изменяет характер микроструктуры и зоны соединения. Таким образом, выбор времени выдержки ниже и выше рекомендованного значения позволяет оценить влияние этого фактора на результирующую микроструктуру.
4. Скорость охлаждения $V_{\text{охл.}}$, принимала значения от 10 до 50 °С/мин. Выбор скоростей охлаждения обусловлен изменением степени влияния на механизм кристаллизации; скорости охлаждения, превышающие 50 °С/мин., приводят к появлению трещин в зоне соединения и охрупчиванию.
5. Такой варьируемый параметр как среда (воздух, вакуум и контролируемая инертная атмосфера) позволяет выделить закономерности образования расплава припоя, оценить влияние на процессы диффузии компонентов припоя в матрицу.

6. Важный управляющий параметр, который детально исследовался, – это толщина луженого слоя припоя, она составила 100, 400 и 1000 мкм. Толщина слоя позволяет оценить влияние концентрации цинка на переходную зону припой-матрица, оценить глубину эрозии и характер образующейся микроструктуры.

Таблица 4 – Матрица термических испытаний с последующим анализом микроструктуры, выполненных для системы АМг3 с припоем HTS-2000

(Zn–Cu–Al)

№ исп.	Температура выдержки $T_{\text{выд.}}, ^\circ\text{C}$	Скорость нагрева $V_{\text{нагр.}}, ^\circ\text{C}/\text{мин}$	Время выдержки $t_{\text{выд.}}, \text{мин}$	Скорость охлаждения $V_{\text{охл.}}, ^\circ\text{C}/\text{мин}$	Среда	Толщина, мкм
1	400	50	2	50	азот 99,99%	–
2	400	50	2	50	вакуум 0,01 ppm	–
3	400	20	1	30	воздух	400
4	400	20	3	30	воздух	400
5	400	20	5	30	воздух	400
6	450	20	1	30	воздух	400
7	450	20	3	30	воздух	400
8	450	20	5	30	воздух	400
9	400	25	1	10	воздух	100
10	400	25	2	10	воздух	100

Таблица 5 – Матрица термических испытаний с последующим анализом микроструктуры, выполненных для системы АМг6 с припоями на основе Zn

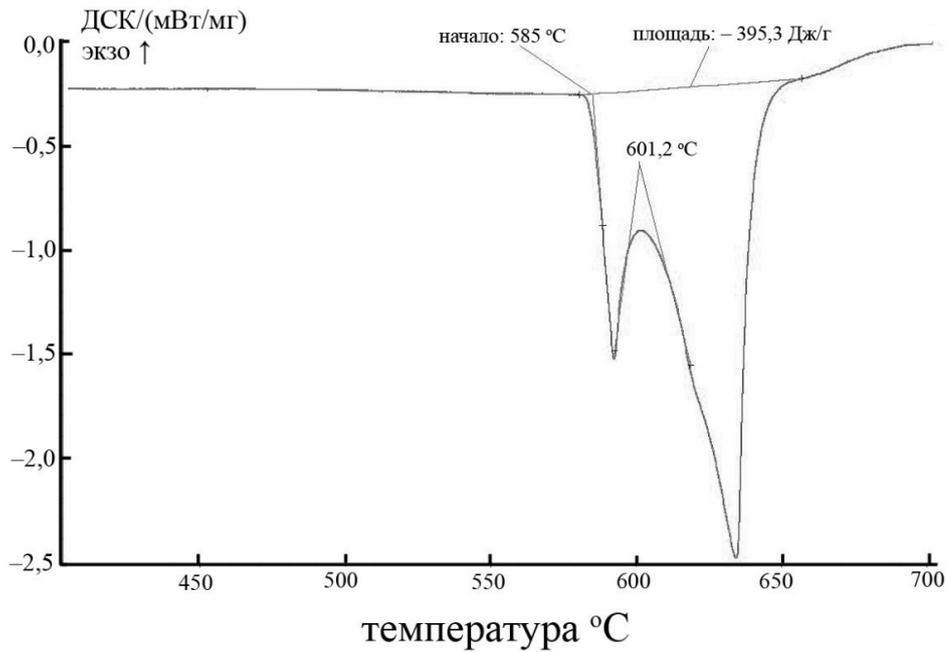
№ исп.	Температура выдержки $T_{\text{выд.}}, ^\circ\text{C}$	Скорость нагрева $V_{\text{нагр.}}, ^\circ\text{C}/\text{мин}$	Время выдержки $t_{\text{выд.}}, \text{мин}$	Скорость охлаждения $V_{\text{охл.}}, ^\circ\text{C}/\text{мин}$	Среда	Толщина, мкм
1	400	25	1	10	воздух	100
2	400	25	2	10	воздух	100

Таблица 6 – Матрица температурных режимов для пайки внахлест образцов под механические испытания

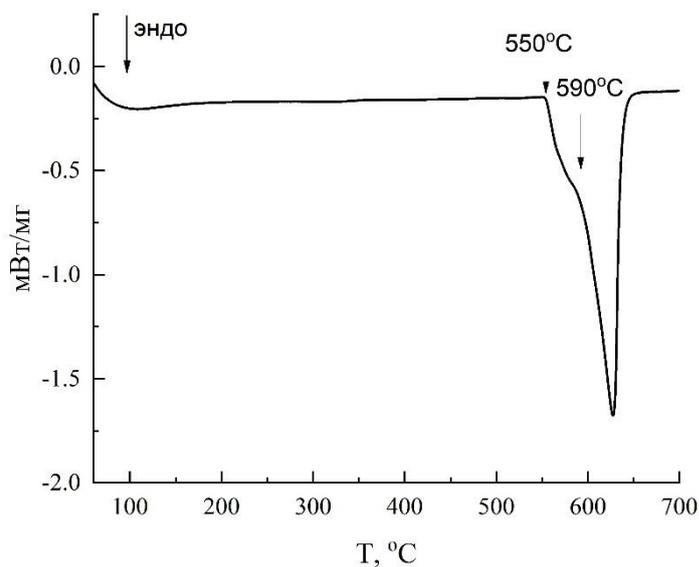
Пайка АМг3 и АМг6						
1	400	25	1	10, 20	воздух	-
2	450	25	1	10, 20	воздух	-
3	400	25	2	10, 20	воздух	-
4	450	25	2	10, 20	воздух	-

3.2 Исследование температур фазовых превращений методом ДСК

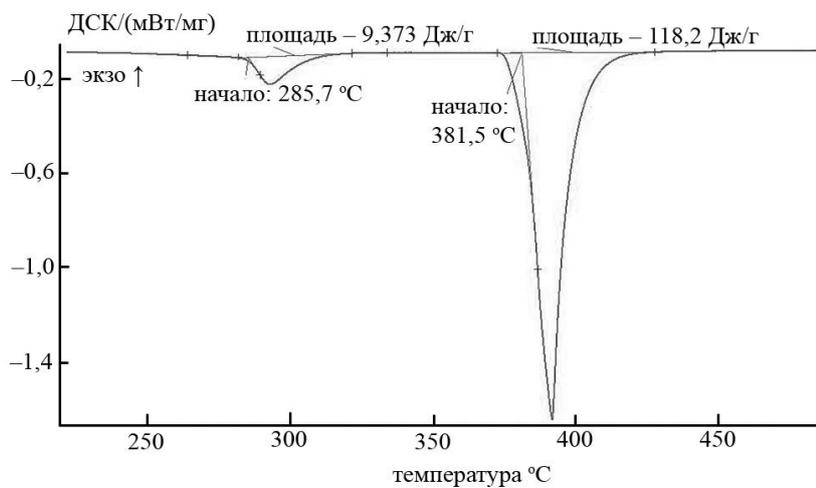
Результаты исследований ДСК приведены на рисунке 16. На ДСК кривой нагрева сплава АМг3 (рисунок 16 а) наблюдается два эндотермических эффекта, которые полностью не разделяются между собой, причем площадь первого пика намного меньше, чем площадь второго, общая энтальпия процесса плавления составляет 395 Дж/г. Температура начала второго эндотермического пика ($\sim 601^\circ\text{C}$) хорошо согласуется с диаграммой состояния системы Al–Mg (глава 1, рисунок 5) и соответствует началу плавления твердого раствора на основе алюминия с содержанием Mg 3.5 масс. %. Учитывая исходную микроструктуру сплава АМг3 (глава 2, рисунок 9), в которой присутствуют включения сложного интерметаллида на основе Al–Mg–Mn, наблюдаемый нами первый эндотермический эффект при 585°C , по-видимому, соответствует высокотемпературному растворению вторичного интерметаллида. Таким образом, температура начала плавления данного сплава составляет $\sim 600^\circ\text{C}$. Состав АМг6 определяется как твердый раствор на основе Al и интерметаллидов Al_3Mg_2 и $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$, а плавление начинается в диапазоне $550\text{-}590^\circ\text{C}$ (рисунок 16, б).



(а)



(б)



(в)

Рисунок 16 – Диаграммы ДСК при нагреве образцов АМг3 (а), АМг6 (б) и припоя HTS-2000 (в)

Дифференциальная сканирующая калориметрия припоя HTS-2000 показала (рисунок 16 в), что на кривой нагрева наблюдается два эндотермических эффекта при температурах 285 и 381 °С, которые хорошо согласуются с температурами фазовых равновесий в системе Zn–Al (рисунок 17).

Первый эффект при температуре ~285 °С соответствует твердофазному превращению $\alpha\text{-Al}_2(\text{Zn}) + \alpha\text{-Zn}_2(\text{Al}) \rightarrow \alpha\text{-Al}(\text{Zn})$, энтальпия этого процесса 9,4 Дж/г. Второй эффект при температуре 381 °С соответствует эвтектическому плавлению $\text{Al}(\text{Zn}) + \alpha\text{-Zn}(\text{Al}) \rightarrow \text{L}$ ($\Delta H = 118,2$ Дж/г) (рисунок 16, в). Согласно проведенному выше анализу ДСК, температуры рекристаллизации матричного материала АМгЗ и АМгб находятся в пределах от 400 до 450 °С, поэтому исследуемый сплав HTS-2000 может быть использован в качестве припоя. F

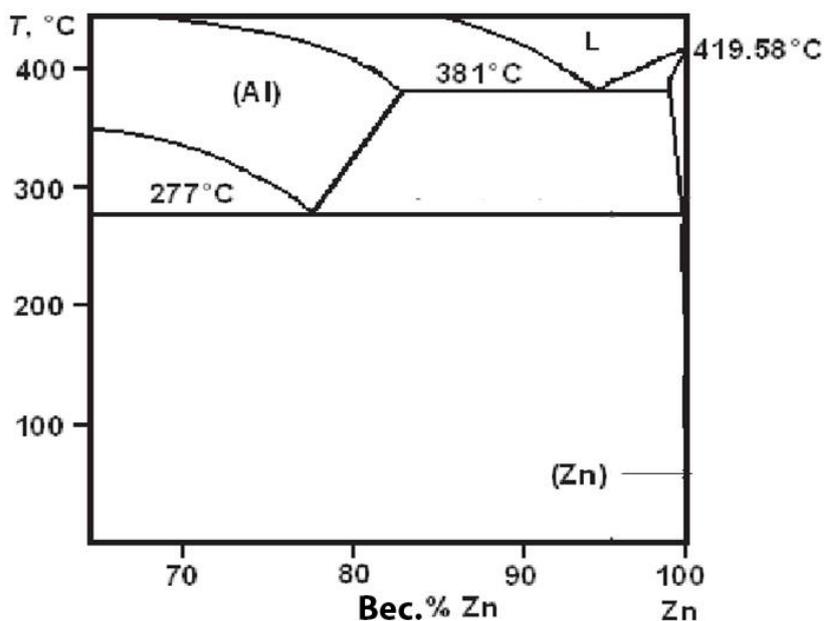


Рисунок 17 – Фазовая диаграмма системы Al–Zn в области преобладающего содержания цинка [3]

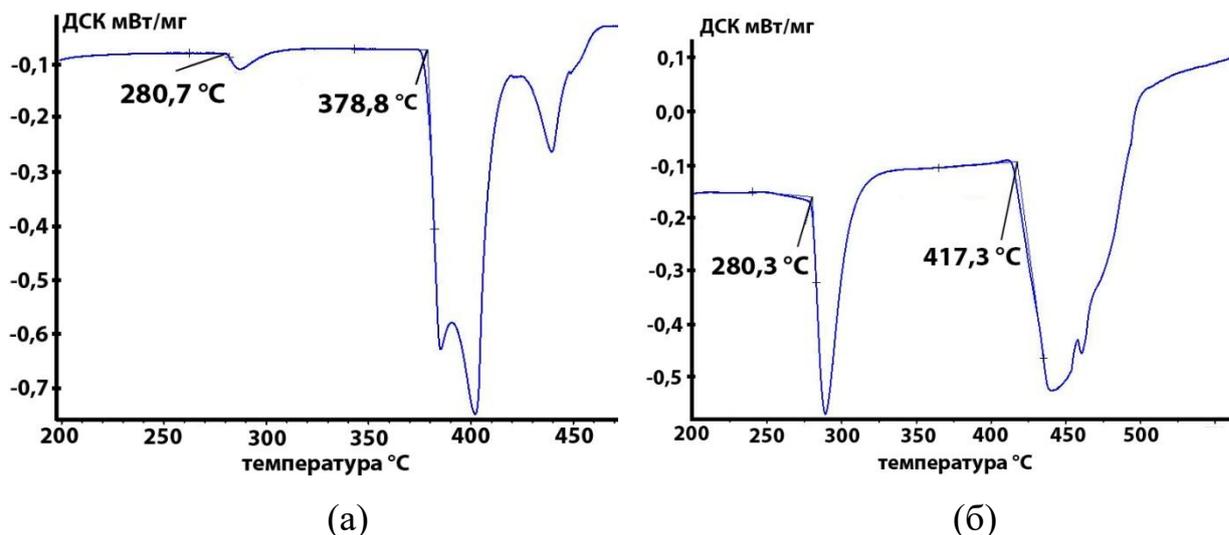


Рисунок 18 – ДСК термограммы припоев на основе Zn (а) Castolin 192 FBK 98%Zn 2%Al, (б) Alcor 22 78%Zn 22%Al

Термограммы припоев с другим составом представлены на рисунке 18. На термограмме (рисунок 18 б) видно, что при повышении концентрации Al в составе припоя резко смещается температура ликвидус и температура начала плавления смещается до 417 °С. При сравнении термограмм припоев HTS – 2000 и Castolin 192 FBK, тогда почти при том же составе припоя Zn 98%, Al 2 %, но в отсутствии Cu, температура начала плавления ниже на 3°С. Медь незначительно, но повышает температуру плавления припоя. Обе термограммы хорошо согласуются с фазовой диаграммой состояния системы Al–Zn (рисунок 17).

3.3 Результаты структурного анализа методами металлографии и СЭМ

На снимках микрошлифов видно, что в зоне контактов с припоем HTS-2000 при термических испытаниях происходит плавление как припоя, так и материала пластинки из сплава АМгЗ, рисунок 19 (а, б). На рисунке 19 (а) представлена микроструктура сплава HTS-2000 после контактного плавления, полученного в среде азота.

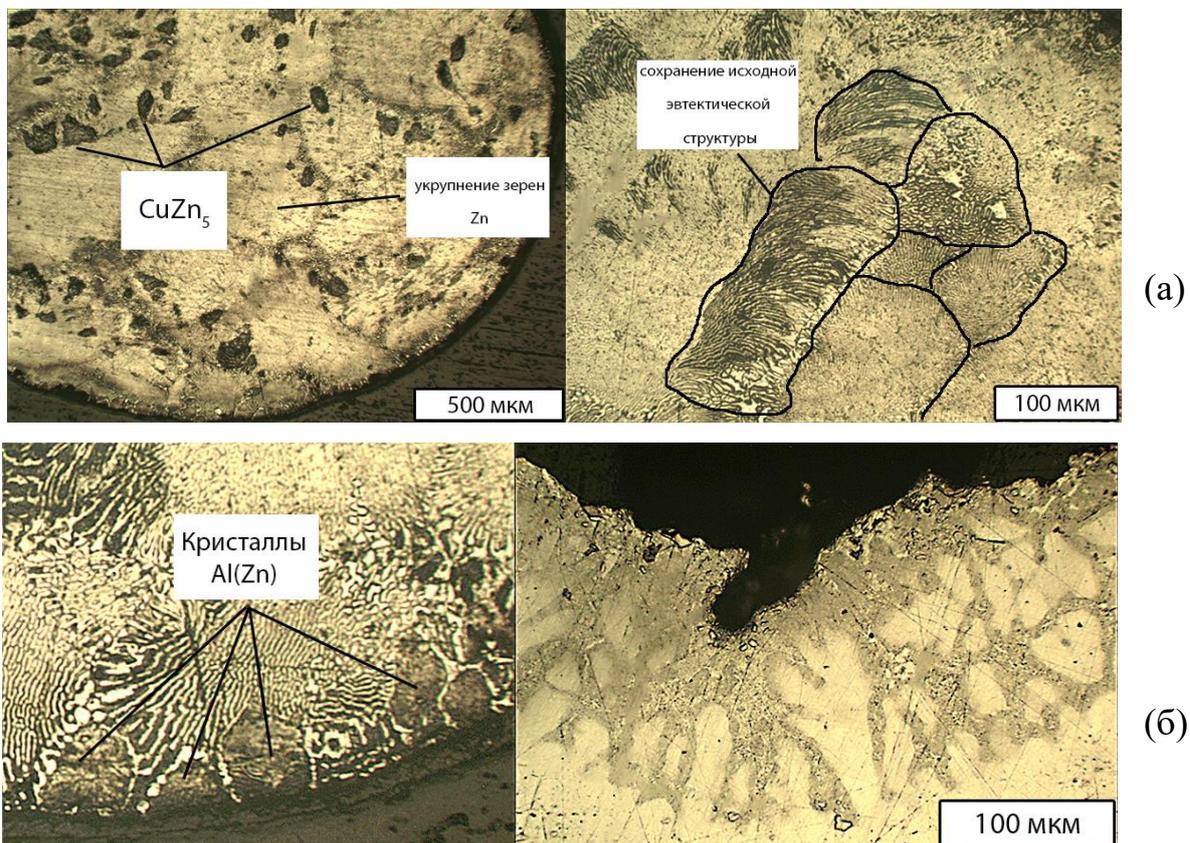


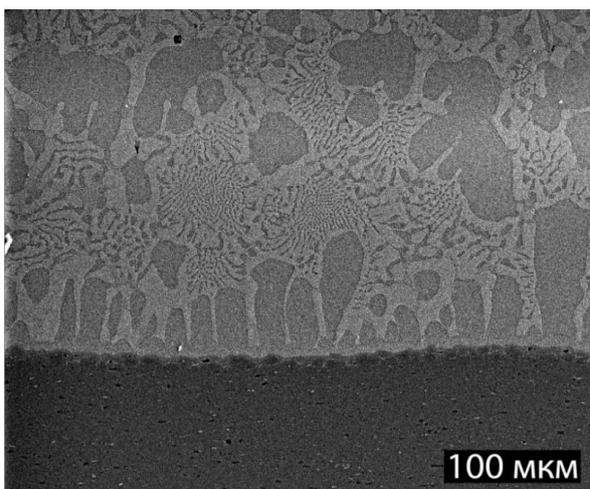
Рисунок 19 – Микроструктуры образцов после термических испытаний в среде азота при температуре 400 °С и выдержке 2 минуты при контактном взаимодействии припоя HTS-2000 и пластинки АМгЗ:

(а) микроструктура припоя HTS-2000,

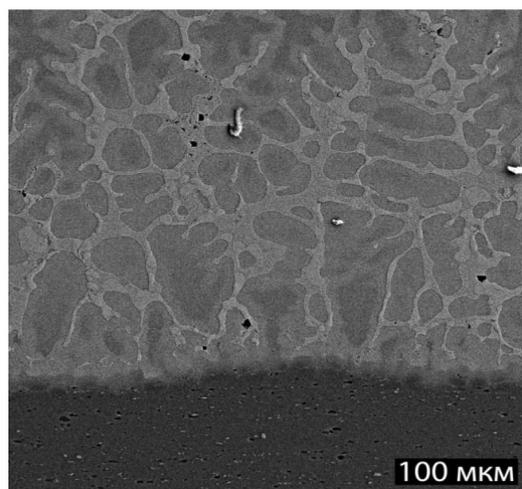
(б) микроструктура поверхностного слоя пластинки АМгЗ в результате контактного взаимодействия с припоем

Из рисунка видно, что в ходе термических испытаний происходило плавление припоя и его взаимодействие с подложкой АМгЗ, однако полного сплавления не произошло. Характер микроструктуры изменяется в зависимости от удаленности от границ контакта с АМгЗ. В объеме припоя сохраняется его исходная структура, состоящая из первичных кристаллов твердого раствора на основе α -Zn (Cu, Al) и мелкодисперсных эвтектических колоний [74]. По мере приближения к зоне контакта эвтектическая структура укрупняется, а количество твердого раствора на основе α -Zn становится меньше. В зоне контакта на поверхности припоя образуются достаточно крупные (30-60 мкм) округлые кристаллы Al(Zn) с большим содержанием алюминия. На микрошлифе образца АМгЗ, рисунок 19(б), наблюдается

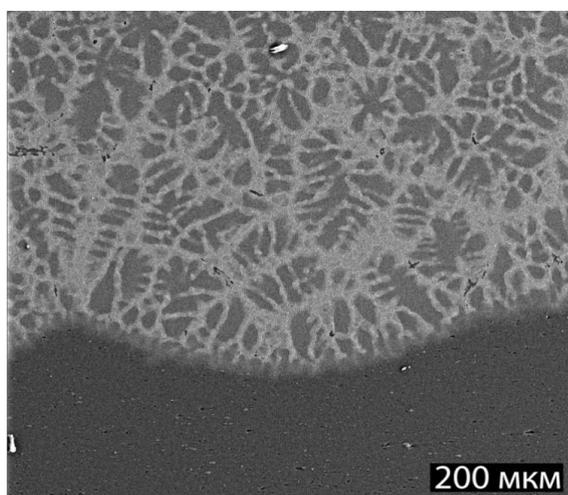
крупная дендритная микроструктура α -Al с междендритным пространством, заполненным эвтектической микроструктурой и включениями. Характерный размер первичных ветвей дендритов α -Al составляет 50-100 мкм, что находится на верхнем пределе значений, допустимых для паяных соединений. На границе зоны оплавления наблюдается сплошной слой твердого раствора α -Al, что связано с диффузией легирующих компонентов сплава АМг в подложку [75]. Плавление подложки происходит в результате диффузии Zn из припоя в пластину АМгЗ.



(a)



(б)

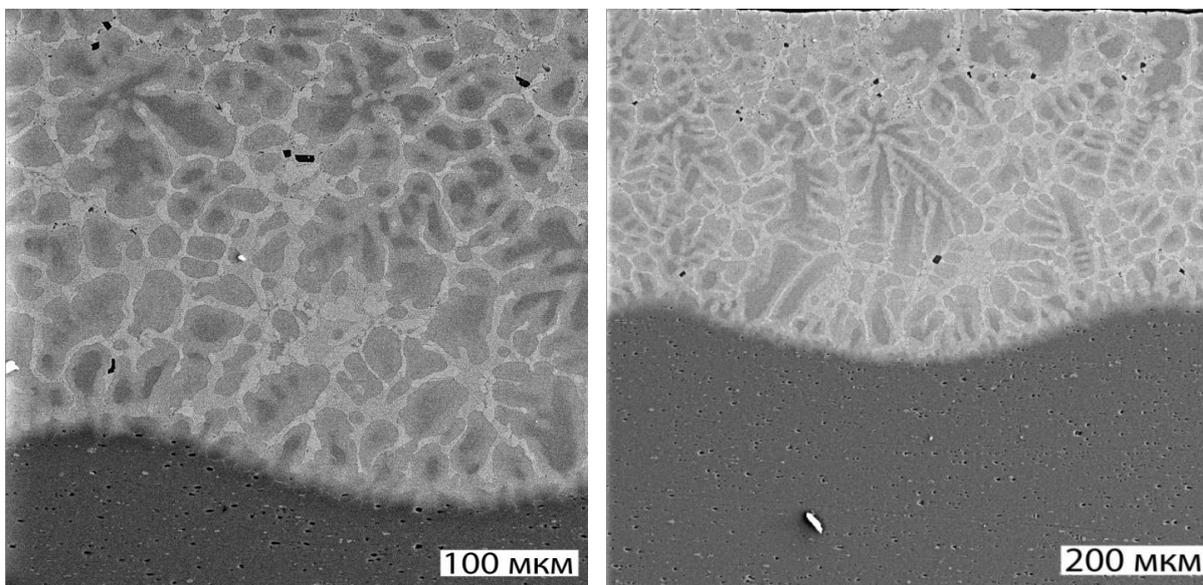


(в)

Рисунок 20 – СЭМ изображения луженых пластин АМгЗ припоем HTS-2000 после температурных испытаний при временах выдержки:

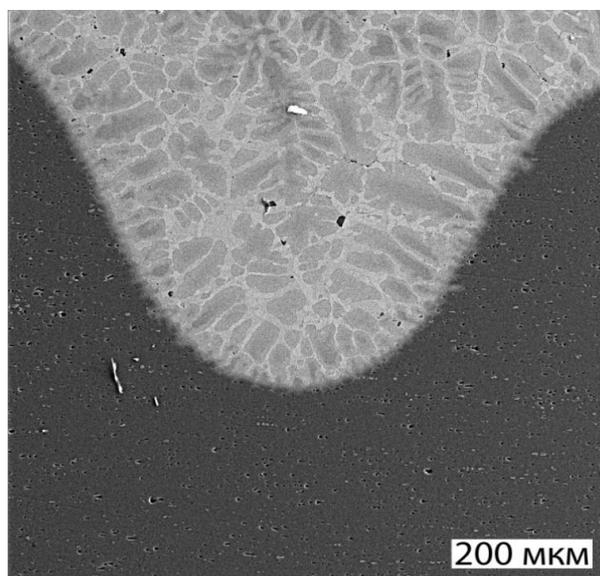
(а) 1 минута, (б) 3 минуты и (в) 5 минут

Температура испытаний 400 °С



(a)

(б)



(в)

Рисунок 21 – СЭМ изображения луженых пластин АМг3 припоем HTS-2000 после температурных испытаний при временах выдержки:

(а) 1 минута, (б) 3 минуты и (в) 5 минут

Температура испытаний 450 °С

Кристаллизация начинается с образования дендритов α -Al. Рост дендритов α -Al сопровождается вытеснением легирующих компонентов в расплав, что приводит к их накоплению на фронте кристаллизации. В результате этого на следующем этапе вокруг дендритов образуются сплошные кристаллы на основе легирующих элементов, которые являются ведущей фазой для эвтектики и инициируют ее кристаллизацию [76]. Как видно из

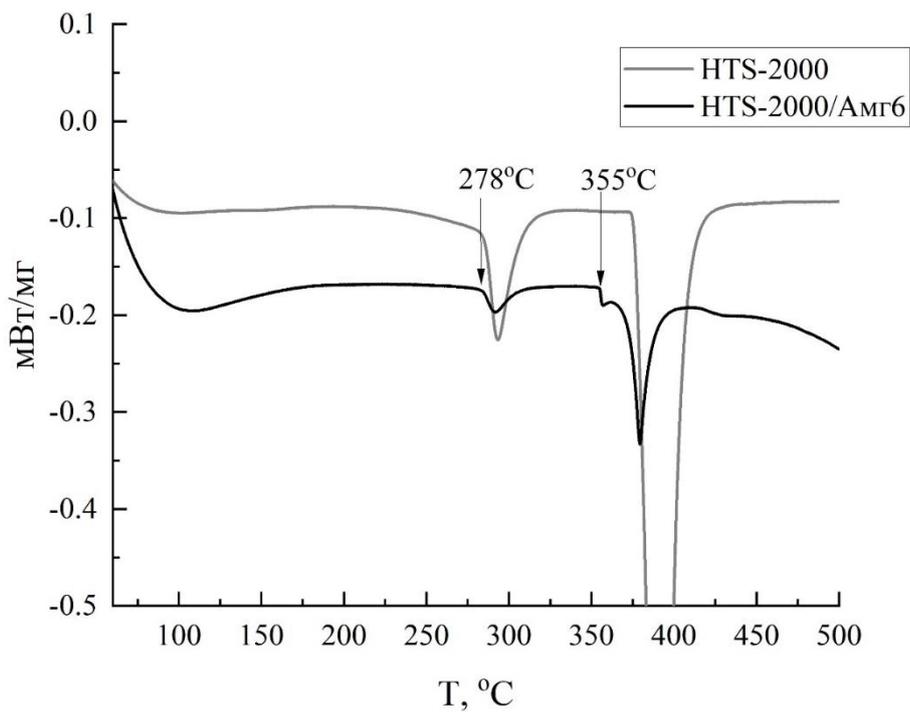
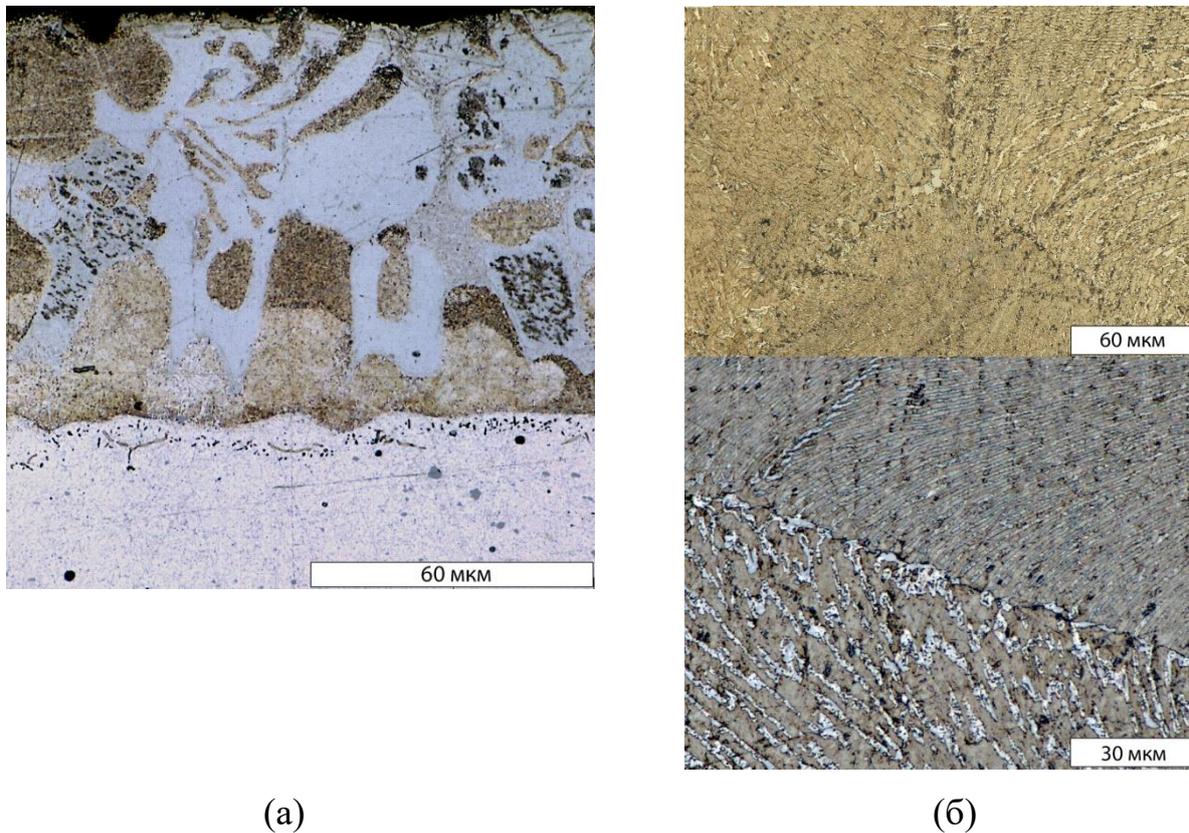
приведенных данных экспериментов, после термических испытаний на поверхности пластины АМгЗ наблюдается глубокая эрозия в зоне контакта с припоем HTS-2000, при этом припой не смачивает поверхность АМг из-за наличия на поверхности достаточно плотной оксидной пленки. Для инициации смачивания оксидную пленку необходимо механически разрушить, что и производилось в дальнейшем при лужении пластин припоем.

Исследование контактного сплавления в среде азота показало, что взаимодействие припоя и подложки происходит даже при наличии оксидной пленки на поверхности матричного материала. Чтобы обеспечить смачивание припоем поверхности необходимо механически удалять оксидную пленку. Удаление оксидной пленки осуществлялось с помощью трения прутка припоя о поверхность матрицы АМг.

Отжиг луженных образцов при температуре 400 °С показал, что с увеличением времени выдержки зона эрозии увеличивается. При этом видно, что характерный размер микроструктуры резко меняется. При выдержке в 1 минуту (рисунок 20, а) можно наблюдать типичную для алюминиевых сплавов структуру – дендриты α -фазы (до 100 мкм) и равномерную эвтектику, поры при таком режиме обработки практически отсутствуют. С увеличением времени выдержки в 3 минуты в зоне припоя наблюдается небольшое количество усадочных пор (рисунок 20, б). Характерный размер дендритов достигает размеров 150-200 мкм, также видно, что они имеют неравномерный фазовый состав. На округлых участках дендритов наблюдается рост интерметаллидов (светлые области), происходит вырождение эвтектики. При выдержке в 5 минут зона эрозии увеличивается на 50-100 мкм, количество пор в зоне припоя существенно увеличивается (рисунок 20, в).

При повышении температуры отжига до 450 °С глубина эрозии в матрице увеличивается дополнительно на 100-150 мкм (рисунок 21 а, б, в). Микроструктура практически не меняется, как и при температуре 400 и выдержке 5 минут. Следовательно, высокие времена выдержки приводят к вырождению эвтектики, росту крупных интерметаллидов в междендритном пространстве и неравномерности фазового состава [77].

Следующим этапом исследования было изучение поведения расплава припоя на поверхности пластин из сплава АМгб. Матрица экспериментов для сплава АМгб представлена в таблице 5. Перед процессом температурной выдержки образцы, как и при пайке, сначала подвергались лужению припоем. Для этого вырезанные пластинки помещались на нагревательный элемент стенда УПП-1 и нагревались до температуры 400 °С. Температура начала плавления припоя находится в диапазоне 380-390 °С, поэтому чтобы избежать образования двухфазной зоны и образование непропаев образцы перегревались на 10-15 °С. На стадии плавления припоя производится механическое удаление оксидных пленок с помощью трения прутка припоя о поверхность основного материала. После лужения образцы снимались с нагревателя и остывали до комнатной температуры, скорость охлаждения не фиксировалась. После чего слой припоя выводили механически, достигая значения толщины слоя припоя в 0.1 мм. Далее образцы нагревались до 400 °С с контролем температуры с помощью ПИД регулятора на нагревательном стенде. Время температурной выдержки для серии испытаний выбиралось 1 и 2 минуты, так как важным параметром влияющим на характер микроструктуры оказывает в основном время выдержки. Скорость нагрева составила 25 °С/мин., скорость охлаждения 10 °С/мин, образцы остывали медленно с печью.



(в)

Рисунок 22 – Микроструктура зоны наплавки припоя после лужения (а), эвтектическая структура припоя HTS-2000 после термической обработки (б), сравнение ДСК кривых исходного припоя (серая линия) и луженого на АМГб (черная линия) (в)

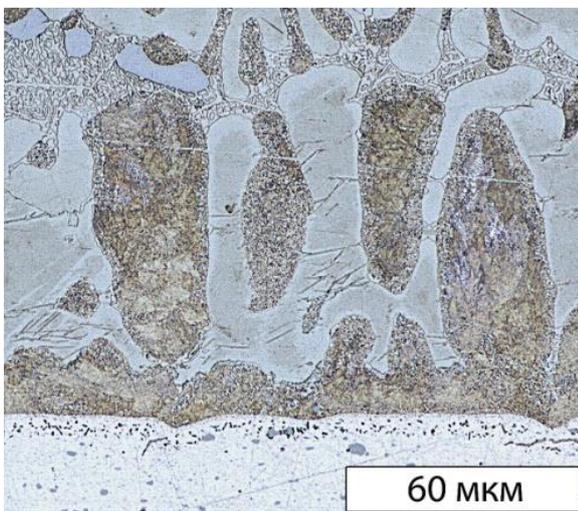
Если рассмотреть детально микроструктуру (рисунок 22 а), образовавшуюся после лужения припоем, можно сделать вывод, что образуется очень развитая микроструктура на предварительной стадии лужения до пайки. Даже при малых временах выдержки, которые достигаются при лужении, и высоких скоростях охлаждения микроструктура представляет собой крупные (порядка 40 мкм) столбчатые кристаллы твердого раствора Al(Zn), крупную эвтектику $\alpha+\beta$ и крупные кристаллы Zn(Al) в которых сохраняется исходная структура интерметаллида CuZn₅. При этом явно прослеживается неоднородность столбчатых кристаллов по фазовому составу, вероятно, внутри происходит распад твердого раствора α на α и α_1 , обогащенного Al [78]. Первая стадия кристаллизации сопровождается ростом эвтектики $\alpha+\beta$, после этого происходит образование твердых растворов на основе Zn(Al) и Al(Zn). На границе припой – подложка видно, что сохраняется исходная зеренная микроструктура сплава АМгб. Верхняя часть микроструктуры сохраняет следы эвтектической кристаллизации, но структура грубее, чем исходная структура припоя. Мелкодифференцированная эвтектическая микроструктура после медленного охлаждения припоя представлена на рисунке 22 (б), морфология структуры изменилась со сферолитной на зеренную. На рисунке 22 (в) представлены термограммы в сравнении с температурами зарегистрированными для припоя HTS-2000 в исходном состоянии и образца после лужения. Из графика видно, что на стадии лужения смещаются температуры начала плавления. Это связано с изменением химического состава припоя и образованием твердых растворов α и β . Выявлено, что Zn в силу высокой диффузионной подвижности и своей активности приводит к формированию развитой микроструктуры со сложным фазовым составом. Показано, что микроструктура сплава АМгб с припоем на основе Zn включает твердые растворы Al(Zn) и Zn(Al), интерметаллидную фазу Cu–Zn и эвтектические структуры. Показано, что формирование интерметаллидной фазы приводит к измельчению эвтектики $\alpha+\beta$, которая также включает структуры распада высокотемпературного твердого раствора на основе Zn с большим содержанием Al, чем низкотемпературный.



(a)

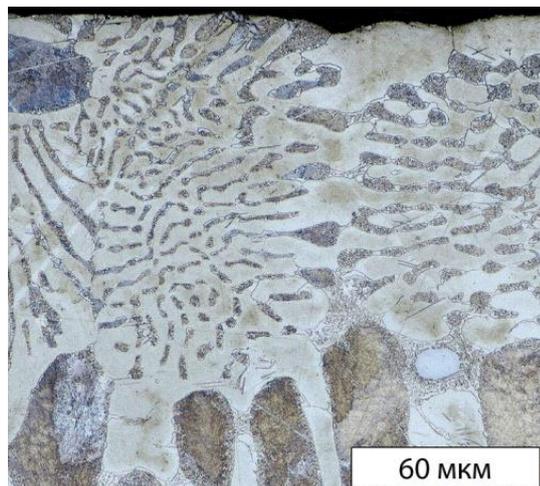


(б)



(в)

Рисунок 23 – Микроструктура АМг6 с наплавкой припоя после температурной выдержки при 400 °С и времени выдержки при пиковой температуре 70 секунд (~ 1мин.). Образец охлаждался с печью со скоростью 10 °С /мин. Исходный слой нанесенного лужением припоя составил 100 мкм



(a)



(б)



(в)

Рисунок 24 – Микроструктура АМг6 с наплавкой припоя после температурной выдержки при 400 °С и времени выдержки при пиковой температуре 144 секунды (~ 2 мин.). Образец охлаждался с печью со скоростью 10 °С /мин. Исходный слой нанесенного лужением припоя составил 100 мкм. Размеры столбчатых кристаллов составляют от 70 до 110 мкм

На рисунке 23 представлены микроструктуры наплавки припоя HTS-2000 на подложку из сплава АМгб после температурной выдержки при 400 °С в течение 70 секунд (около 1 минуты). Из анализа микроструктур видно, что после температурной выдержки слой наплавки припоя по сравнению со слоем после лужения увеличивается почти в три раза. Это обусловлено высокой активностью цинкового припоя, так как цинк активно диффундирует в матричный материал, тем самым снижая температуру плавления алюминия. При температурной выдержке происходит подплавление матричного материала и тем самым увеличивается зона взаимодействия припой – подложка. Микроструктура представляет собой крупные столбчатые кристаллы твердого раствора алюминия в цинке, крупные эвтектические колонии и дисперсную структуру распада.

На рисунке 24 представлены микроструктуры наплавки припоя HTS-2000 на подложку из сплава АМгб после температурной выдержки при 400 °С в течение 144 секунд (~ 2 минуты). Повышение времени выдержки приводит к увеличению размеров эвтектических колоний, при этом есть тенденция к уменьшению размеров столбчатых кристаллов, их размеры не превышают 70 мкм. Такой эффект происходит вследствие среднего смещения по химическому составу согласно фазовой диаграмме (рисунок 6). Область наплавки с увеличением времени выдержки становится больше. Фактически время выдержки определяет, сколько времени припой находится в состоянии расплава и насколько сильно происходит перераспределение компонентов, в частности, сколько диффундирует цинка и сколько твердого раствора образуется. Соответственно смещение происходит в область ближе к эвтектической точке и происходит повышение концентрации алюминия, это вызывает укрупнение эвтектической структуры.

Результаты исследований образцов после лужения и различных режимов температурных испытаний позволили выбрать оптимальный режим для пайки. Образцы спаев готовились в режиме нагрева до 400 °С, выдерживались не более 1 минуты и охлаждались с печью со скоростью 10-20 °С /мин. Методика

бесфлюсовой пайки АМгб цинковым припоем с предварительным лужением и удалением оксидной пленки механическим способом позволила повысить качество пайки. При детальном исследовании поперечных шлифов спаев с механическим удалением оксидной пленки и без удаления оксидной пленки были получены конкретные результаты по качеству шва. На рисунке 25 (а) представлен спай, полученный без применения методики предварительного лужения и удаления оксидной пленки с поверхности основного материала. Видно, что в центральной части шва наблюдаются протяженные области непропаев и усадочных пор, а также трещина вблизи галтели.

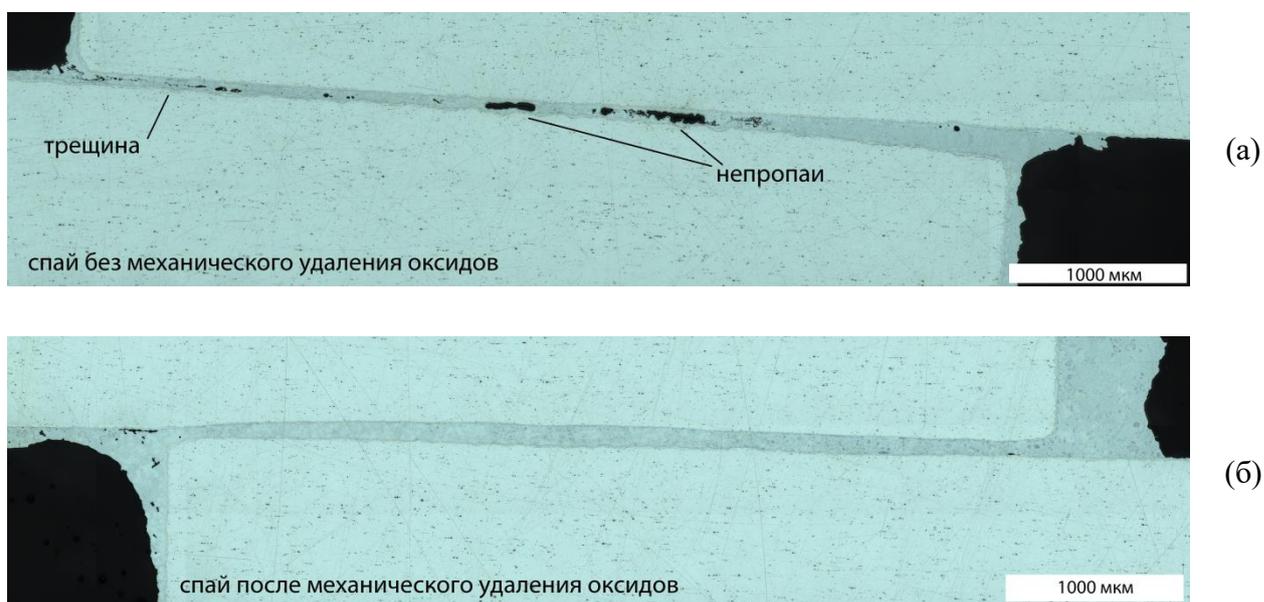


Рисунок 25 – Поперечные шлифы спаев внахлест: (а) без механического удаления оксидов с помощью пластинки поликристаллического корунда, присутствуют протяженные зоны непропаев и трещина в области галтели; (б) с удалением оксидов, количество дефектов минимальное

На рисунке 25 (б) представлен поперечный шлиф спая, полученный с применением предложенной в диссертации методики пайки. На шлифе видно, что паяный шов равномерный и количество дефектов минимально. В области галтели наблюдаются усадочные поры, которые образуются при кристаллизации припоя на границе элементов α -фазы и не связаны с захватом фронтом кристаллизации фрагментов оксидной пленки в зоне паяного шва.

На рисунках 26 и 27 представлена детальная микроструктура паяного

шва и области галтели.

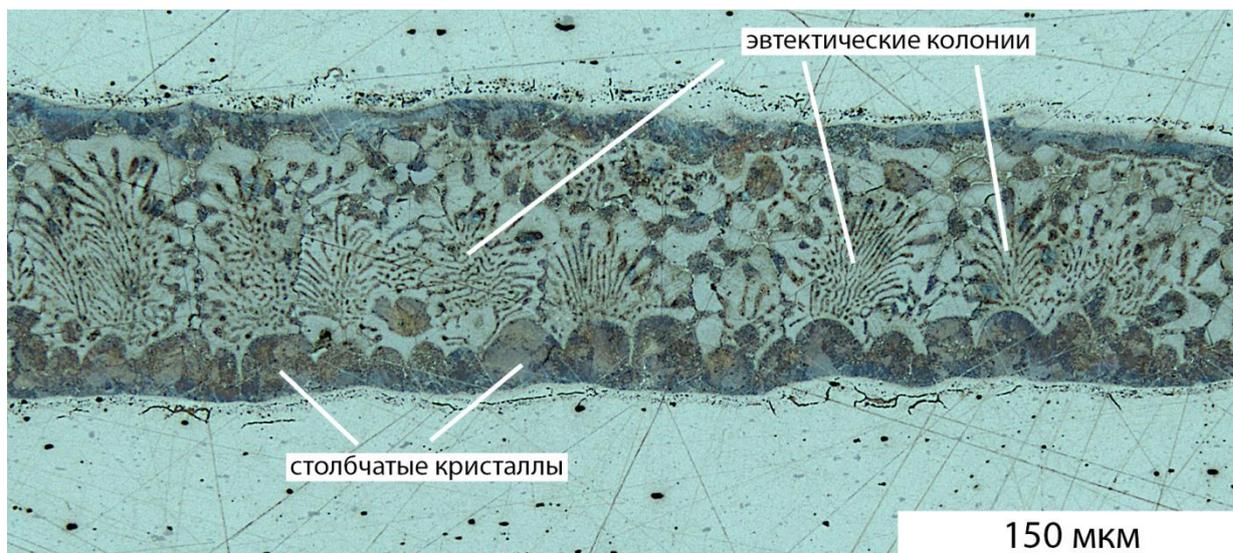


Рисунок 26 – Микроструктура паяного шва двух пластин АМгб с припоем Zn–Cu–Al, спай получен с предварительным лужением поверхности основного материала и механическим удалением оксидной пленки с помощью пластинки поликристаллического корунда. Режим пайки 400 °С, выдержка 1 минута, скорость охлаждения не более 20 °С/мин (рекомендованный режим пайки)



Рисунок 27 – Поперечный шлиф зоны галтели, показывающий переход от зоны столбчатых кристаллов на границе с основным материалом к развитым эвтектическим колониям с характерным размером 100-150 мкм

3.4 Исследование химического состава и фазового состава методами EDAX и PCA

Для анализа глубины проникновения цинка в области контакта проводили энергодисперсионный анализ образца АМгЗ после термических испытаний (рисунок 28). Химический состав зоны взаимодействия составил: 1) в первой точке ~83,8 вес. % Zn и ~2,9 вес. %Cu, остальное Al; 2) во второй точке ~78,4 вес. % Zn и ~2,4 вес. %Cu, остальное Al (таблицы 7 и 8 соответственно). Следовательно, Zn хорошо диффундирует в подложку АМгЗ, изменяет химический состав поверхности и влияет на образование сложной микроструктуры. Под действием термических напряжений на оксидной пленке, которая сдерживает припой в состоянии капли, могут образовываться микротрещины, сквозь которые атомы цинка свободно диффундируют в подложку из АМгЗ и вызывают ее подплавление.

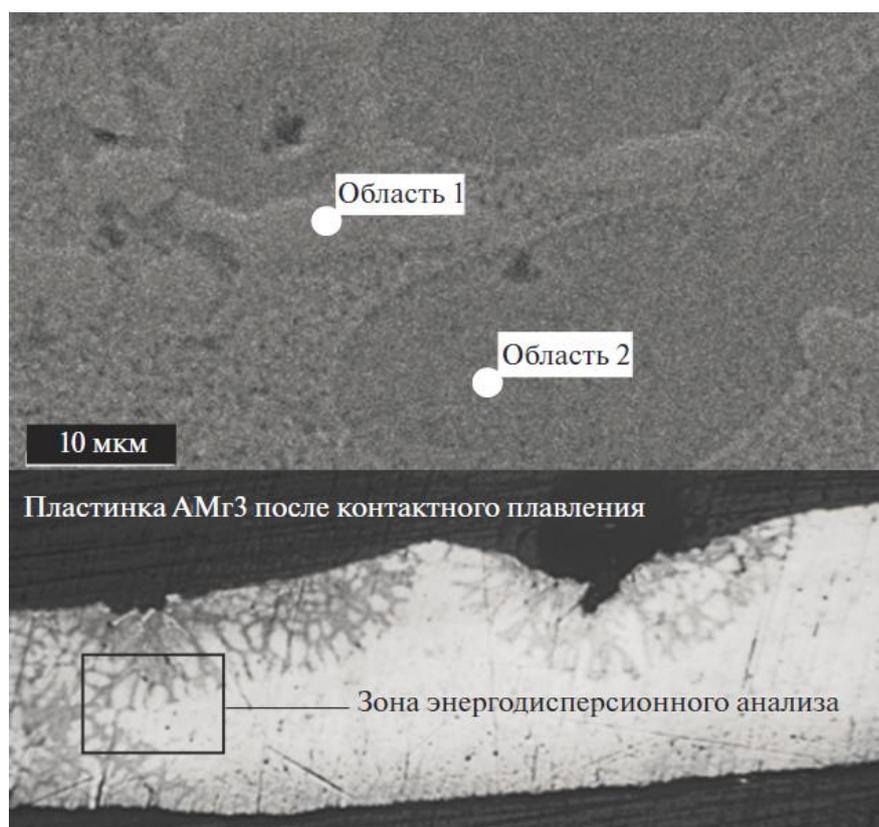


Рисунок 28 – Энергодисперсионный анализ химического состава зоны контактного взаимодействия сплава АМгЗ с припоем HTS-2000

Таблица 7 – Элементный состав области 1, отмеченной на рисунке 28

Элемент	масс. %	ат. %
O	0,79	2,69
Mg	3,20	7,15
Al	8,09	16,30
Si	0,56	1,08
Mn	0,37	0,37
Fe	0,20	0,19
Cu	2,98	2,54
Zn	83,81	69,67

Таблица 8 – Элементный состав области 2, отмеченной на рисунке 28

Элемент	Масс. %	ат. %
O	0,97	3,08
Mg	1,31	2,73
Al	16,60	31,11
Si	0,26	0,48
Cu	2,49	1,98
Zn	78,36	60,62

Результаты исследований фазового состава методом рентгеновского дифракционного рассеяния представлены на рисунках 29 и 30. На рисунке 29 представлена рентгенограмма матричного материала $AlMg_3$. Из рисунка 29 видно присутствие $\alpha-Al$ и остаточной фазы интерметаллида Al_3Mg_2 , что хорошо согласуется с фазовой диаграммой системы $Al-Mg$ (глава 1, рисунок 5).

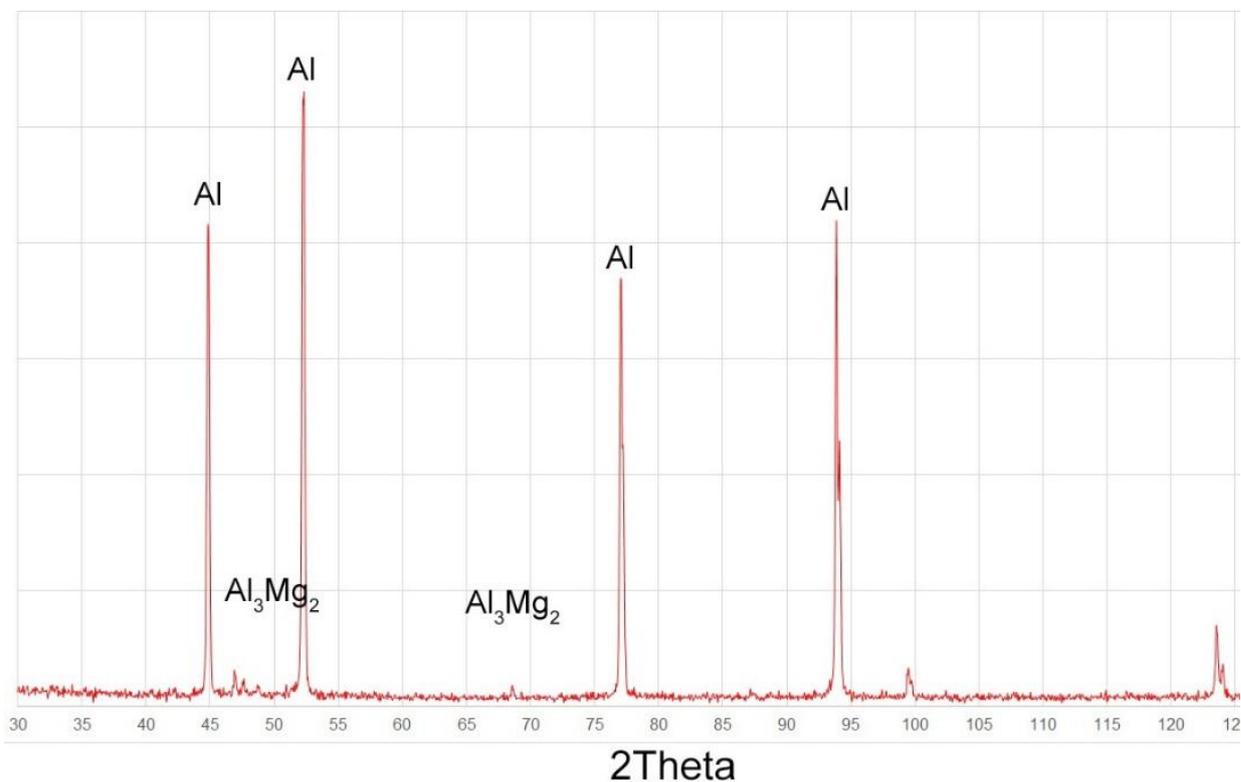


Рисунок 29 – Рентгенограмма матричного материала из сплава АМг3

На рисунке 30 представлена рентгенограмма образца припоя HTS-2000 нанесенного лужением на матрицу из АМг3. На рентгенограмме наблюдаются пики, соответствующие основной фазе α -Zn(Al), обогащенной алюминием (твердый раствор), фазам CuZn_5 и остаточному интерметаллиду AlMg. Состав припоя HTS-2000 согласно паспорта 97% Zn и 2% Cu, фазы образовавшиеся после термических испытаний хорошо согласуются с диаграммой Zn–Cu [3, 18].

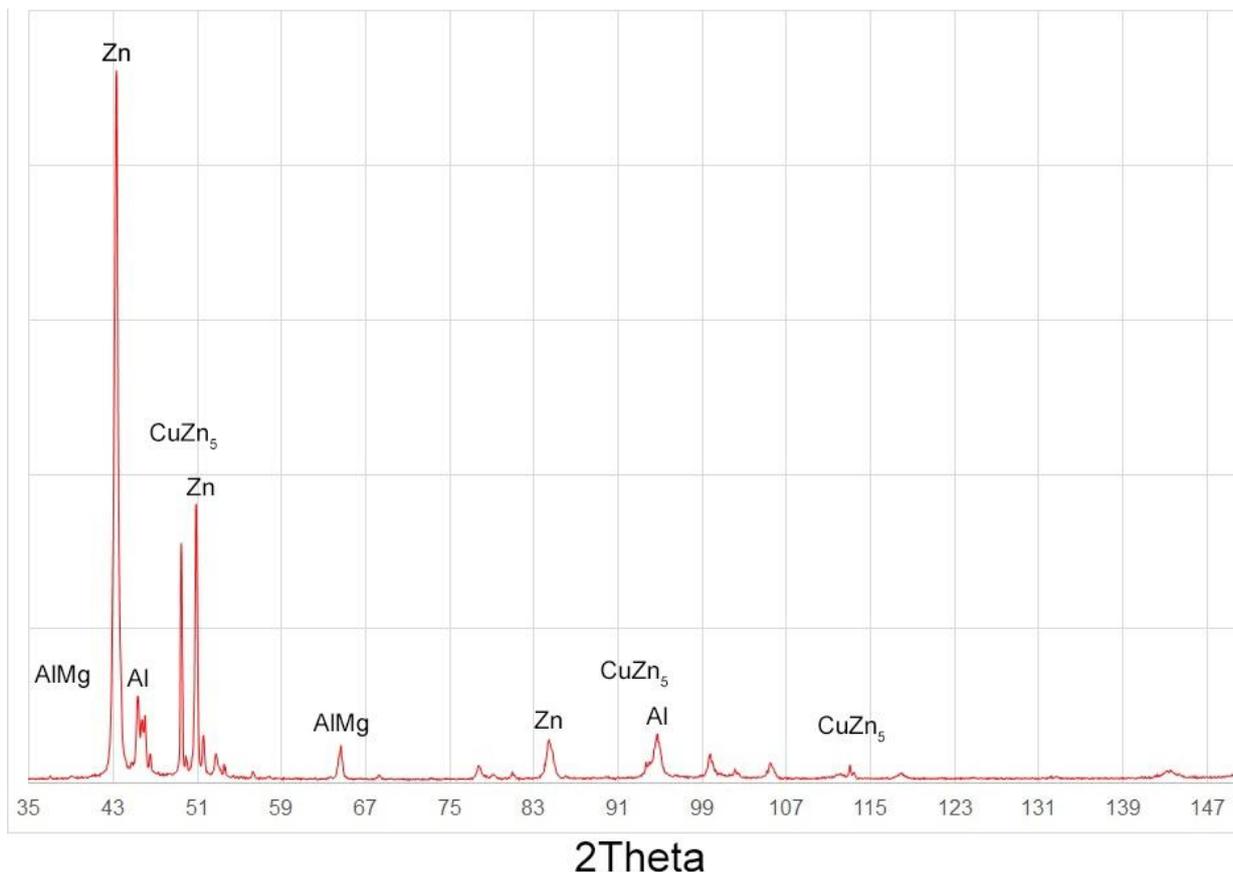


Рисунок 30 – Рентгенограмма материала припоя HTS-2000, нанесенного лужением на матрицу АМг3

После сопоставления результатов металлографии, энергодисперсионного анализа и рентгено-фазового анализа выявлен механизм кристаллизации по следующей схеме. На стадии лужения уже происходит образование сложной структуры зоны сплавления. После расплавления припоя происходит кристаллизация припоя в несколько этапов: происходит образование эвтектики (чередование α -Al и β -Zn), происходит рост твердого раствора на основе Al(Zn) и при смещении по составу образуется структура распада по механизму перитектической реакции и образование твердого раствора Zn(Al), который в дальнейшем распадается на обогащенные растворы α -Zn и α -Al. При перегреве образца до температуры 450 °С эвтектика вырождается и микроструктура образуется по механизму дендритного роста с отдельной кристаллизацией (рисунок 21) [79].

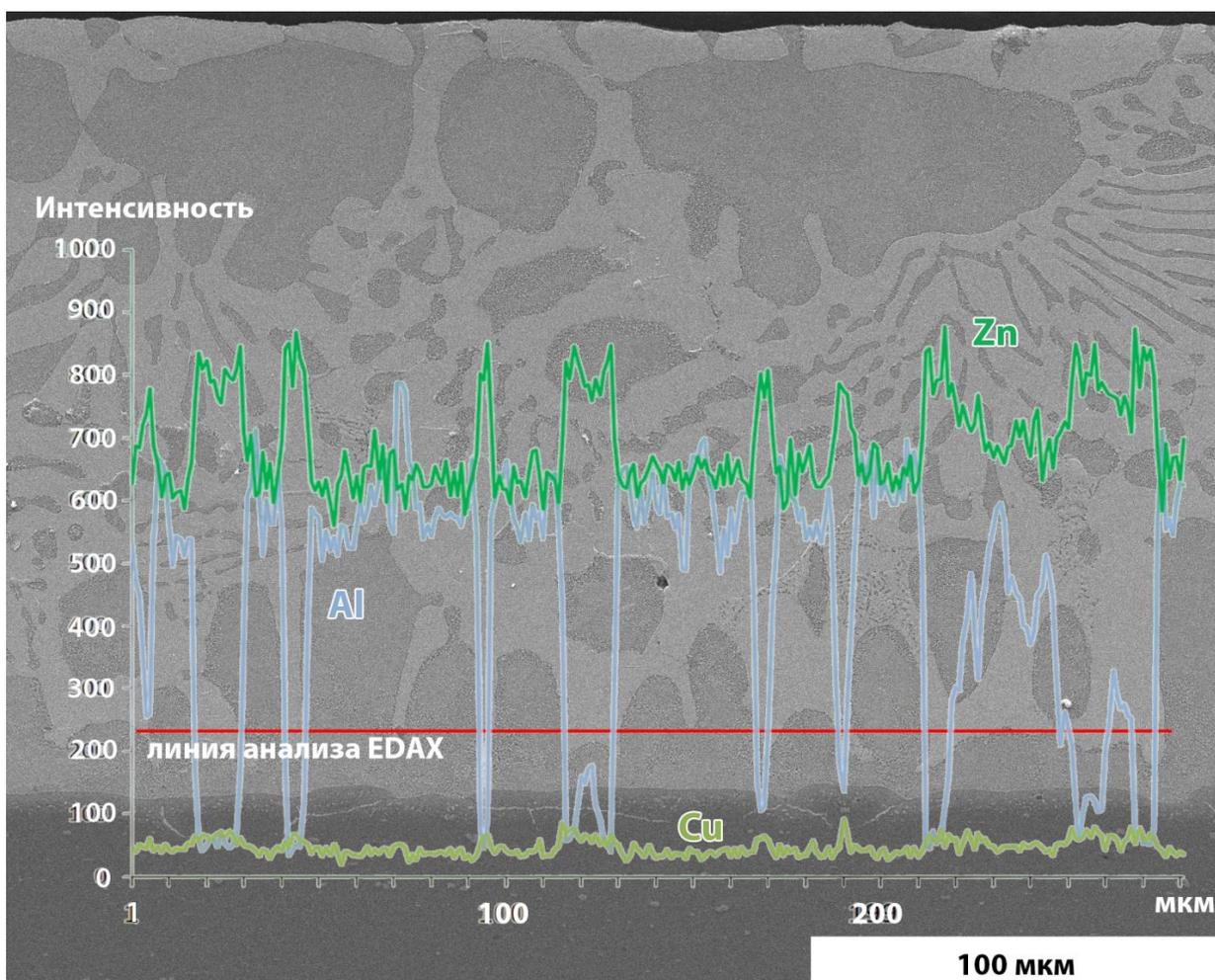


Рисунок 31 – Энергодисперсионный анализ зоны взаимодействия припоя и основного материала АМгб после температурной выдержки при 400 °С

На рисунке 31 показан профиль энергодисперсионного анализа вблизи зоны взаимодействия припоя и основного материала АМгб. Профиль представляет собой данные вдоль линии и характер изменения химического состава в зависимости от типа микроструктуры. Светлосерые области представляют собой области, обогащенные Zn и Cu, в свою очередь темносерые представляют собой твердые растворы Al(Zn) и Zn(Al). При этом в области столбчатых кристаллов наблюдается неоднородность по фазовому составу вследствие распада твердого раствора Al(Zn) на α и α_1 [78].

Выводы к главе 3

1. Результаты экспериментального исследования показали, что пайка сплавов системы АМг с припоями на основе Zn–Cu–Al и Zn–Al потенциально перспективна, об этом свидетельствует образование зоны сплавления. Контактное плавление припоев приводит к диффузионным эффектам в области соприкосновения, когда компоненты припоя проникают в матричный материал и вызывают его плавление. Тем самым инициируется формирование сложной микроструктуры, состоящей из эвтектики, интерметаллидов и столбчатых кристаллов.
2. Образования зоны контактного сплавления матричного материала и реакционно-активного припоя недостаточно для формирования металлургического соединения. Основным фактором, необходимым для растекания припоя по поверхности матричного материала, – это нарушение сплошности оксидной пленки. В случае реакционно-активной пайки такой сценарий реализуется при механическом нарушении сплошности оксидной пленки как на образце припоя, так и на поверхности матричного материала. В результате такого нарушения обеспечивается контакт материала припоя с матричным материалом, когда поверхность матрицы подплавляется в результате диффузии цинка в поверхностный слой.
3. Установлено, что основное влияние среди набора управляющих параметров процесса на микроструктуру при пайке АМгЗ оказывает время выдержки при максимальной температуре. При увеличении времени выдержки за счет активной противонаправленной диффузии компонентов (Zn и Al) протекает глубокая эрозия подложки. По мере увеличения времени выдержки наблюдается рост количества пор, что может потенциально привести к образованию трещин на границе “припой-матрица”.
4. Рентгеноструктурный анализ исходного матричного материала показал, что в матрице до термических испытаний с припоем присутствует остаточный интерметаллид AlMg. После лужения припоем в

поверхностной зоне происходит как активная диффузия Zn из припоя в матрицу, так и диффузия Mg из матрицы в зону контактного взаимодействия. Это приводит к образованию интерметаллида Me_xMg_y в зоне спая, который может ухудшать механические свойства соединения.

5. По результатам ДСК и структурно-фазового анализа выявлено, что добавление Cu в систему Zn–Al снижает температуру плавления на 20-30 °С, что улучшает условия контактного плавления с матрицей АМг.
6. Глобальное изменение микроструктуры после лужения припоем связано со смещением по химическому составу вследствие образования твердых растворов Al(Zn) и Zn(Al). Результирующая микроструктура состоит из смеси четырех фаз: двух твердых растворов α и α_1 на основе Al, твердого раствора β на основе Zn и интерметаллида $CuZn_5$.
7. Активная диффузия цинка обеспечивает формирование обширной зоны подплавления, при этом области богатые цинком при кристаллизации содержат интерметаллидную фазу $CuZn_5$, которая препятствует образованию интерметаллидов на основе системы Me_xMg_y , что не приводит к охрупчиванию соединения.

ГЛАВА 4. Исследование разрушения паяных соединений АМг припоями на основе Zn

Для определения прочностных свойств образцы после пайки подвергались испытаниям на растяжение. Методика подготовки спаев основывалась на результатах исследований и выбора режимов, представленных в обзоре выше. В данном разделе рассматривается методика подготовки образцов под механические испытания, обсуждение результатов нескольких серий механических испытаний и фрактографического анализа изломов после разрушения. Данные результаты использовались для описания механизмов разрушения и влияния режимов пайки на конечные механические свойства паяного соединения. Результаты исследований, описанных в настоящей главе, опубликованы в полнотекстовой статье в журнале “Вестник ПНИПУ Машиностроение, материаловедение” [80], входящий в список изданий, рекомендованных для публикации результатов диссертаций.

4.1 Первая серия механических испытаний

Процесс пайки целесообразно отнести к физико-химическим методам в отличие от сварки, которая относится к металлургическому способу соединения деталей. При пайке не происходит существенного изменения механических свойств матричного материала, так как соединение осуществляется за счет кристаллизации расплава припоя без значительного переплава матричного материала. При этом важно обеспечить надежное соединение деталей, учитывая подготовку поверхности матричного материала, режимы пайки и способы нанесения припоя [2, 4, 65]. Одной из основных методик оценки механических свойств в паяном соединении является измерение максимального сдвигового напряжения при разрушении зоны паяного шва [72, 81]. В связи с этим, в настоящей работе проведено исследование прочности паяных соединений сплавов АМг3 и АМг6 методом разрушения на срез. Для этого выполнено комплексное исследование, включающее непосредственно механические испытания, анализ поверхности

изломов методами фрактографии, металлографии и электронной микроскопии. Получены новые данные о взаимосвязи механических и структурно-фазовых характеристик паяных швов.

Таблица 9 – Механические свойства сплавов АМг3 и АМг6 согласно [60, 62]

	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\tau_{ср}$, МПа
АМг3	60÷100	175÷245	7-15	110÷130
АМг6	120÷275	275÷375	6-15	140÷170

В таблице 9 представлены механические свойства сплавов АМг3 и АМг6 в исходном состоянии. Как обсуждалось в главе 1, сплавы алюминия с магнием обладают достаточно высокими механическими свойствами и с ростом концентрации магния значения механических основных механических характеристик увеличиваются.

Для изготовления образцов для механических испытаний использовали пластины, вырезанные из листа толщиной $(1,874 \pm 0,003)$ мм для образцов из сплава АМг3 (номинальная толщина листа 2 мм) и толщиной $(1,413 \pm 0,002)$ мм для образцов АМг6 (номинальная толщина листа 1,5 мм). Заготовки вырезали методом лазерной резки на промышленном лазере во избежание коробления металла для сохранения плоской поверхности металла в зоне спая. Заготовки имели следующие размеры, представленные на рисунке 32.

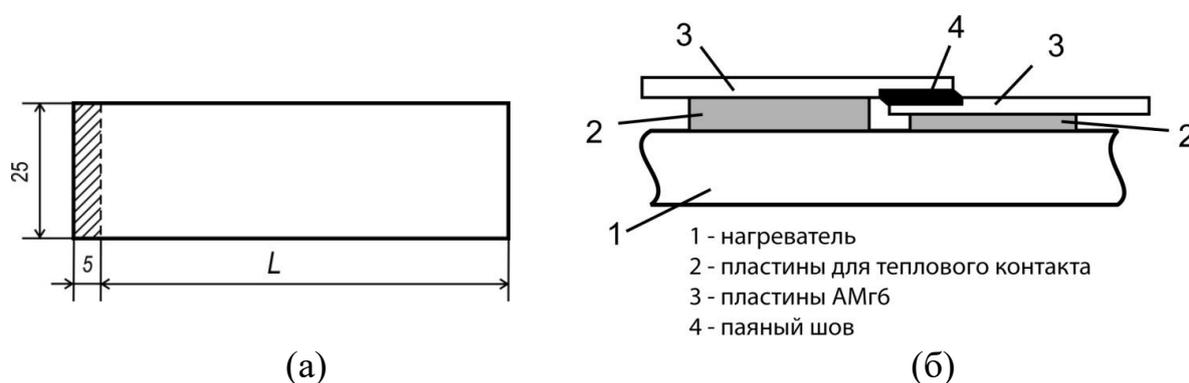


Рисунок 32 – (а) Схема пластины АМг для пайки внахлест. Длина L нижней пластины 80 мм, верхней – 105 мм. Величина нахлеста 25 x 5 мм. (б) Схема пайки внахлест на стенде УППП-1

Конец 25 мм более длинной пластины отгибали, чтобы получить возможность удерживать и перемещать пластину в процессе пайки. Ширина

паяного внахлест соединения составляла во всех случаях 5 мм. Размеры зоны спая выбирали таким образом, чтобы разрушение гарантированно произошло по зоне спая, а не по телу основного материала.

Образцы готовили с помощью методики реакционно-контактной пайки, перед сопряжением пластин поверхность образцов лудилась [82]. Температурный режим устанавливали с помощью программируемого ПИД-регулятора Овен ТРМ251, контроль температуры осуществляли термопарой хромель-алюмель. Лужение пластин для первой серии испытаний проводилось трением прутка припоя о поверхность, при этом осуществлялось механическое удаление оксидной пленки. Во второй серии испытаний механическое удаление оксидной пленки осуществлялось с помощью тонкой пластинки поликристаллического корунда в расплаве припоя. Температура лужения выбиралась 400 °С, после нанесения припоя образцы вынимались и остывали на воздухе. Образцы для механических испытаний получали путем соединения луженых заготовок методом пайки внахлест. При пайке производили двухступенчатый нагрев от комнатной температуры до 350 °С со скоростью 25 °С/мин и от 350 °С до 405 °С со скоростью 5 °С/мин. Такой режим нагрева необходим для избежания перегрева образцов, так как нагреватель очень инерционный и регулятор не позволяет сразу выйти на пиковую температуру. После расплавления припоя пластины прижимали друг к другу и смещали вдоль поверхности соприкосновения с целью механического разрушения образовавшегося на поверхности припоя слоя оксида цинка [83]. Далее не снижая усилия сжатия, образцы охлаждали до температуры 350 °С со скоростью 10 °С/мин. Затем продолжали охлаждение с той же скоростью без приложения прижимающего усилия до $t = 250$ °С.

Механические испытания проводили на испытательной машине Shimadzu, оснащенной термокамерой, позволяющей испытывать образцы при комнатной температуре и температуре $t = -80$ °С. Фактический режим механических испытаний представлял собой испытания на срез. Приложенное к зоне спая сдвиговое напряжение рассчитывали, относя приложенную нагрузку к площади спая по формуле [82, 83]:

$$\tau_{\text{срез}} = \frac{F_{\text{max}}}{a \times b}, \quad (1)$$

где $\tau_{\text{срез}}$ – разрушающее напряжение при срезе, F_{max} – максимальная приложенная сила перед разрушением, a и b – длина и ширина зоны спая.

Механические испытания проводились в три серии. Результаты первой серии испытаний представлены в таблице 10.

Таблица 10 – Результаты первой серии механических испытаний на срез паяных соединений АМг3 и АМг6 припоем HTS-2000

АМг3, комнатная температура					
обр.№	максимальная	напряжение	Примечание		
	сила F_{max}	при срезе $\tau_{\text{срез}}$			
	кН	МПа			
1	2812	16,1	Одна половина нелуженая		
2	3654	30,9			
3	6953	49,7			
АМг6					
При температуре $t = -80^{\circ}\text{C}$			При комнатной температуре		
№ обр.	максимальная	напряжение	№ обр.	максимальная	напряжение
	сила F_{max}	при срезе $\tau_{\text{срез}}$		сила F_{max}	при срезе $\tau_{\text{срез}}$
	кН	МПа		кН	МПа
1	7400	55,7	2	7691	54,7
3	5435	40,4	6	7547	49,5
4	5639	37,6	7	9032	64,5
5	7220	54,0	8	7822	47,8
		Ср. знач. = 46,3±4,2			Ср. знач. = 54,1±5,5

Первая серия механических испытаний проводилась на испытательной машине с использованием термокамеры. Образцы испытывались на срез при

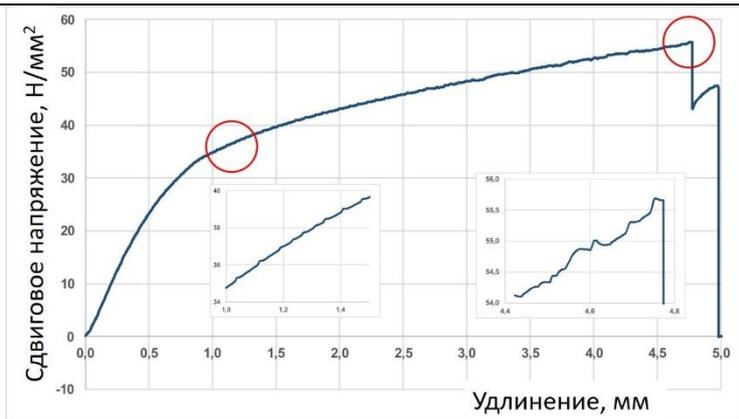
температурах $t = -80^{\circ}\text{C}$ и комнатной температуре. По результатам испытаний видно, что температура в термокамере несущественно влияет на значения максимального сдвигового напряжения (таблица 10). Среднее значение максимального сдвигового напряжения для первой серии составило порядка 50 МПа. Разрушение всех образцов происходило по месту пайки, кроме образца №5, во время испытания произошло проскальзывание в захватах.

Ниже представлены диаграммы зависимости “сдвиговое напряжение – удлинение” для всех образцов первой серии механических испытаний. Все диаграммы нагружения представляют собой типичную зависимость с участком упругой от 0 до 30 МПа и пластической деформации выше 30 МПа [84, 85]. На участке пластической деформации присутствуют осцилляции, связанные с образованием микротрещин при нагружении образцов. Осцилляции связаны с резким снижением величины нагрузки, а вблизи значений, близких к разрушению образца, осцилляции выражены сильнее. Существенное влияние на значения максимального напряжения при срезе оказывает деформация основного материала вблизи зоны пайки. Образцы фиксировались без проставочных пластин для поддержания соосности верхней и нижней пластин, и это повлияло на результаты механических испытаний. Если рассмотреть снимки изломов образцов 1, 3, 4 и 8 (рисунок 33), можно наблюдать характерные зоны разрушения, связанные с зонами непропаев при подготовке образцов. Излом имеет разброс по рельефу, что связано с присутствием оксидов в шве. При подготовке образцов не использовался флюс, а нанесение припоя и смачивание производилось механическим способом (трением прутка припоя о нагретую поверхность пластины АМгб). В связи с этим при нанесении расплава припоя на поверхность образца часть оксидов осталась на поверхности и могла остаться в толще слоя припоя после его кристаллизации.

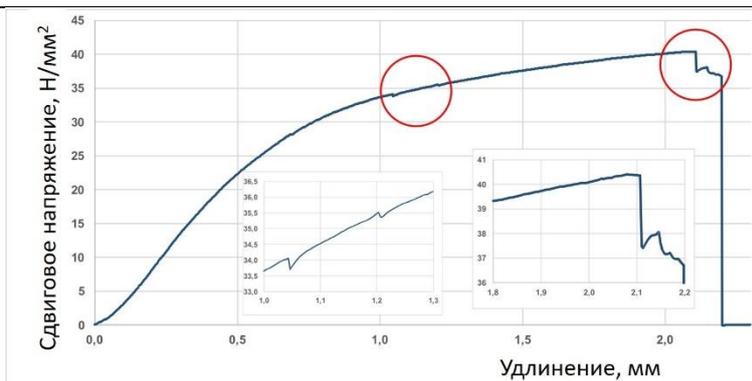
Диаграмма нагружения

Макроснимок излома

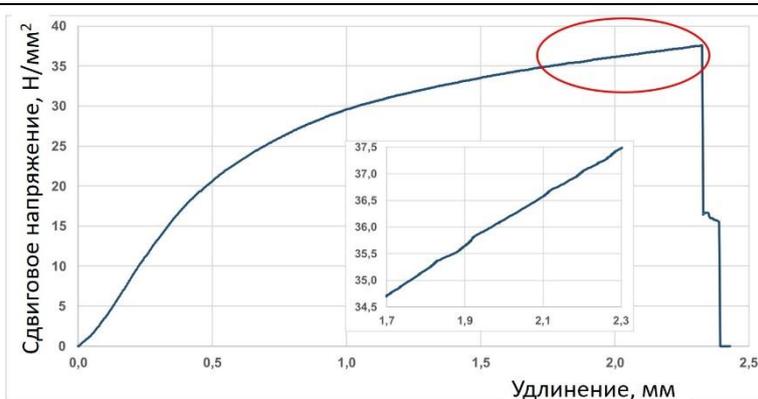
№



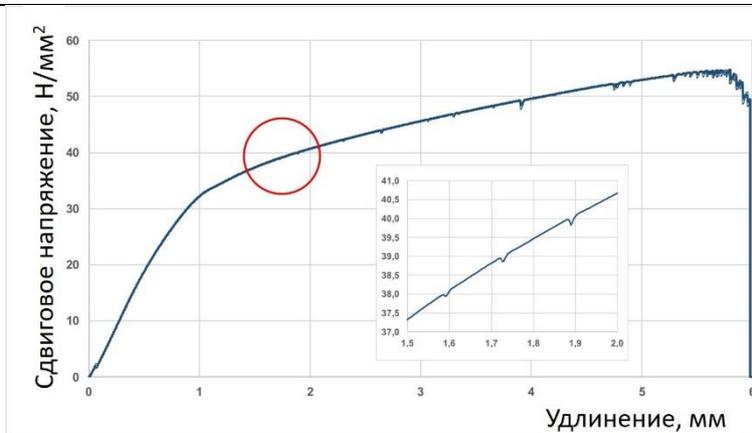
(1)



(3)



(4)



(2)

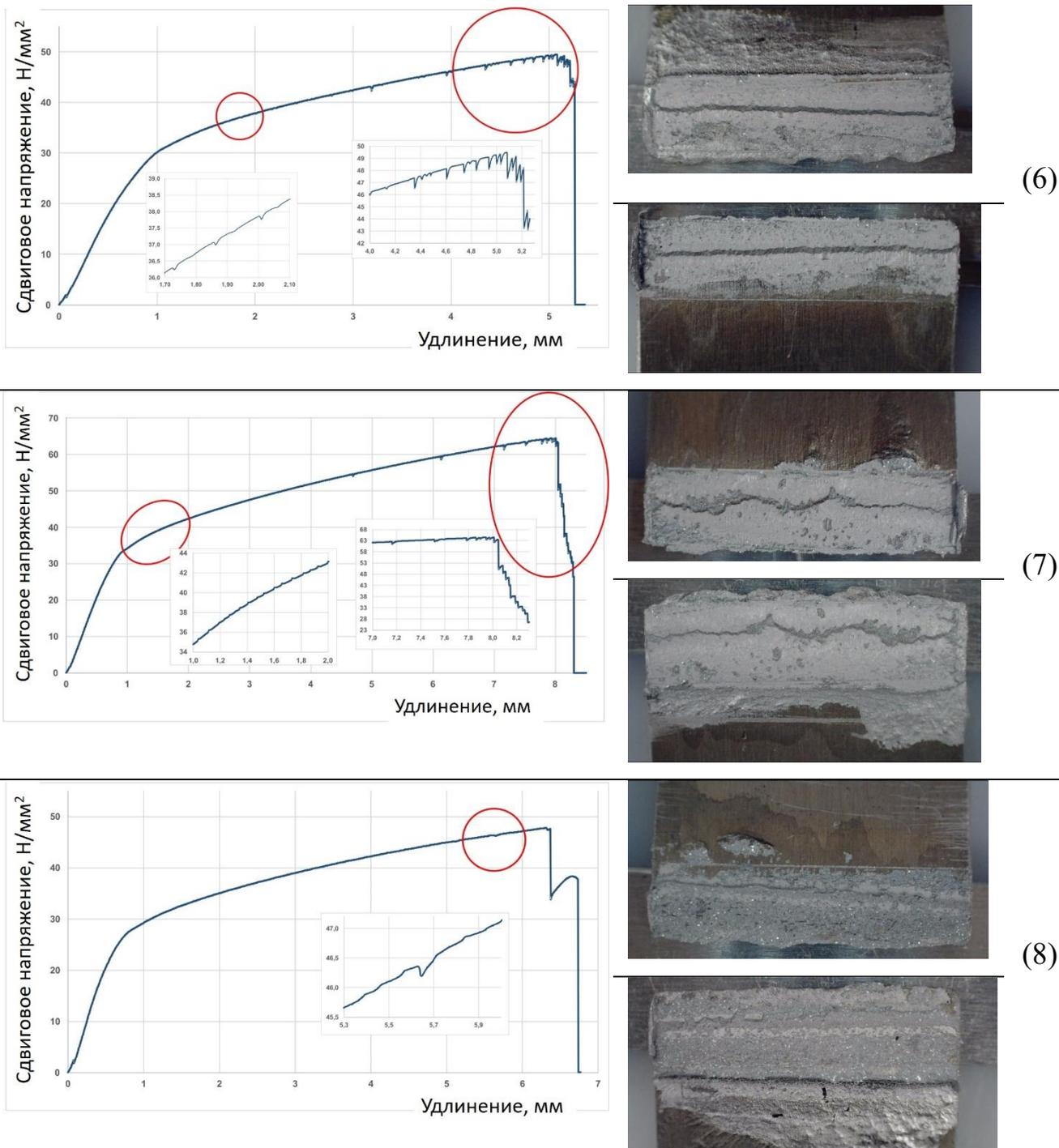


Рисунок 33 – Диаграммы нагружения образцов спаев АМгб с припоем HTS-2000 в координатах “сдвиговое напряжение – удлинение” и соответствующие им макроснимки изломов образцов с их порядковыми номерами

При детальном рассмотрении снимков образцов 2, 6 и 7 (рисунок 33) можно видеть протяженную трещину, по которой происходило разрушение образцов. В данном случае можно сделать предположение, что разрушение происходило по границе областей с различным типом микроструктуры. Самое

низкое значение сдвигового напряжения у образца 4. Если рассмотреть диаграмму нагружения и снимки изломов, можно сделать вывод, что разрушение идет практически сразу же при достижении максимальной нагрузки. На образце во время испытания не образуются трещины, образец практически сразу же разрушается. На изломе видно, что присутствуют зоны существенных непропаев и, вероятно, множество оксидных включений в зоне соединения.

4.2 Фрактографическое исследование изломов первой серии механических испытаний

После анализа результатов первой серии механических испытаний были выбраны образцы №1 и №7 с наибольшим значением напряжения при срезе $\tau_{\text{ср}}$ для дальнейшего изучения. Для образца №1 напряжение при срезе составило 55,7 МПа, испытание на разрушение проводилось при температуре $t = -80^{\circ}\text{C}$. Для образца №7 испытание проводили при комнатной температуре, напряжение при срезе составило 64,5 МПа.

На рисунке 34 представлен макроснимок излома образца №1 верхней и нижней части пластин. На макроснимке можно наблюдать существенные области непропаев, что могло повлиять на значение максимального напряжения при срезе. Области непропаев в основном образуются при некачественной подготовке поверхности перед пайкой. Механическое трение припоя о поверхность основного материала при лужении не позволяет полностью удалить оксиды с поверхности, что в дальнейшем влияет на механизм разрушения соединения [82].

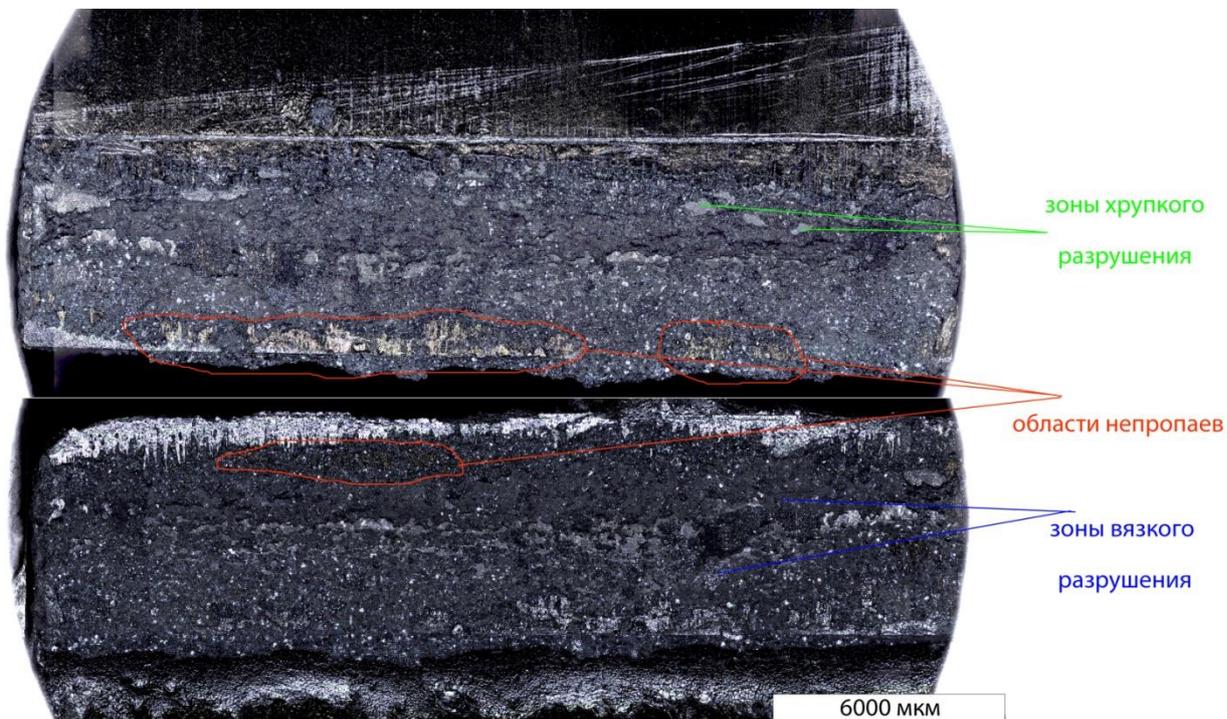


Рисунок 34 – Излом образца №1 первой серии механических испытаний

Обе стороны пластин после разрушения имеют различный рельеф поверхности, это связано с различным характером разрушения образцов. Плоские и гладкие поверхности, свет от которых хорошо отражается, представляют хрупкое разрушение. Траектория хрупкого разрушения близка к прямолинейной, излом нормален к поверхности и имеет кристаллический характер. Вязкое разрушение характеризуется отсутствием металлического блеска, что связано со сложным рельефом. Обычно вязкий излом имеет волокнистый рельеф [80, 81].

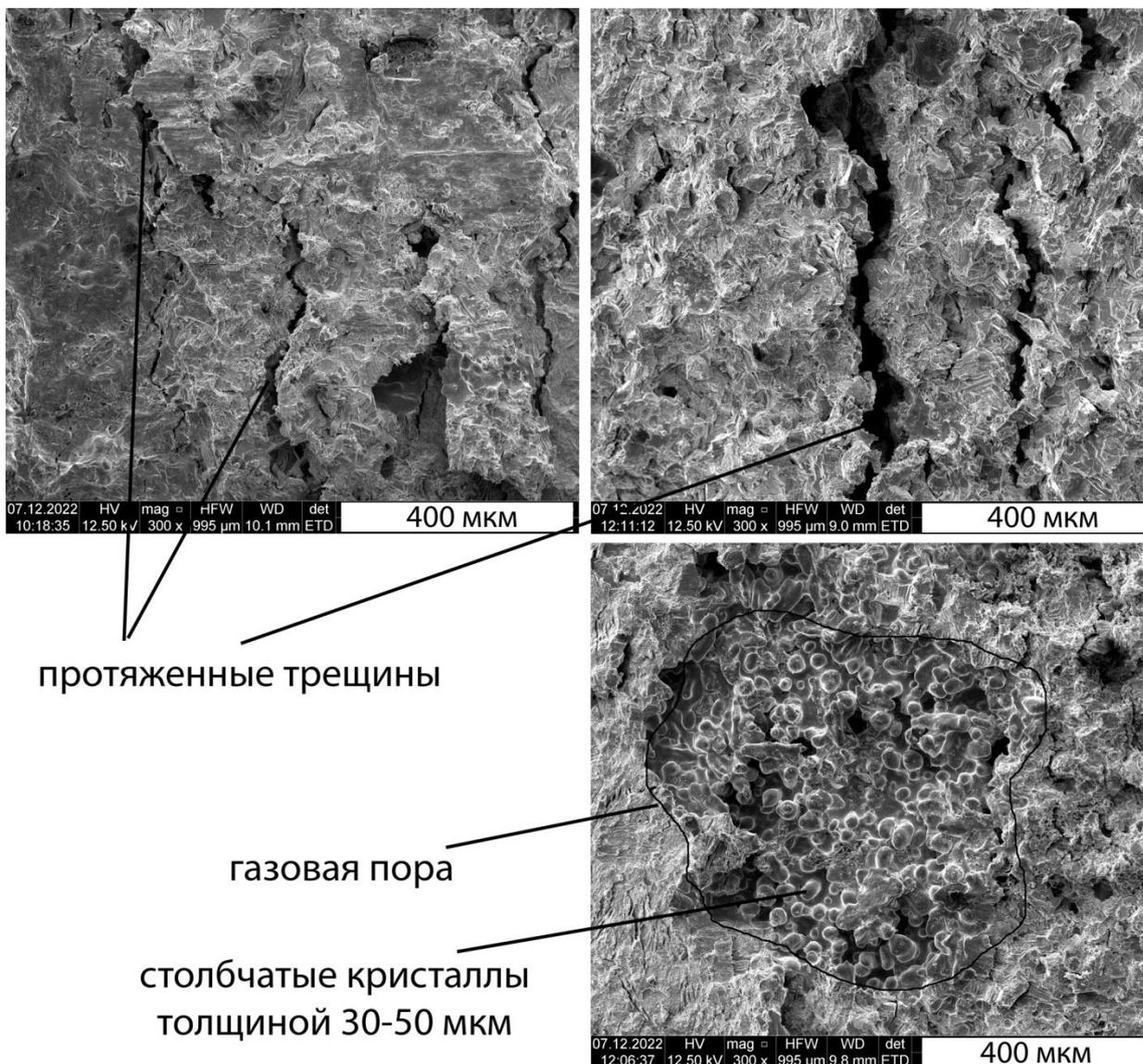


Рисунок 35 – СЭМ изображения изломов образца №1, где регистрируются протяженные трещины длиной от 100 до 400 мкм. Показана газовая пора с сохранением микроструктуры столбчатых кристаллитов

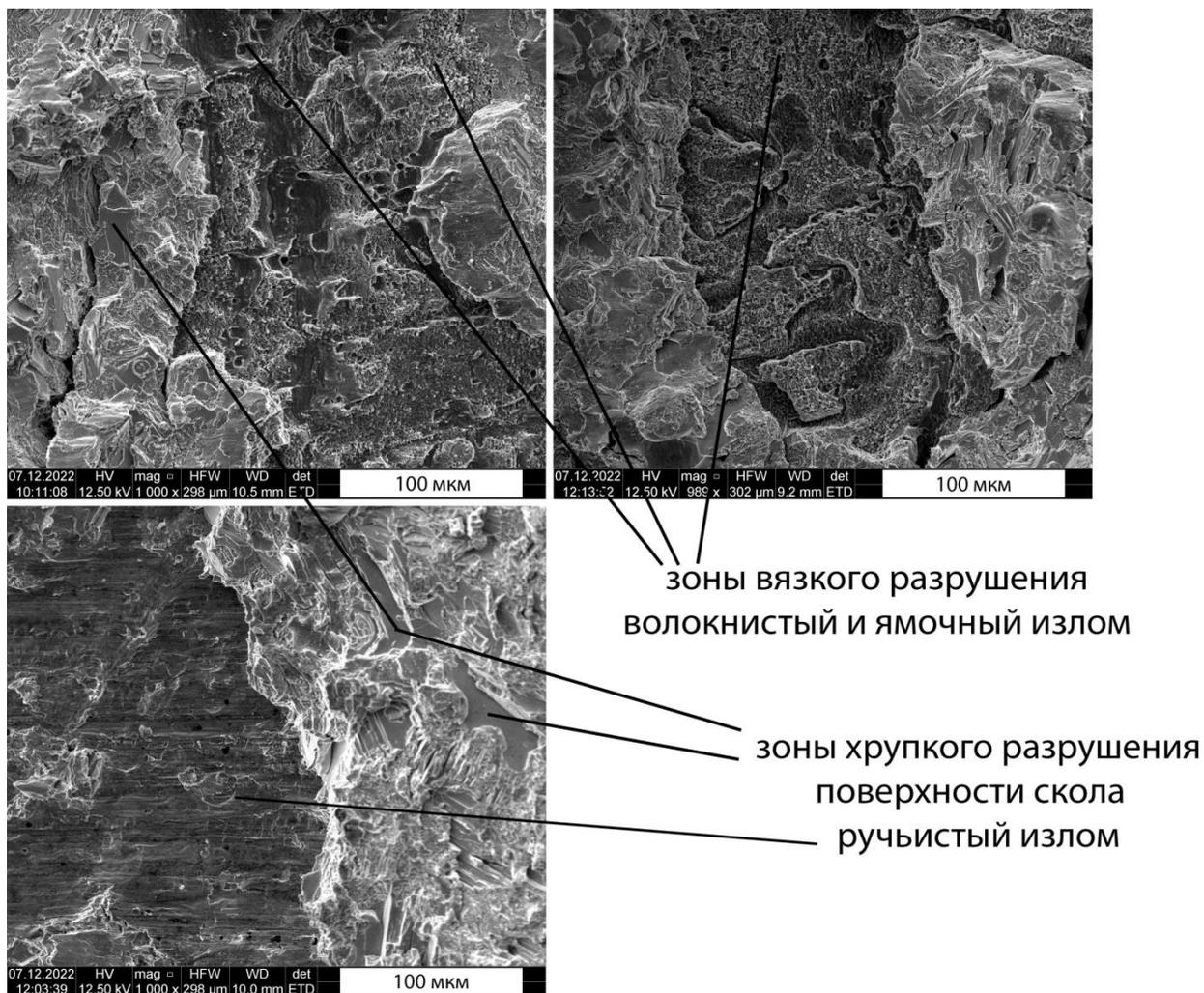


Рисунок 36 – СЭМ изображение изломов образца №1, где представлены зоны с различным типом разрушения

На рисунке 35 и 36 представлены области смешанного разрушения образца №1 с видимыми зонами хрупкого и вязкого разрушения. На поверхности излома присутствуют протяженные трещины размерами от 100 до 400 микрометров. Трещины образовывались на стадии пластической деформации и их зарождение связано с наличием хрупкой фазы на основе цинка. На рисунке 35 наблюдается газовая пора, возникающая вследствие локальной несмачиваемости паяемого материала припоем. Газовые поры также возникают из-за кратковременности термического цикла пайки в условиях выделения растворенных в жидком припое газы или паров компонентов припоя, паяемого материала с высокой упругостью испарения компонентов [86, 87]. Образованию газовых пор способствуют узкие зазоры и

горизонтальность их расположения, препятствующие дрейфу пор вдоль зазора к галтельным участкам шва. Характерной особенностью таких пор является их округлость и изолированность, тем они отличаются от усадочных пор. Усадочные поры возникают в сплавах с широким температурным интервалом твердожидкого состояния. Усадочные поры особенно резко развиваются в галтельных паяных швах или на стыках кристаллов твердого раствора в капиллярном участке швов. Они снижают механические свойства, герметичность, вакуумную плотность и электрическую проводимость паяных соединений. Характерной особенностью таких пор является их остроугольная форма [87].

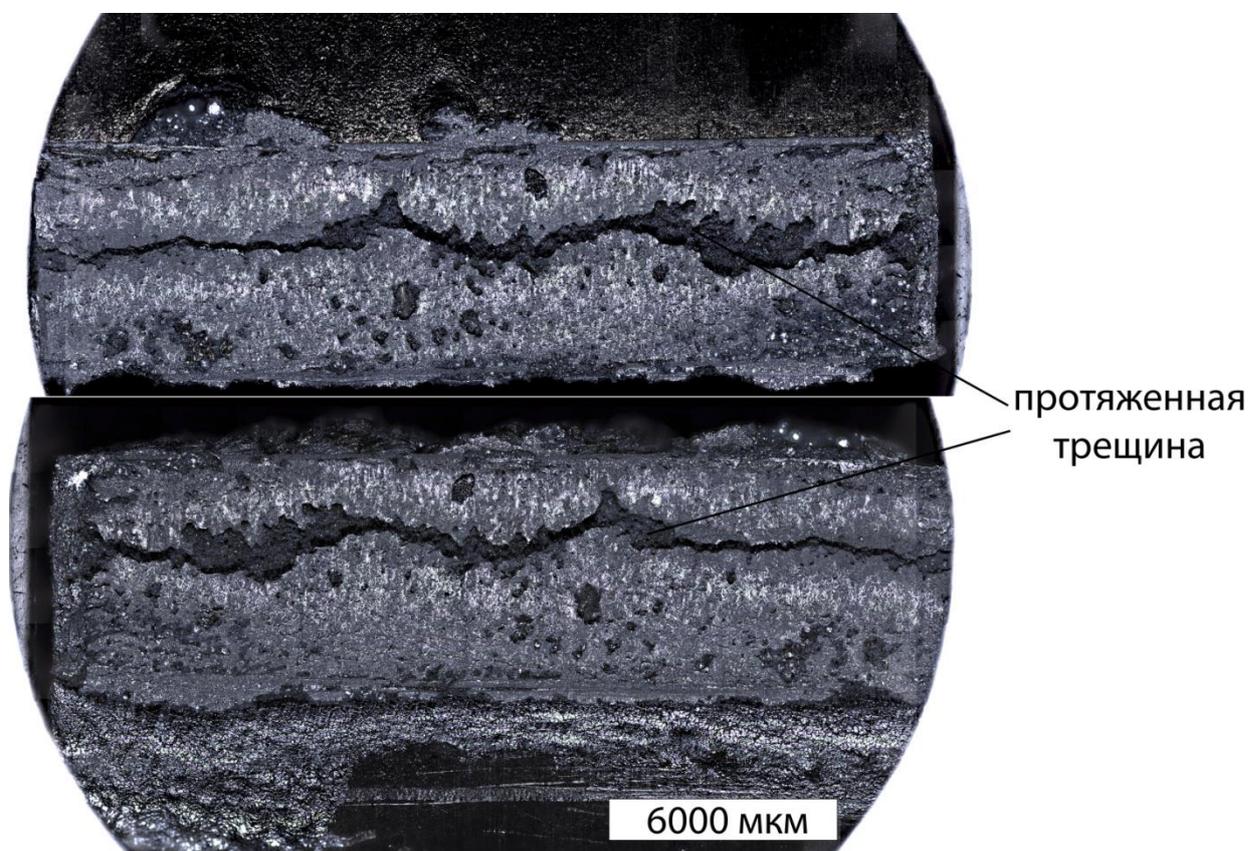


Рисунок 37 – Излом образца №7 первой серии механических испытаний

При рассмотрении макроснимка изломов образца №7 (рисунок 37) наблюдается протяженная трещина вдоль зоны паяного соединения. Характер излома не сильно отличается от образца №1. При сравнении образцов, у образца № 7 отмечено значение максимального напряжения при срезе выше, это обусловлено отсутствием зон непропаев. Протяженная трещина вдоль

зоны соединения предположительно связана с разрушением образца, развивающимся по границе областей с различным типом микроструктуры.

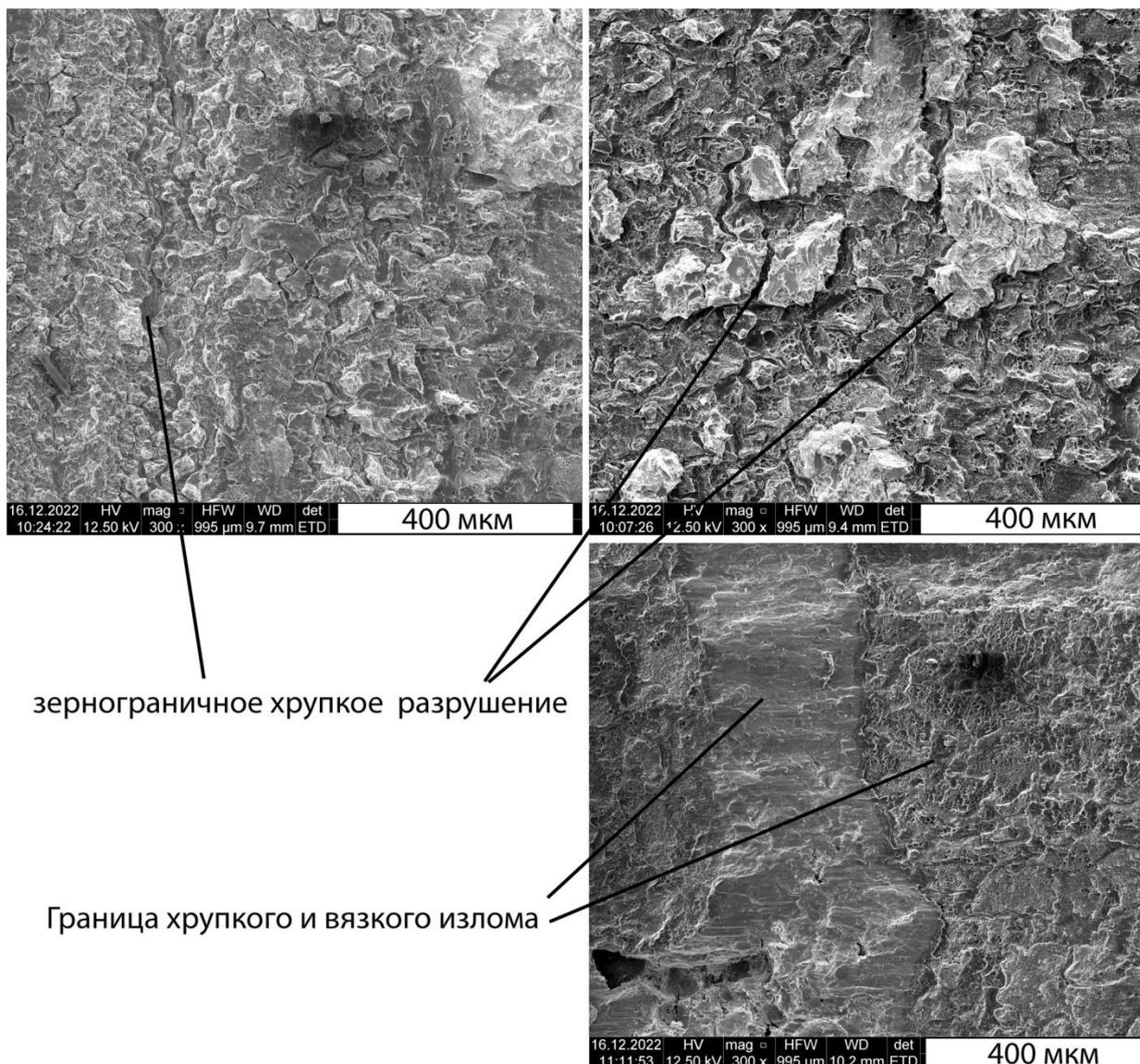


Рисунок 38 – СЭМ изображение излома образца №7. Наблюдается зернограничное хрупкое разрушение с элементами вязкого чашечного излома

При детальном изучении снимков со сканирующего электронного микроскопа изломов (рисунок 38) образца №7 видны зернограничные разрушения, протекающие по хрупкому механизму. Явно наблюдаются переходные области хрупкого и вязкого изломов.

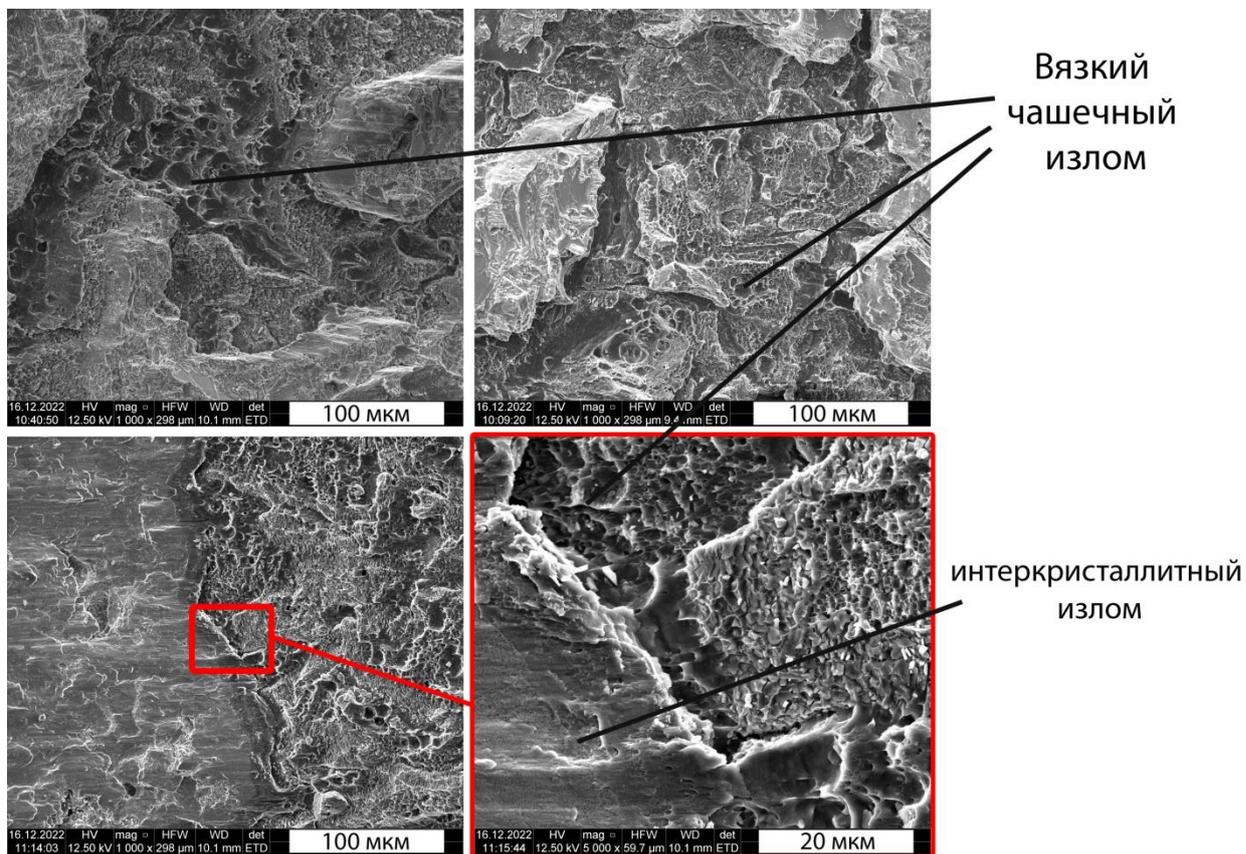


Рисунок 39 – СЭМ изображение излома образца №7. Представлены области вязкого чашечного излома

Округлые полости размерами 10 – 20 мкм, наблюдаемые на рисунке 39, говорят о наличии областей чашечного излома, протекающего по механизму вязкого разрушения. Форма и размер зерен искажены, так как разрушение в этом случае сопровождается большой пластической деформацией [88]. Вязкий излом характеризуется большей или меньшей степенью деформации металла, предшествовавшей его разрушению [89]. Границы отдельных зерен в этом случае не просматриваются. Как правило, вязкое разрушение оказывается внутризеренным. При этом в технических металлических материалах возникновение зародышевых трещин преимущественно происходит по модели слияния дислокаций у барьеров. Ими могут являться различного рода включения, всегда имеющиеся в технических металлах.

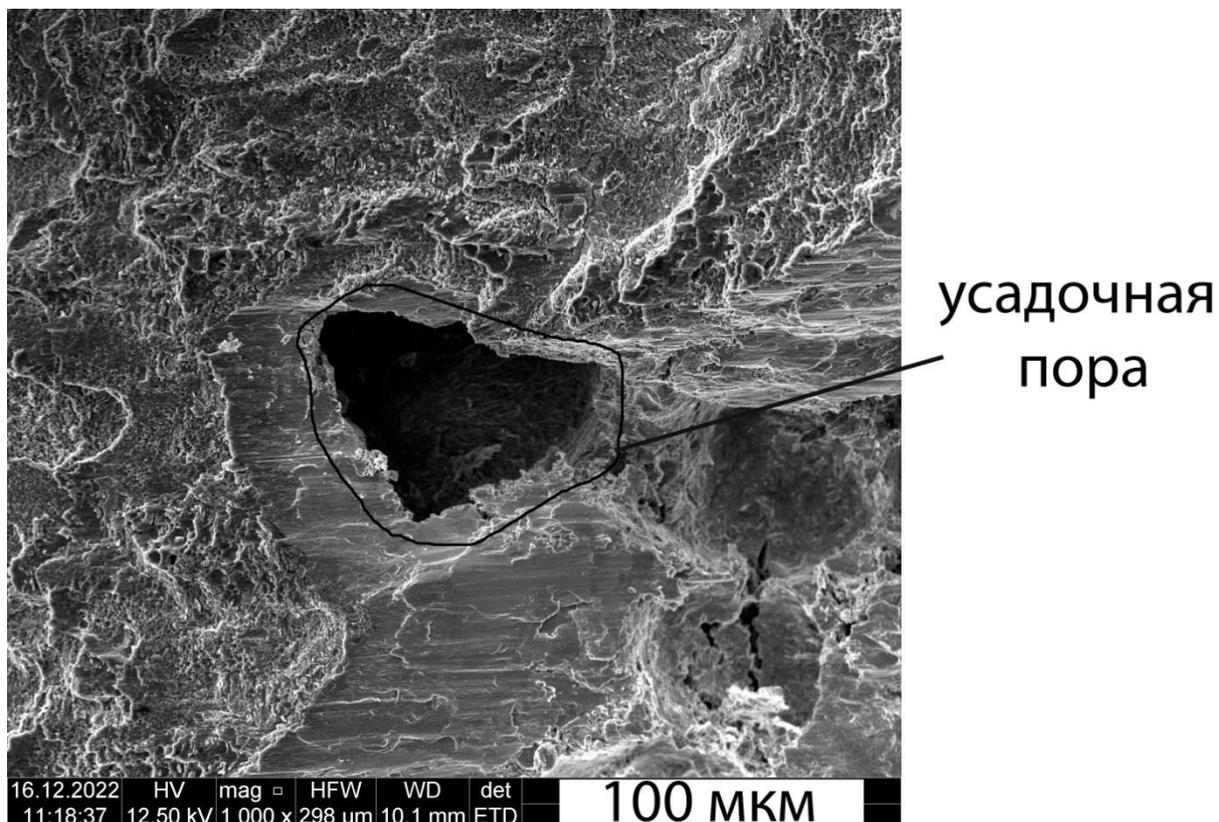


Рисунок 40 – Усадочная пора на границе смешанного разрушения

Одним из основных дефектов при пайке могут являться усадочные раковины и поры при кристаллизации (рисунок 40). Если раковинам более свойственно образовываться в отливках, то при пайке основным дефектом будет являться образование усадочных пор. Усадочные поры в силу своей обособленности и образования на стыках кристаллов твердого раствора сильно влияют на механические свойства соединения и являются концентраторами напряжений [80, 90, 91].

4.3 Вторая серия механических испытаний

Образцы для второй серии механических испытаний готовились при различных температурах пайки 400 и 450 °С. Температура выбиралась на основе анализа и обсуждения, представленного выше. Основная идея заключалась в изучении влияния перегрева при пайке на механические свойства соединения. Результаты второй серии механических испытаний представлены в таблице 11.

Таблица 11 – Результаты второй серии механических испытаний на срез

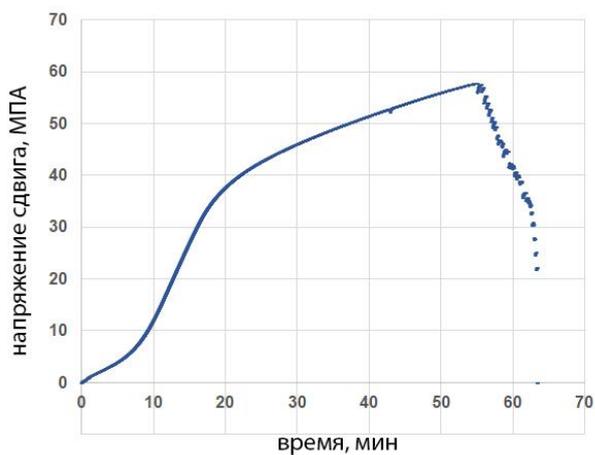
АМг6, пайка при 400 °С, испытания при комнатной температуре					
обр. №	скорость растяжения,	максимальная сила F_{max}	площадь спая,	напряжение при срезе $\tau_{срез}$	примечание
	мм/мин	Н	мм ²	МПа	
2	0,1	8428	146	57,8	
3	0,4	10396	162	64,3	разрушение не по спаю
4	0,4	9443	143	66,1	
5	0,4	10172	167	60,9	
6	0,4	10253	167	61,4	разрушение не по спаю
				Сред. знач. = 62,1±4,6	
АМг6, пайка при 450 °С, испытания при комнатной температуре					
7	0,4	10691	155	69,1	разрушение не по спаю
8	0,4	9055	146	67,7	
9	0,4	9934	164	60,9	
10	0,4	10175	145	70,4	
				Сред. знач. = 67,0±7,2	

Во избежание образования зон непропаев, которые наблюдались при изучении изломов первой серии испытаний, методика нанесения припоя трением была дополнена трением поверхности подложки АМг6 пластинкой поликристаллического корунда (рисунок 41). Благодаря высокой твердости корунда, трением о поверхность пластин на стадии лужения производится инициация взаимодействия припоя и основного материала. При этом растрескавшийся поверхностный оксид алюминия легко удаляется с поверхности и не мешает взаимодействовать расплаву припоя и пластинам из АМг6.



Рисунок 41 – Инструмент для удаления оксидной пленки под слоем расплава припоя, представляющий собой тонкую пластинку поликристаллического корунда

Диаграмма нагружения образца №2



Макроснимки изломов

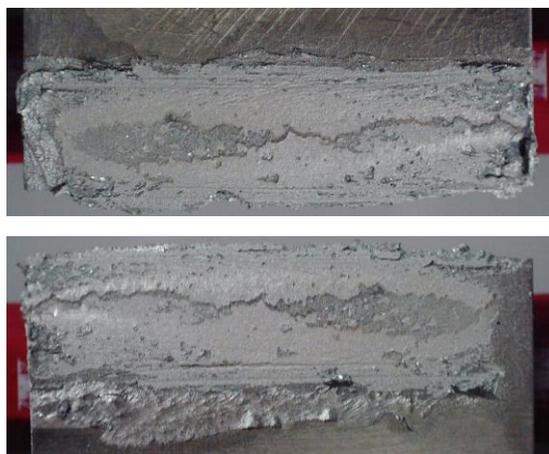


Диаграмма нагружения образца №5

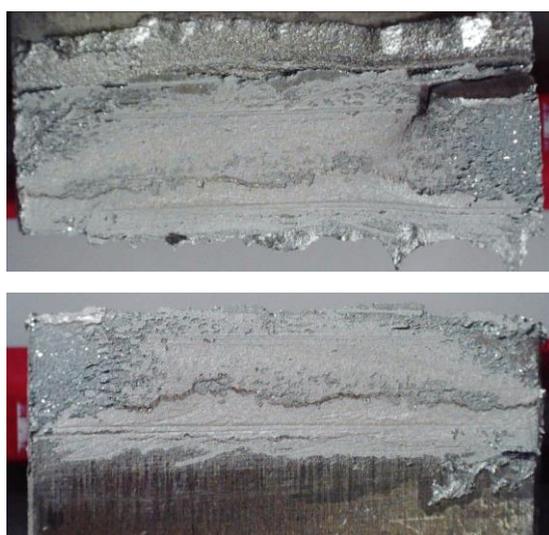
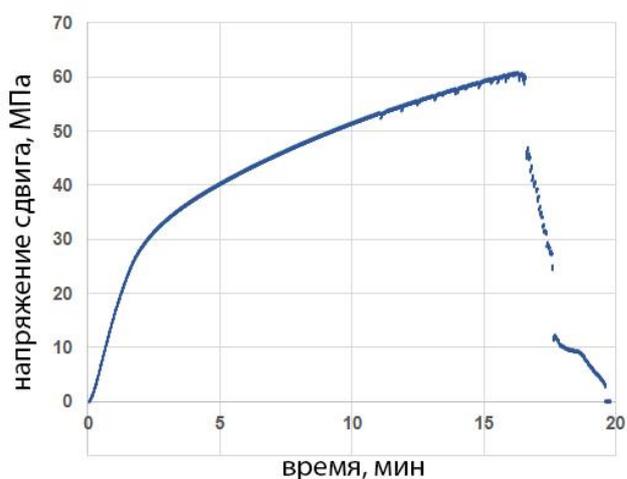


Рисунок 42 – Диаграммы и макроснимки изломов образцов №2 и №5 из второй серии испытаний

При сравнении результатов максимального напряжения при срезе (напряжение сдвига) значения, полученные во второй серии, больше и находятся в диапазоне 58-70 МПа. Это говорит о том, что подготовка поверхности перед пайкой, в частности удаление оксидной пленки, сильно влияет на значения механических характеристик соединения. Вторая серия испытаний показала, что в основном срез и разрушение происходят не по месту пайки, а по основному материалу. Два образца №2 и №5 из второй серии испытаний были разрушены по месту пайки, которые и были выбраны для дальнейшего изучения. Макроснимки изломов и диаграммы нагружения представлены на рисунке 42. Диаграммы представляют типичные зависимости при нагружении вязких пластичных материалов. Перегиб на диаграмме образца №2 (рисунок 42) в области упругих деформаций связан с деформацией образца в зажимах установки. Изломы образцов очень схожи с изломом образца №7 первой серии испытаний (рисунок 33). Остальные образцы второй серии разрушились не по месту пайки, а по основному материалу вблизи зоны пайки (рисунок 43).

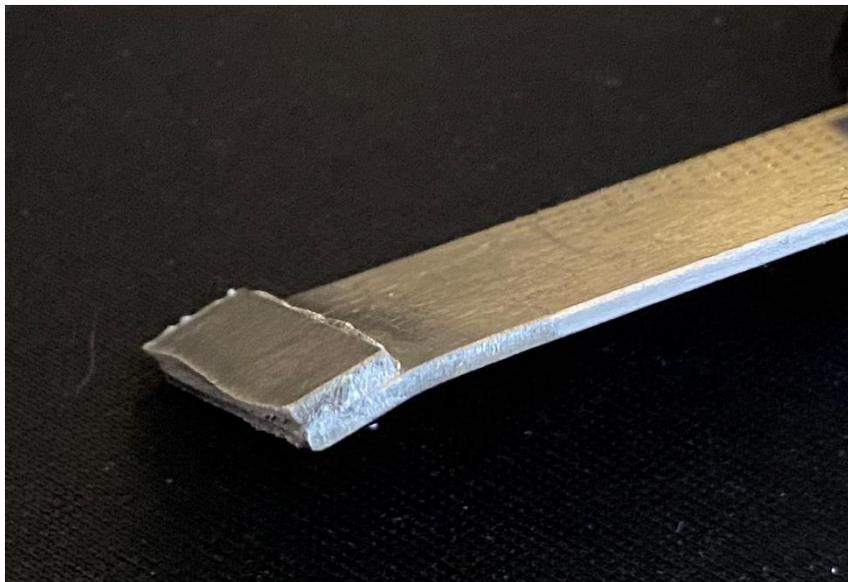


Рисунок 43 – Разрушение паяных образцов вблизи зоны пайки по основному материалу АМгб

Разрушение по основному материалу может говорить о том, что область взаимодействия на границе “подложка-припой” может разупрочняться вследствие изменения химического состава. Магний в процессе взаимодействия припоя и основного материала диффундирует в область расплава припоя, в таком случае подложка обедняется Mg и прочностные характеристики ее изменяются. Как и при пайке Al-сплавов силуминовыми припоями протекает обратный процесс, припой сильно обедняется кремнием и диффундирует в область подложки, изменяя ее химический состав и влияя на механические свойства [90, 92, 93].

4.4 Фрактографическое исследование изломов второй серии механических испытаний

Изучая изломы образцов №2 и №5 (рисунок 44), можно наблюдать смешанное разрушение с различными образовавшимися особенностями рельефа. Преимущественно разрушение протекает по вязкому механизму, об этом говорит большая площадь областей ямочного (чашечного) излома (рисунок 45). Ямки сдвига на поверхности разрушения в основном вытянуты в направлении деформации, а на сопряженной поверхности разрушения – в противоположном. Для ямок сдвига трудно идентифицировать место зарождения микропоры, так как ответственное за нее включение может быть спрятано под ее поверхностью, которая деформирована или сглажена в результате сдвигового смещения в процессе разрушения. Размеры ямок зависят от числа мест зарождения микропор и относительной пластичности основного материала. На поверхности ямок обычно видны признаки деформации: скольжение, волнистость, зоны вытяжки. По мере развития деформации отдельные плоскости скольжения сглаживаются и образуют волнистую поверхность ямки. Дальнейшая деформация может стирать детали рельефа и возникает безрельфная поверхность боковой стенки ямки.

Поверхности гладкого расслоения (рисунок 45) обычно образуются при разрушении, протекающем по вязкому механизму. Такой вид рельефа излома

не имеет особой видимой структуры и может напоминать скол, однако свойственен пластичным материалам.

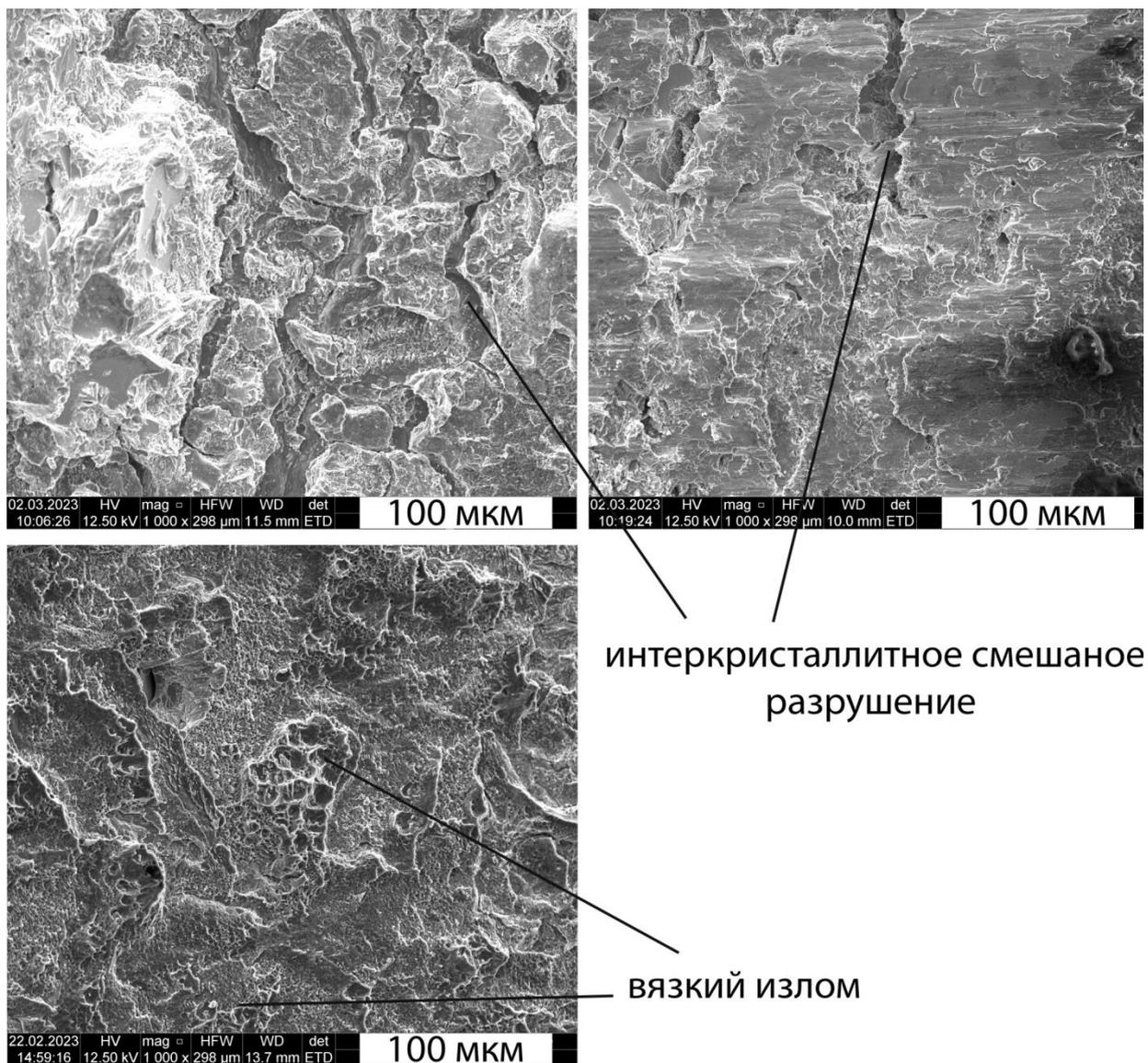


Рисунок 44 – Смешанное разрушение образцов после второй серии механических испытаний

Интеркристаллитное вязко-хрупкое разрушение редко встречается для материалов с ГЦК-решеткой, таких как алюминий. Цинк по сравнению с алюминием не очень пластичный металл, соответственно его разрушение будет протекать по хрупкому механизму [94, 95].

К еще одной особенности смешанного разрушения можно отнести квазискол. Квазихрупкое (квазивязкое) разрушение по своему механизму близко к вязкому и содержит признаки предшествовавшей пластической

деформации, хотя по своей энергоемкости является скорее хрупким, чем вязким, так как обладает низким сопротивлением разрушению [95].

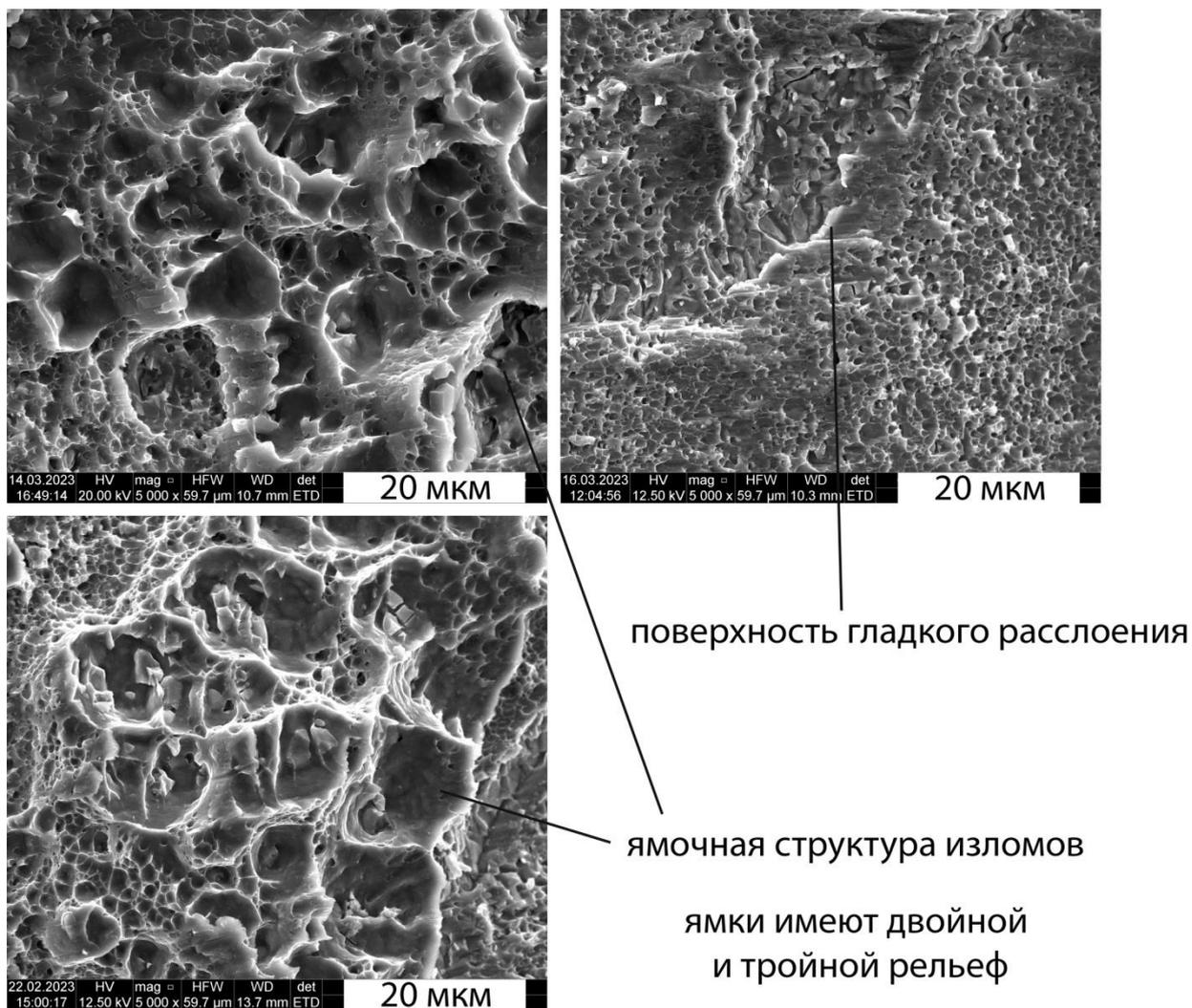


Рисунок 45 – Преимущественно вязкий излом образцов после второй серии механических испытаний. Разрушение по смешанному механизму с образованием двойного и тройного рельефа ямок

Квазискол с плоскими или слегка изогнутыми поверхностями или фасетками образуется за счет слияния отдельных трещин. Каждая трещина распространяется концентрически. При слиянии трещин образуются острые гребни, называемые гребнями отрыва. Образующийся таким образом микрорельеф представлен на рисунке 46. Участки квазискола часто смешиваются с ямками отрыва при вязком разрушении, что указывает на схожую природу этих видов разрушения. Определить размер и ориентировку

плоскостей скола внутри зерен очень трудно, так как разрушение происходит сочетанием механизма слияния микропор и скола [95].

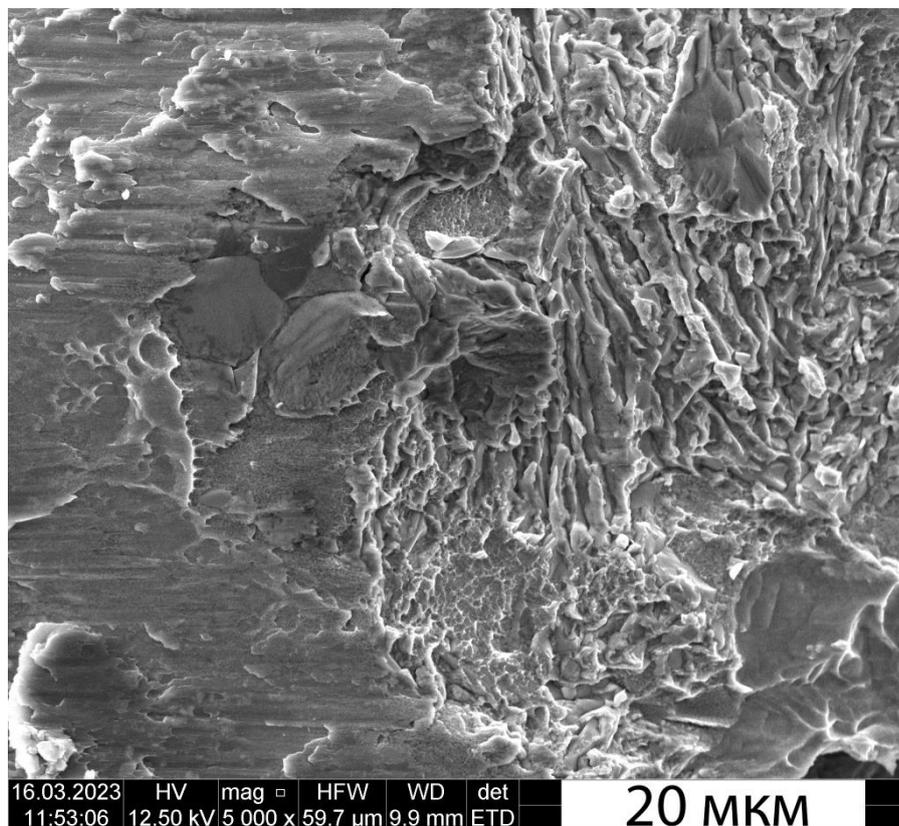


Рисунок 46 – Микрорельеф квазискола при смешанном разрушении

Картирование рельефа изломов (рисунок 47) с помощью энергодисперсионного анализа EDAX подтверждает гипотезу о том, что механизм разрушения паяных образцов происходит по смешанному типу. На картах распределения химического состава видно четкую границу перехода от шероховатого ямочного и волокнистого излома к ручьистому и квазисколу [95]. Сочетание механизмов при смешанном разрушении – скол в сочетании со срезом представлен на рисунке 48. Из рисунков 47 и 48 видно, что в области разрушения распределены дисперсные включения, отмеченные красным цветом, это оксиды магния. Оксиды магния могут образовываться как на стадии подготовки образцов лужением, так и после разрушения образцов. В зоне спая соединения с магнием образуются благодаря диффузии магния из АМгб в зону расплава припоя.

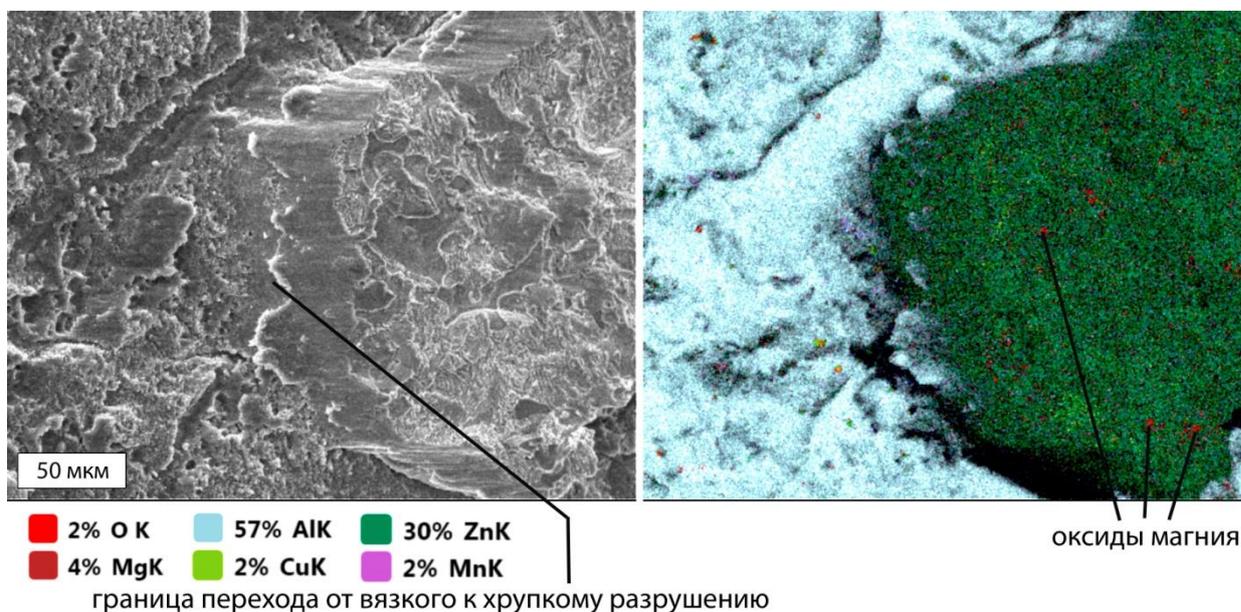


Рисунок 47 – EDAX картирование химического состава микрорельефа
излома

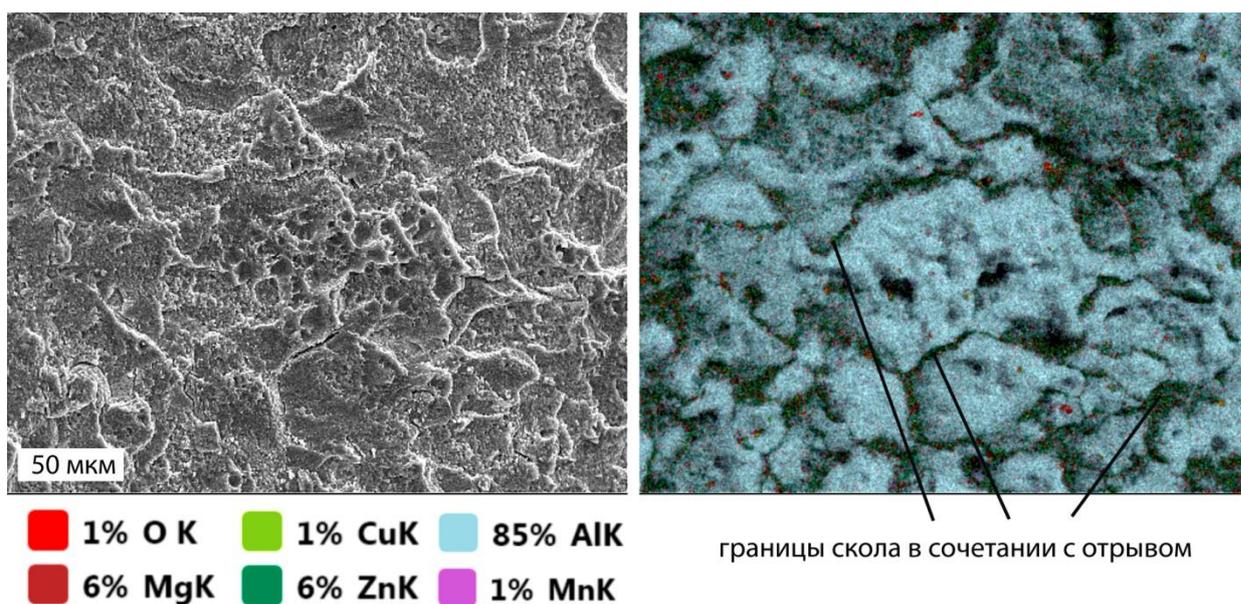


Рисунок 48 – EDAX картирование по химическим элементам зоны
смешанного разрушения. Сочетание механизмов при смешанном
разрушении – скол в сочетании со срезом

Для проверки гипотезы о разрушении по типу микроструктур дополнительно исследовались поперечные микрошлифы паяных пластин АМг6 после разрушения. На рисунке 49 (а) представлены микроструктуры

спаев, а на 49 (б) поперечный шлиф двух разрушенных паяных припоем Zn–Cu–Al пластин АМг6.

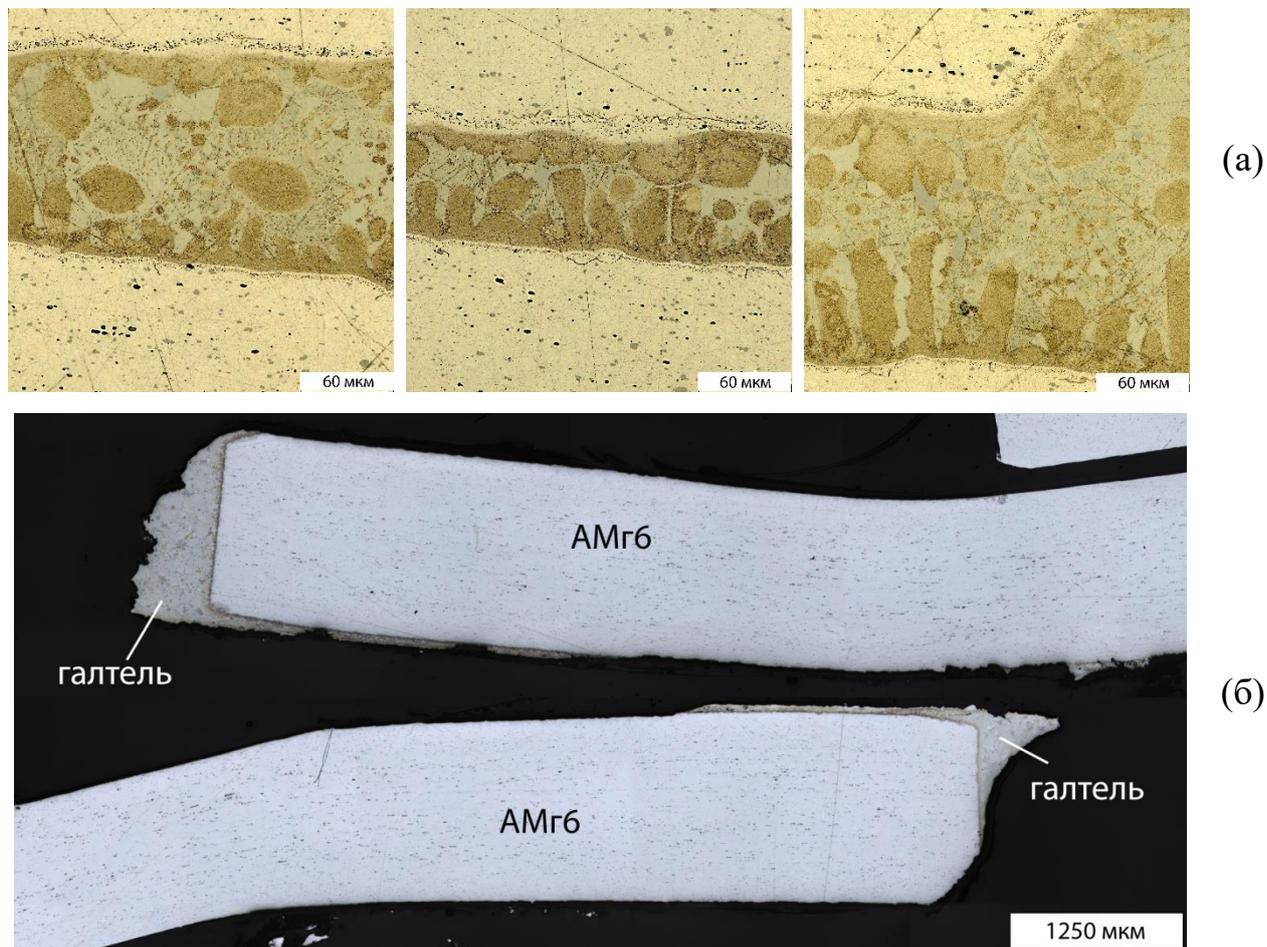


Рисунок 49 – Микроструктуры спаев (а), разрушенный паяный образец после испытания на срез (б)

Как показала металлография, паяный шов имеет такую же микроструктуру, которая представлена в главе 3, разделе 3.3 (рисунки 26 и 27) и сохраняет свою целостность после разрушения (рисунок 50). На микрошлифе излома явно видно, что отрыв образца происходит по нижней границе тела основного материала АМг6. Вероятно, эта область в силу диффузии Mg и образования твердых растворов на основе Al(Zn) существенно разупрочняется по отношению к исходным свойствам АМг6.

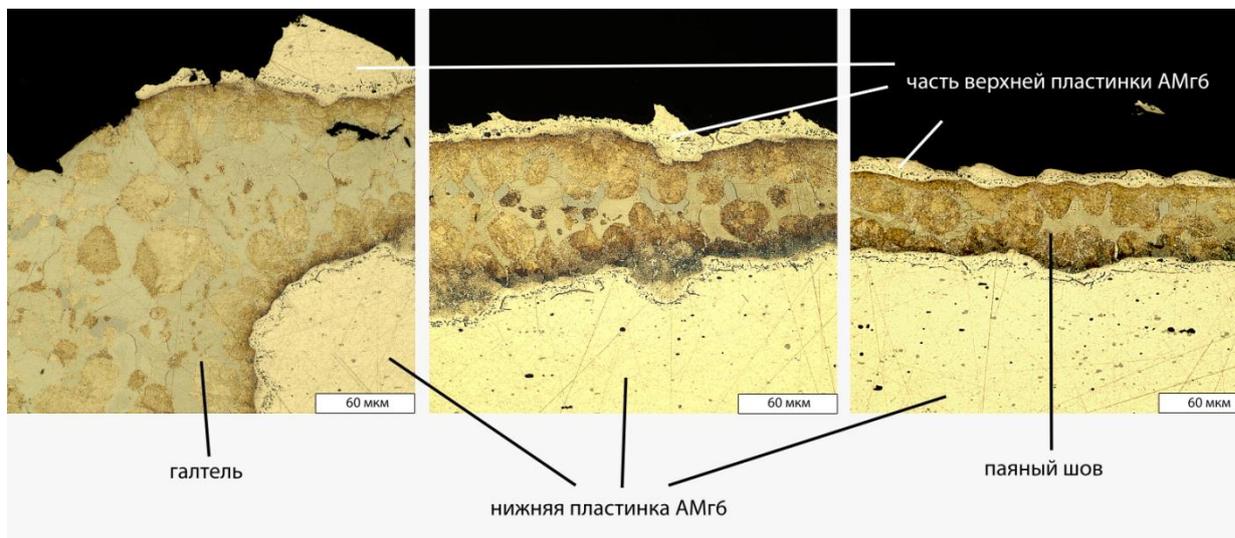


Рисунок 50 – Микрофотографии поперечных шлифов паяного образца пластин АМгб в нижней части

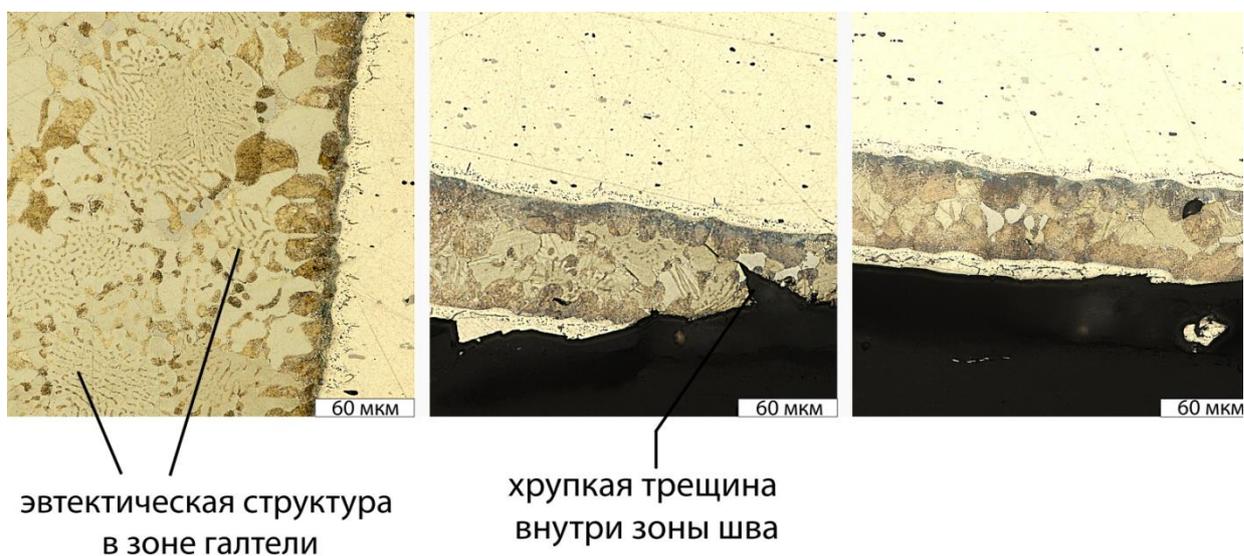


Рисунок 51 – Микрофотографии поперечных шлифов паяного образца пластин АМгб в верхней части

Разрушение по основному материалу вблизи зоны шва наблюдается на обеих пластинах АМгб (рисунки 50 и 51). Можно предположить, что разрушение идет по механизму распространения трещины в середине паяного образца. Зоны галтели имеют прочное сцепление с подложкой АМгб, поэтому вблизи них разрушение идет по основному материалу. Зарождение трещины может происходить по включениям интерметаллидов в середине зоны шва, что явно наблюдается на рисунке 51. Модули упругости для алюминия и для цинка

не сильно отличаются, поэтому можно сказать, что деформация протекает практически одинаково как для спая, так и для основного материала [96, 97, 98]. По достижении предела текучести алюминия нагрузка на спай намного возрастает, и возникают сильные напряжения в области спая. Это приводит к распространению трещины по самым сильнонапряженным элементам микроструктуры, к ним относятся интерметаллидные фазы, оксиды и дефекты. Механизм разрушения паяных соединений АМг6 припоем HTS-2000 можно представить в виде схемы, изображенной на рисунке 52.

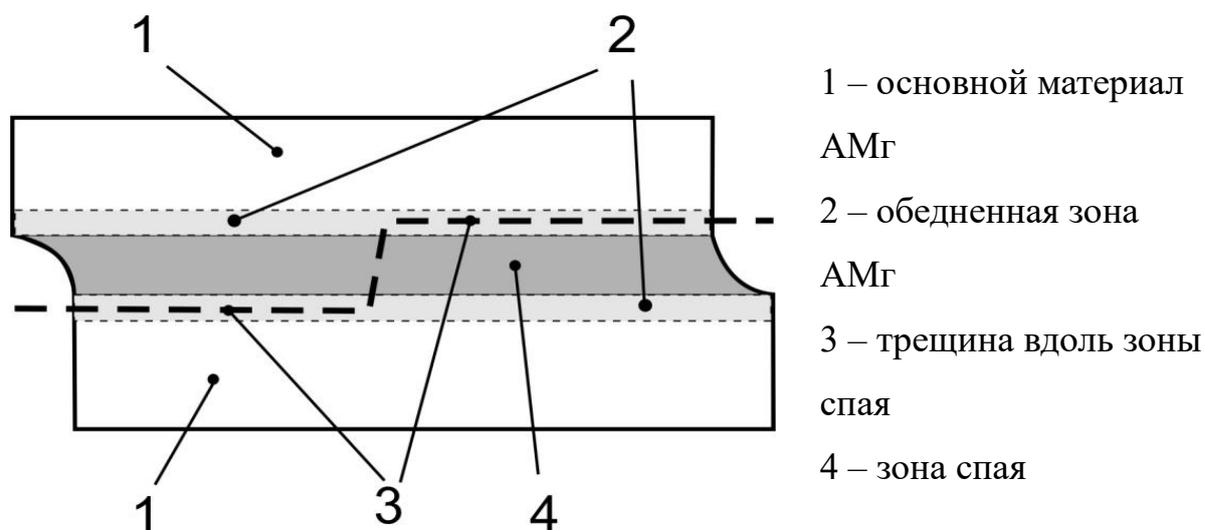


Рисунок 52 – Схема механизма разрушения образцов АМг6 паяных внахлест припоем HTS-2000

4.5 Третья серия механических испытаний

Третья серия механических испытаний готовилась для сравнительного анализа механических характеристик τ_{max} паяных образцов АМг6, полученных с различными составами припоев. Результаты испытаний представлены в таблицах 12 и 13. Среднее значение напряжения при срезе для системы АМг6 + HTS-2000 составляет 53,2 МПа, что выше чем значения для систем АМг6 + Zn–2%Al и АМг6 + Zn–22%Al. Температуры пайки для систем АМг6 + HTS-2000 и АМг6 + Zn–2%Al выбирались одинаковыми 400 °С, так как составы припоев по Al отличаются незначительно и температуры плавления их близкие (глава 3, рисунки 16 и 18). Для припоя, где Al 22 %

температура начала плавления составляет ~ 420 °С, поэтому во избежание двухфазной зоны образцы нагревались до 490 °С.

Значения напряжения при срезе для спаев, полученных с припоем Zn-22%Al, получаются значительно ниже по сравнению с другими припоями. Возможно, что при более высоких температурах пайки активная диффузия Mg из АМг6 вызывает снижение механических свойств зоны соединения [99]. При более высоких температурах количество оксидов, образующихся на поверхности, тоже увеличивается. Это, в свою очередь может, способствовать снижению механических характеристик.

Таблица 12 – Результаты третьей серии механических испытаний для образцов АМг6 + HTS-2000

Пайка АМг6 с припоем HTS - 2000			
	При 400 °С	При 450 °С	
	напряжение при срезе $\tau_{\text{срез}}$		
	МПа	МПа	
1	40,0	4	28,5
2	59,2	6	50,2
3	46,2		
5	67,5		
	Ср. знач. = 53,2 МПа		

Таблица 13 – Результаты третьей серии механических испытаний для образцов АМГ6, спаянных припоями с различной концентрации Zn

Пайка АМГ6 с припоями			
	Zn – 2% Al		Zn – 22% Al
	При 400 °С		При 490 °С
	напряжение при срезе $\tau_{\text{срез}}$		
№	МПа	№	МПа
1	49	1	51
2	52	2	39
3	58	3	43
4	53	4	40
5	37	5	36
6	60		
	Ср. знач. = 51,5 МПа		Ср. знач. = 41,8 МПа

Исходя из анализа результатов механических испытаний (таблицы 12 и 13) можно сделать вывод, что пайка припоем Zn–Cu–Al дает лучшие значения механических характеристик τ_{max} , чем припой Zn–Al. В первую очередь на формирование определенных элементов микроструктуры оказывает влияние не концентрация Zn, а легирующие добавки в составе припоев.

При сравнении диаграмм нагружения для припоев с одинаковым количеством Zn, но разным составом легирующих добавок (рисунок 53) выявлено: 1) для образца спая с припоем Zn–2%Al на всем участке пластической деформации наблюдаются осцилляции, связанные с образованием трещин. С повышением значения сдвигового напряжения величина осцилляций становится выше, это говорит о том, что малые трещины объединяются в крупные. В дальнейшем это приводит к скорому разрушению образца; 2) для образца спая с припоем Zn–Cu–Al участок пластической деформации не имеет выраженных осцилляций. Трещины, приводящие к

разрушению, образуются только на участке вблизи максимального сдвигового напряжения.

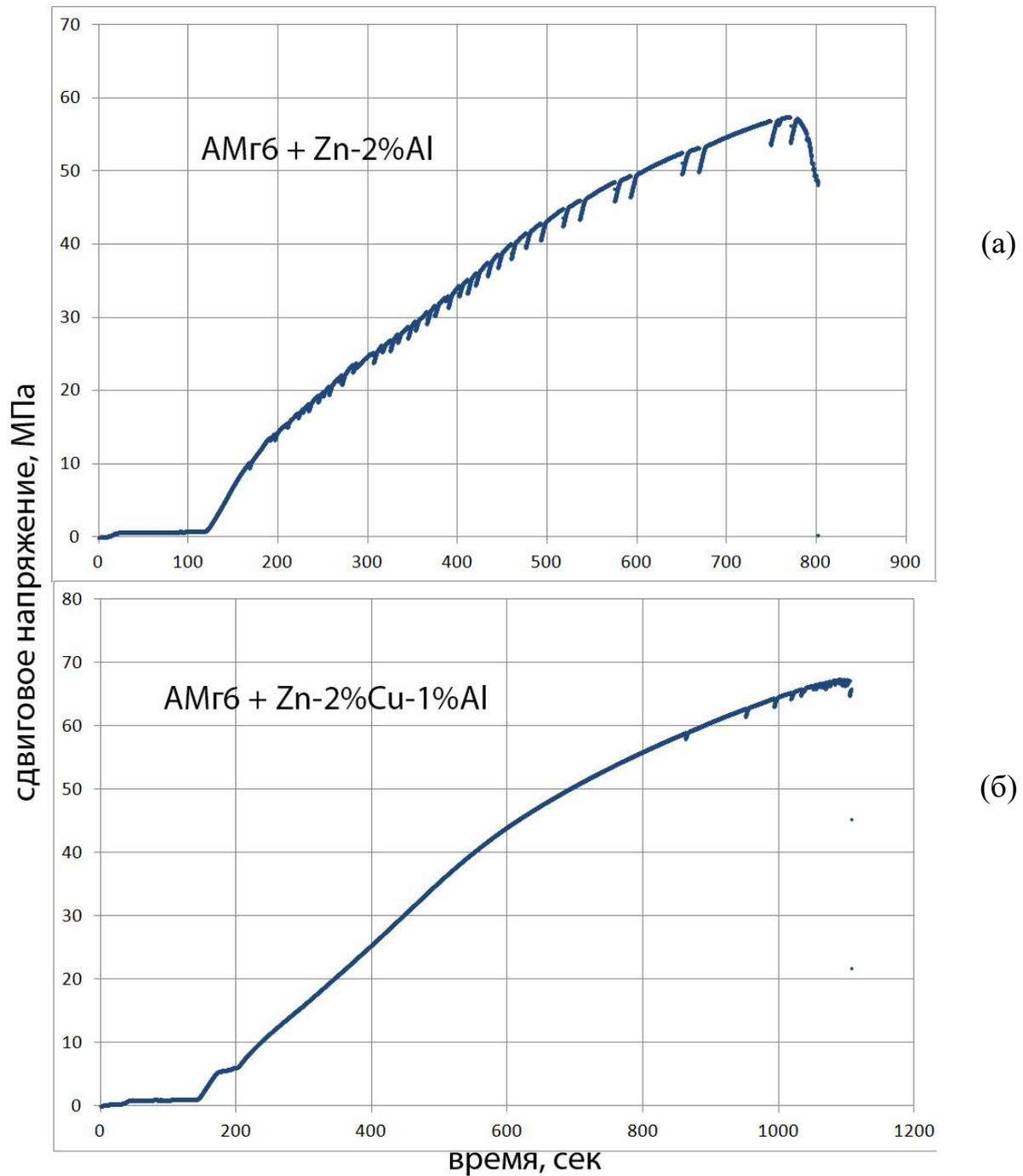


Рисунок 53 – Диаграммы нагружения для образцов паяных различными припоями: Zn-2%Al (а), Zn-Cu-Al (б)

Выводы к главе 4

1. Результаты механических испытаний на срез показали, что среднее значение максимального напряжения $\tau_{срез}$ для паяных соединений составляет порядка 45 % от значений $\tau_{срез}$ для исходного сплава АМгб. Среднее значение $\langle \tau_{срез} \rangle$ для паяных соединений АМгб с припоем Zn–2%Cu–1%Al составляет ~60 МПа, что выше на 20–30 %, чем для припоев Zn–2%Al и Zn–22%Al без содержания Cu.
2. Установлено, что температура механических испытаний не оказывает существенного влияния на значения $\tau_{срез}$. На характер разрушения оказывает влияние температура пайки: при перегреве образцов с 400 до 450 °С разрушение происходит не по паяному шву, а по основному материалу вблизи зоны пайки. Это связано с влиянием активного взаимодействия Zn с основным паяемым материалом, вследствие перегрева происходит разупрочнение АМгб.
3. Из анализа температурных режимов пайки рекомендован режим с использованием припоя HTS-2000 (Zn–2%Cu–1%Al), предварительно нанесенным лужением на поверхность АМгб реакционно-контактным методом с температурой $t_{пайки} = 400$ °С, временем пайки не более 2 минут и медленным охлаждением с печью. Подготовка образцов лужением и растиранием прутка припоя на поверхности основного материала не позволяет качественно разрушить и удалить оксидную пленку, поэтому предложено дополнительно использовать пластинку поликристаллического корунда на стадии лужения.
4. Фрактографический анализ изломов разрушенных паяных образцов показал, что механизм разрушения смешанный и происходит в несколько этапов. Первый этап – это зарождение трещины в центральной части паяного шва, который перетекает в механизм квазихрупкого разрушения. Трещина зарождается в области границы с различным типом микроструктур по сильнонапряженным элементам, таким как интерметаллиды, оксидные включения и дефекты пайки. Второй этап –

это вязкое разрушение основного материала АМгб по границе вдоль паяного шва.

ГЛАВА 5. Исследования физико-химических процессов при пайке Al с композитным припоем Al–Si + флюс

Процессы лужения, формирования микроструктуры и прочностных свойств при высокотемпературной пайке зависят не только от основного материала и припоя, но и метода пайки. Для сравнения реакционно-контактного и реакционно-флюсового методов дополнительно изучалась система, перспективная для пайки Al сплавов с малым содержанием Mg:

- 1) сплав АД1,
- 2) припой Al–Si с внедренным флюсом KAlF₄.

Данная система являлась модельной для реализации метода реакционно-флюсовой пайки, чтобы описать механизмы взаимодействия припоя и подложки и изучить влияние режимов пайки на рост микроструктуры при кристаллизации.

В данной главе рассматривается определение матрицы эксперимента при температурных испытаниях модельного Al сплава АД1 с припоем Al-Si и внедренным флюсом, обсуждение результатов проведенных экспериментальных исследований. Далее приведено обсуждение результатов ДСК и структурно-фазового анализа. Выполнено сопоставление результатов анализа и регистрируемых данных эксперимента для выявления механизмов формирования микроструктуры в исследуемых образцах. Результаты исследований, описанных в настоящей главе, опубликованы в двух полнотекстовых статьях в журналах “Металловедение и термическая обработка металлов” (МИТОМ) [21] и Journal of Crystal Growth [100], входящих в список изданий, рекомендованных для публикации результатов диссертаций.

5.1 Матрица термических испытаний образцов матричного Al и композитного припоя Al-Si + внедренный флюс

Литературные данные показывают [101, 102, 103], что основными управляющими параметрами при высокотемпературной пайке системы заданного химического состава являются: толщина плакированного слоя

припоя, скорость нагрева, время выдержки при максимальной температуре, скорость охлаждения, максимальная температура выдержки, способ нанесения флюса. В настоящей диссертационной работе исследовался новый материал для пайки, который в плакированном слое припоя содержит внедренный флюс состава $KAlF_4$. Указанный материал ранее не использовался в отечественной промышленности и является новым. Таким образом, была запланирована и проведена серия температурных испытаний, которая позволила выявить основные особенности пайки нового материала-заполнителя.

Матрица термических испытаний основана на использовании плакированных пластин толщиной 400 мкм с толщиной плакированного слоя припоя 40 мкм. Термические испытания проводились в режимах нагрева и охлаждения, режимы термической обработки представлены в таблице 14. Выбранные режимы включали варьирование различных управляющих параметров и определялись, исходя из следующих соображений:

1. Температура $T_{\text{выдер.}}$ выдержки, °C принимала значения 580, 600 и 620 °C, что ниже температуры плавления матричного материала АД1 на 80-40 °C. Температура плавления припоя составляет ~580 °C. Таким образом, выбранные значения $T_{\text{выдер.}}$ находятся в диапазоне между температурами плавления матричного материала и припоя ближе к нижней границе диапазона.
2. Скорость $V_{\text{нагр.}}$ нагрева принимала значения 10, 20 и 50 °C/мин. Выбранные значения необходимы для изучения влияния диффузионных процессов на стадии нагрева и паразитной диффузии кремния в подложку.
3. Время $\Delta t_{\text{выдер.}}$ выдержки при максимальной температуре составляло 2 и 5 минут. Из литературы известно [1, 21], что выдержка свыше 3 минут приводит к росту крупной альфа-фазы алюминия и охрупчиванию паяного соединения. Таким образом, выбор времени выдержки ниже и выше рекомендованного значения позволяет оценить влияние этого фактора на результирующую микроструктуру.
4. Скорость охлаждения $V_{\text{охл.}}$ принимала значения 10, 20 и 100 °C/мин. Выбор скоростей охлаждения обусловлен изменением степени влияния на

механизм кристаллизации, когда более высокая скорость обеспечивает формирование в силуминах мелкоигольчатой эвтектической микроструктуры.

Таблица 14 – Матрица термических испытаний с последующим анализом микроструктуры, выполненных для системы АД1 + Al–10 ат. % Si

№ исп.	Температура выдержки $T_{\text{выд.}}, ^\circ\text{C}$	Скорость нагрева $V_{\text{нагр.}}, ^\circ\text{C}/\text{мин}$	Время выдержки $t_{\text{выд.}}, \text{мин}$	Скорость охлаждения $V_{\text{охл.}}, ^\circ\text{C}/\text{мин}$
1	560	20	2	20
2	580	20	2	20
3	600	10	2	20
4	600	10	5	20
5	600	10	5	100
6	600	20	2	20
7	620	10	2	10
8	620	10	5	10
9	620	10	2	100

Предложенные режимы позволяют изучить влияния различных технологических параметров, которые определяют время нахождения флюса и припоя в жидком состоянии на процессы взаимодействия композитного припоя с подложкой и образующиеся в результате микроструктуры.

5.2 Исследование температур фазовых превращений методом ДСК

Результаты исследований ДСК приведены на рисунке 51. На кривой нагрева наблюдаются два эндотермических пика, небольшой эффект при $550\text{ }^\circ\text{C}$ (рисунок 54) с $\Delta H=3,796$ мДж и явно выраженный пик, имеющий сложную форму при $576\text{ }^\circ\text{C}$ с $\Delta H=738,1$ мДж. Кривая охлаждения имеет один экзотермический эффект при $573\text{ }^\circ\text{C}$. Определенная нами температура плавления сплава $\text{Al}_{90}\text{Si}_{10}$, которая составляет $577\text{ }^\circ\text{C}$, хорошо согласуется с температурой плавления эвтектики $\alpha\text{-Al+Si}$ на равновесной фазовой

диаграмме [3, 18, 104]. Обнаруженный эндотермический эффект при 550 °С соответствует температуре плавления флюса, которая согласно литературным данным [103, 105] в зависимости от его точной стехиометрии изменяется в пределах от 550 до 580 °С. Увеличенный фрагмент ДСК кривой приведен на рисунке 54 (б).

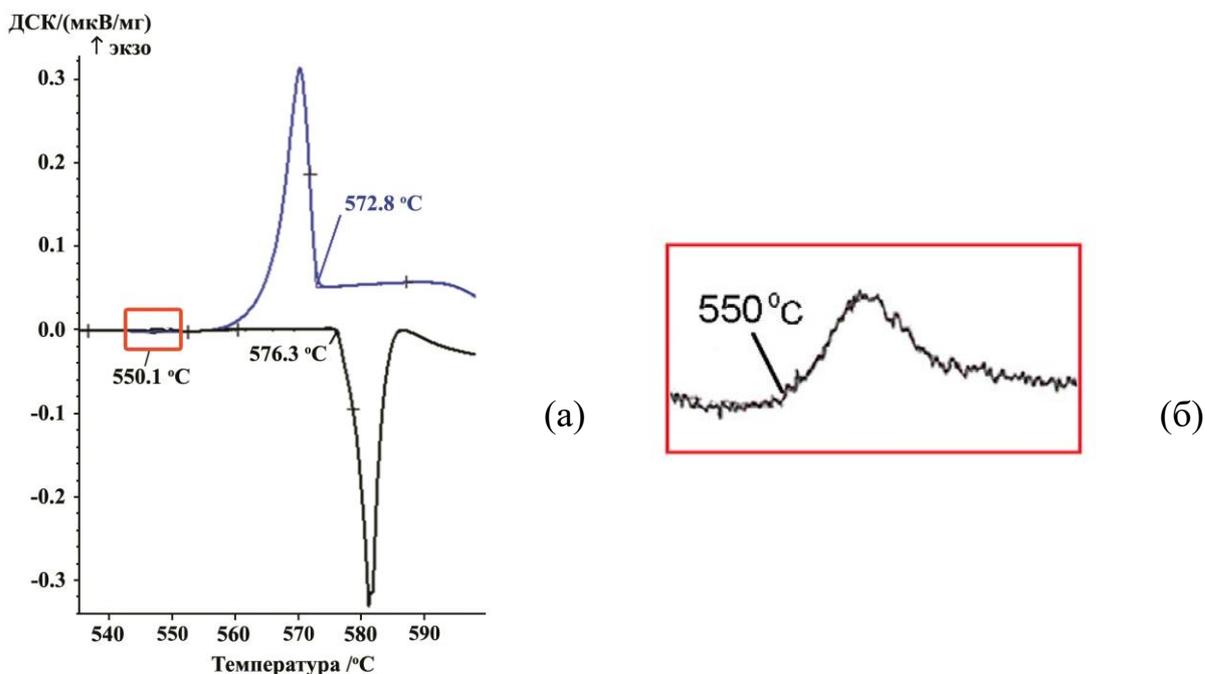


Рисунок 54 – Термограмма ДСК сигнала от температуры для образца Al-Si + флюс KAlF₄

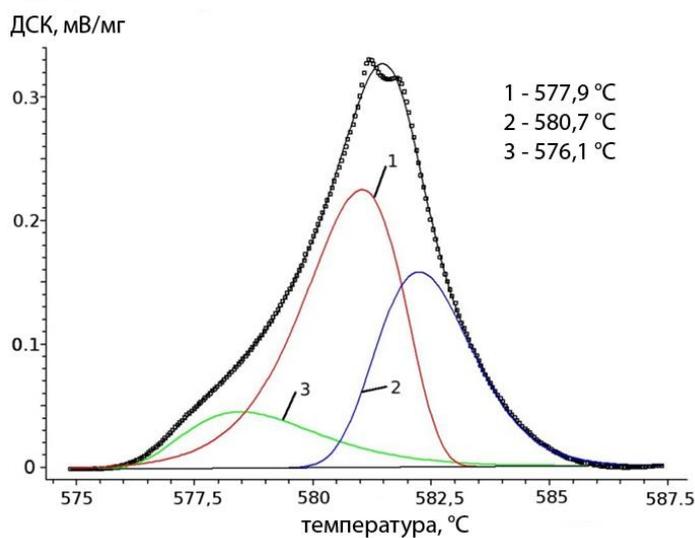


Рисунок 55 – Разделение основного эндотермического пика при 576.3 °С на три составляющие

Для анализа основного пика плавления и расчета энтальпий фазовых переходов использовали программу разделения пиков фирмы Netzsch. Полученный анализ представлен на рисунке 55. Лучшее совпадение экспериментальной и расчетной кривой дает разложение на три несимметричных пика. Максимальный по площади пик (пик №1) соответствует плавлению эвтектики и температура его начала равна 578 °С. Однако наряду с плавлением эвтектики протекает еще один эндотермический процесс, который приводит к небольшому плечу (пик №3) у основания основного пика №1. Учитывая, что температура его начала чуть ниже, чем температура плавления эвтектики и составляет 576,1 °С, то этот эффект может быть связан с плавлением примесных составляющих. Начало второго по величине пика (пик №2) составляет 581 °С, а его максимум соответствует 582 °С. Таким образом, суперпозиция пиков №1 и №2 приводит к раздвоению максимума основного пика. Учитывая доэвтектический состав сплава Al-Si, используемый при создании композиционного припоя (10 ат.%, а эвтектический состав – 12 ат.%), можно сделать вывод, что описываемый пик (пик №2) соответствует доплавлению оставшихся первичных кристаллов твердого раствора на основе Al в составе припоя [102, 106].

5.3 Результаты структурного анализа методами металлографии и СЭМ

Проведенные тестовые испытания образцов при отжиге в 560 °С показали, что после термической обработки (ТО) в образце не наблюдается включений $KAlF_4$, это подтверждает плавление флюса при 550 °С. Микроструктура образцов после отжига при 560 °С представлена на рисунке 56. Сравнение микроструктур образцов в исходном и термически обработанном состоянии показывает, что образовавшийся при плавлении жидкий флюс заполняет большинство пор в тонком слое припоя, а также на поверхности подложки и способствует усилению диффузионных процессов между припоем и подложкой [107]. После плавления флюса уже не наблюдается резкой

границы между припоем и подложкой, а образуется некоторая переходная область (рисунок 56).

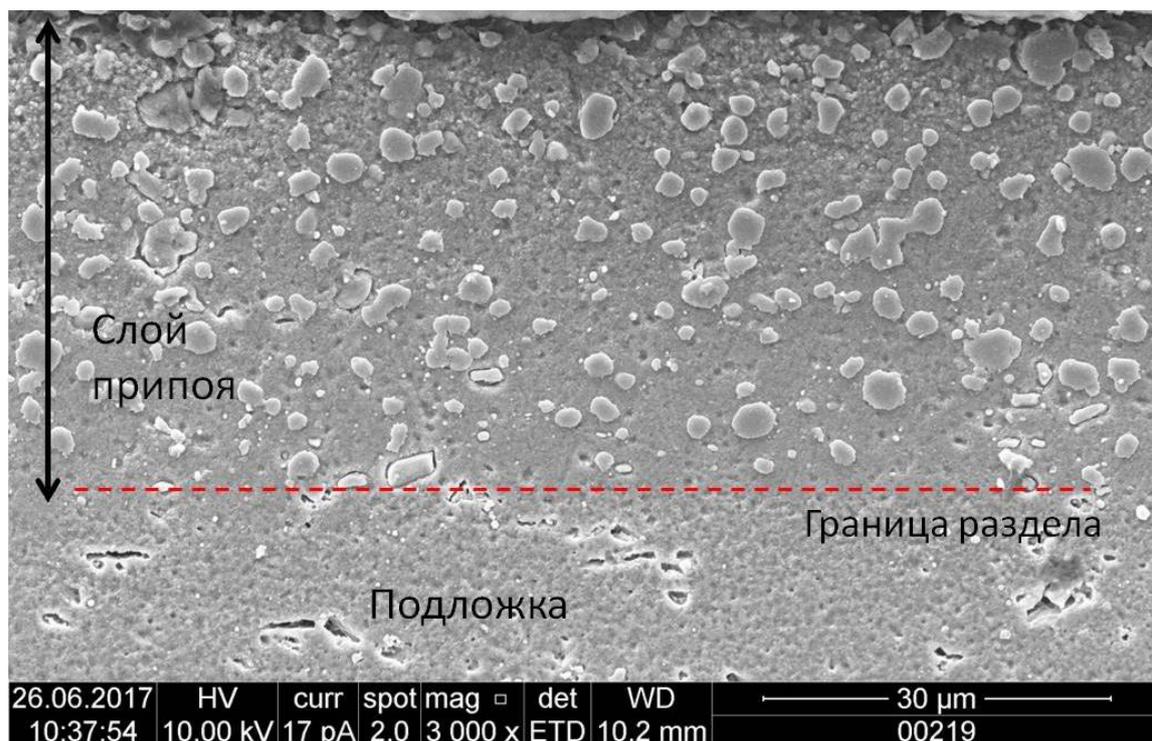


Рисунок 56 – СЭМ изображение микроструктуры слоя припоя Al-Si после нагрева до температуры 560 °С

Формирование переходной зоны было подробнее исследовано на образцах, испытанных при большей температуре выдержки. Для исследования сложного процесса плавления и структурообразования при затвердевании композитного припоя Al-Si + флюс была проведена серия температурных испытаний (таблица 14). Температура отжига $T_1 = 580$ °С является близкой к температуре плавления системы $Al_{90}Si_{10}$. При этой температуре материал припоя не плавится, но на границе припой-подложка протекают высокотемпературные диффузионные процессы. Один из процессов – это плавление и распространение флюса, химическая реакция взаимодействия флюса с оксидной пленкой (рисунок 56). Флюс при плавлении полностью заполняет поры и способствует хорошему химическому взаимодействию с подложкой [108].

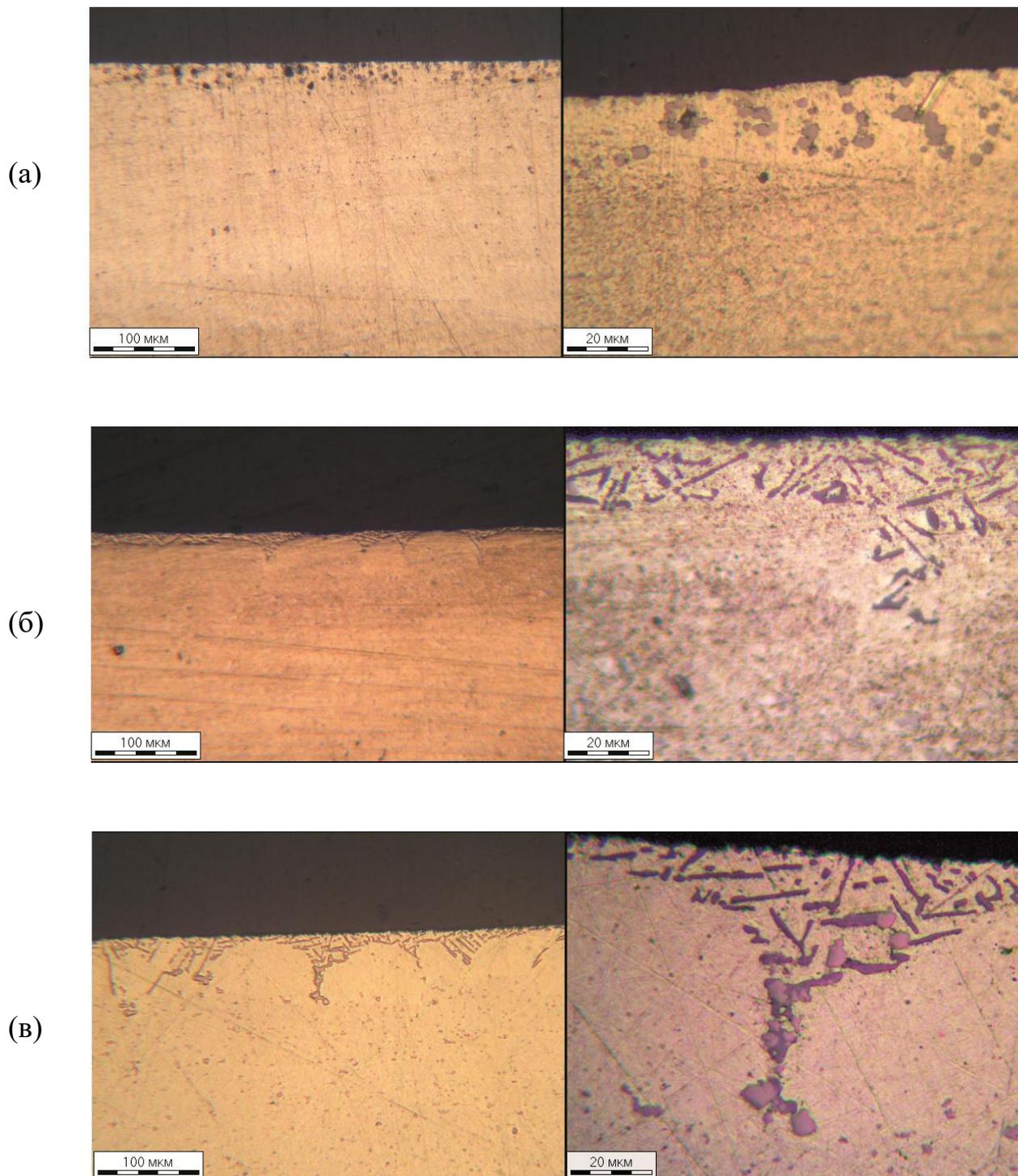


Рисунок 57 – Микроструктура плакированного припоя Al-Si + флюс на подложку АД1 после отжига при температуре (а) $T_1 = 580\text{ °C}$, (б) $T_2 = 600\text{ °C}$, (в) $T_3 = 620\text{ °C}$

В дополнение к предыдущему испытанию наблюдался второй процесс – это диффузия кремния в подложку и обеднение слоя припоя кремнием (рисунок 57, а). При такой термической обработке исчезает резкая граница между припоем и подложкой, а также наблюдается коагуляция включений кремния в сравнении с исходным образцом. Это приводит к образованию переходного слоя между припоем и подложкой.

При температуре отжига $T_2 = 600$ °С плавится припой и после выдержки в 5 минут плавится часть переходного слоя между припоем и подложкой. Это приводит к выравниванию химического состава, соответствующего равновесной концентрации при 600 °С, близкой к эвтектической. В результате на стадии затвердевания в микроструктуре наблюдаются следы роста фазы α -Al от подложки к поверхности. На рисунке 57 (б) фазе α -Al соответствуют светлые области. Рост кристаллов алюминия способствует обогащению расплава кремнием по сравнению с эвтектической концентрацией и при последующем охлаждении приводит к образованию избыточных кристаллов кремния на границе с α -Al [101]. Далее образуется типичная эвтектическая структура, характерная для немодифицированных силуминов [76], с характерной длиной игл Si от 5 до 15 мкм. В таком режиме обработки глубина взаимодействия припоя с подложкой увеличивается в несколько раз по сравнению с обработкой при $T_1 = 580$ °С.

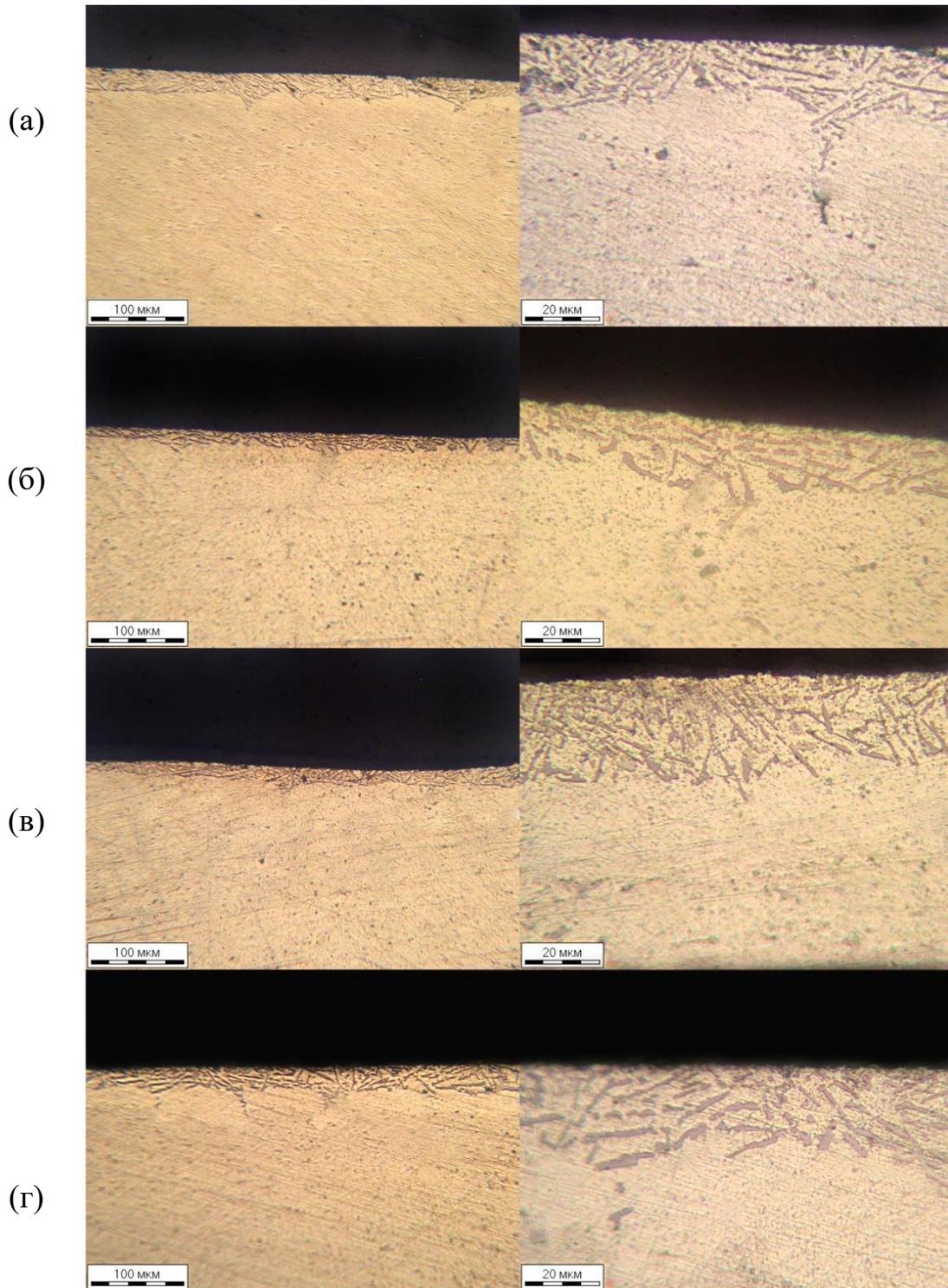


Рисунок 58 – Фотографии микроструктур, полученных при различных режимах термической обработки:

(а) $T_{\text{выд}} = 600 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 10 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 2 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$.

(б) $T_{\text{выд}} = 600 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 10 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 5 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$.

(в) $T_{\text{выд}} = 600 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 10 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 5 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 100 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$.

(г) $T_{\text{выд}} = 600 \text{ }^{\circ}\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 2 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C/мин}$.

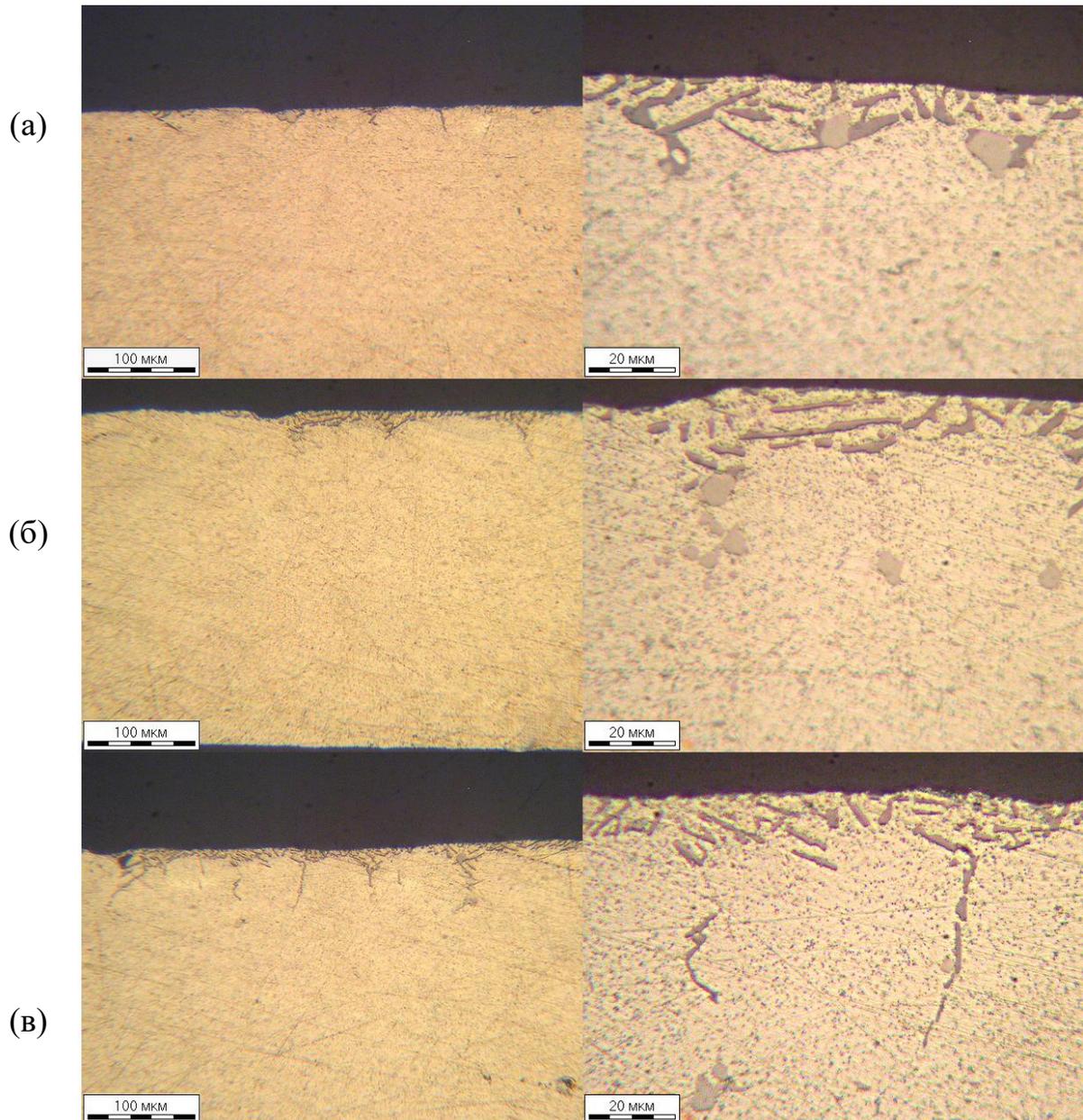


Рисунок 59 – Фотографии микроструктур, полученных при различных режимах термической обработки:

(а) $T_{\text{выд}} = 620 \text{ }^\circ\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 10 \text{ }^\circ\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 2 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 20 \text{ }^\circ\text{C/мин}$.

(б) $T_{\text{выд}} = 620 \text{ }^\circ\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 10 \text{ }^\circ\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 5 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 10 \text{ }^\circ\text{C/мин}$.

(в) $T_{\text{выд}} = 620 \text{ }^\circ\text{C}$; $V_{\text{нагр}} = 10 \text{ }^\circ\text{C/мин}$; $t_{\text{выд}} = 2 \text{ мин}$; $V_{\text{охл}} = 100 \text{ }^\circ\text{C/мин}$.

С повышением температуры отжига до $T_3 = 620\text{ }^\circ\text{C}$ процессы массообмена с участием жидкой фазы становятся интенсивнее. В результате затвердевания образуются крупные, хорошо выраженные столбчатые кристаллы α -фазы алюминия. Металлографический анализ показывает, что при температуре $620\text{ }^\circ\text{C}$ на стадии затвердевания на границах зерен α -Al также регистрируются первичные кристаллы кремния, более крупные в сравнении с полученными при $580\text{ }^\circ\text{C}$. На конечной стадии затвердевания образуется грубая эвтектическая структура α -Al+Si. Это отчетливо наблюдается на рисунке 57 (в), где включения кремния относятся к двум различным фазовым составляющим, различающимся концентрацией примеси алюминия в кристаллах кремния. Указанные фазы имеют различный цвет: более темные – это эвтектические кристаллы кремния, а фаза, соответствующая первичным кристаллам Si, более светлая [109]. Согласно равновесной диаграмме состояния, растворимость Al в Si мала, но кривая растворения имеет ретроградный характер с повышением температуры, поэтому первичные кристаллы кремния содержат больше Al, чем эвтектическая составляющая [109, 110]. После отжига при $620\text{ }^\circ\text{C}$ (рисунки 57 в, 58 а, б, в) область взаимодействия припоя и подложки увеличивается еще больше по сравнению с наблюдаемой после отжига при 580 и $600\text{ }^\circ\text{C}$. Это свидетельствует о сложном механизме кристаллизации, когда выделение кремния происходит в две стадии.

На рисунках 58 и 59 показаны результаты влияния скорости нагрева, времени выдержки и скорости охлаждения. Эти данные являются дополнительными к данным, приведенным на рисунке 57. Дополнительные данные позволили уточнить влияние скорости охлаждения и времени выдержки на образование микроструктуры после кристаллизации.

Отмечено следующее влияние скорости охлаждения. Металлографические изображения показывают, что при температуре $T_3 = 620\text{ }^\circ\text{C}$ независимо от скорости охлаждения на границах зерен α -Al образуются крупные первичные кристаллы кремния. При этом увеличение скорости охлаждения приводит к небольшому измельчению как столбчатых кристаллов

α -фазы, так и эвтектической структуры.

Выявлено влияние времени выдержки. При выдержке 5 минут и скорости охлаждения $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$ эвтектическая структура почти вырождена, в основном кристаллы Al и Si растут независимо. При уменьшении времени выдержки на поверхности шлифов участков с регулярной эвтектической структурой наблюдается больше, однако образующаяся эвтектика намного грубее, чем при температуре $600\text{ }^{\circ}\text{C.}$

Выводы к главе 5

1. Проведены термические испытания нового материала – алюминиевого сплава АД1, плакированного припоем Al–Si с внедренным флюсом KAlF_4 . Исследовалось влияние основных управляющих параметров процесса пайки на характеристики окончательной микроструктуры.
2. Обнаружено, что на первой стадии плавления компонентов композиционного припоя Al–Si + флюс происходит плавление флюса (KAlF_4). По результатам термоаналитических и металлографических исследований установлены температуры T и энтальпии ΔH его плавления: $T_{\text{пл.}} = 550 \text{ }^\circ\text{C}$, $\Delta H_{\text{пл.}} = 3,796 \text{ мДж}$, что соответствует литературным данным [102, 108]. Позднее, по мере повышения температуры, плавится матричный материал $\text{Al}_{90}\text{Si}_{10}$. Для него экспериментально установлены величины $T_{\text{пл.}} = 576 \text{ }^\circ\text{C}$, $\Delta H_{\text{пл.}} = 738,1 \text{ мДж}$.
3. Присутствие внедренного флюса во всем объеме припоя способствует не только растворению оксидной пленки, но и активизирует взаимодействие между припоем и подложкой еще до плавления припоя, что способствует улучшению качества паяных соединений за счет образования переходной зоны, в которой регистрируется плавное изменение химического состава от эвтектического до низколегированного.
4. Установлено, что плавление материала припоя $\text{Al}_{90}\text{Si}_{10}$ происходит в три стадии: при температуре $576,1 \text{ }^\circ\text{C}$ происходит доплавление остатков флюса с эндотермическим эффектом, при $578 \text{ }^\circ\text{C}$ плавится эвтектическая фаза, а при температуре $582 \text{ }^\circ\text{C}$ доплавляются избыточные кристаллы твердого раствора на основе $\alpha\text{-Al}$.
5. Показано, что все параметры процесса оказывают значимое влияние на процесс пайки. Экспериментально установлено, что наибольшее влияние оказывают температура $T_{\text{выдер.}}$ выдержки и скорость охлаждения $V_{\text{охл.}}$. Температура $T_{\text{выдер.}}$ фактически определяет время нахождения припоя в жидком состоянии, когда реализуется течение припоя и формирование мениска в местах соединения. С технологической точки зрения

- повышение $T_{\text{выдер.}}$ выше температуры плавления припоя на 10-20 °С снижает вязкость и повышает жидкотекучесть в тонком (толщиной менее 40 мкм) слое жидкого припоя.
6. С повышением температуры отжига наблюдается характерное изменение микроструктуры образцов. При 580 °С регистрируется исчезновение границы раздела припой-подложка и образование переходной области. При 600 °С наблюдается рост первичных кристаллов $\alpha\text{-Al}$ и образование эвтектики $\alpha\text{-Al+Si}$. При 620 °С происходит образование крупных кристаллов $\alpha\text{-Al}$, выделение первичных кристаллов кремния и образование более грубой игольчатой эвтектики, что свидетельствует о двухстадийном механизме кристаллизации кремния при наибольшей температуре выдержки. Таким образом, большой перегрев выше температуры плавления припоя потенциально ухудшает механические свойства соединения и охрупчивает его за счет роста крупных кристаллов $\alpha\text{-Al}$.
 7. Параметр скорости охлаждения $V_{\text{охл.}}$ влияет на характеристики отбираемой при кристаллизации микроструктуры. При увеличении $V_{\text{охл.}}$ эвтектическая фаза, регистрируемая между зернами $\alpha\text{-Al}$, имеет меньшее межпластинчатое расстояние, а также изменяется морфология самих зерен $\alpha\text{-Al}$. Для достижения микроструктуры с хорошими механическими свойствами скорость охлаждения должна быть не менее 20 °С/минуту.
 8. Влияние времени выдержки сходно с влиянием температуры выдержки: с повышением времени выдержки успевают завершиться процессы смачивания и капиллярного течения. В литературе [1, 65] рекомендуется время выдержки порядка 2 минут, поскольку при 5 минутах и более начинается паразитная диффузия кремния в подложку. Экспериментально в диссертационной работе показано, что паразитная диффузия при выдержке 5 минут и температуре 620 °С приводит к вырождению эвтектической структуры, когда протекает отдельная кристаллизация

твердого раствора α -Al и кремния, что негативно влияет на прочностные свойства паяных соединений.

9. Влияние скорости нагрева на окончательную микроструктуру установлено как незначительное. При режиме пайки с температурой выдержки 600 °C и наибольшей скорости охлаждения 100 °C в минуту образуется оптимальная микроструктура без выраженных кристаллов α -Al и с высокодисперсной эвтектической структурой.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Экспериментально показано, что для сплавов марки АМг скорость нагрева в пределах от 20 до 50 °С/мин в процессе пайки несущественно влияет на структурные и механические свойства соединения. Паяные соединения, полученные при температуре 400 °С, времени выдержки 1 минута и скорости охлаждения 50 °С/мин; без механического удаления оксидов и предварительного лужения имеют разрушающее напряжение на срез не более 50 МПа. При повышении температуры пайки до 450 °С и дополнительном удалении оксидной пленки на стадии лужения значения на срез увеличиваются до 70 МПа. Таким образом, дополнительное механическое удаление оксидов на стадии лужения приводит к тому, что значения на срез повышаются на 30% при сохранении режимов пайки и величины нахлеста. Увеличение времени выдержки при максимальной температуре пайки до 3 и более минут приводит к вырождению микроструктуры и образованию глубокой эрозии в основном материале.
2. Проведено сравнение механизмов растекания припоя и структурообразования при различных методах пайки и определены ключевые режимы пайки и составы присадочных материалов для Al сплавов с содержанием Mg до 6%, включающие диапазон температуры пайки от 400 до 450 °С, с предварительным лужением и механическим удалением оксидов под слоем расплава припоя, временем пайки не более 1 минуты и скоростью охлаждения не более 20 °С/мин.
3. Показано, что результирующая микроструктура соединения состоит из смеси четырех фаз: двух твердых растворов α и α_1 на основе Al, твердого раствора β на основе Zn и интерметаллида CuZn_5 . Совместная эвтектика сформирована растворами α и β , при этом твердый раствор на основе α распадается на α и α_1 на стадии охлаждения.
4. Установлена взаимосвязь со структурно-фазовыми характеристиками и механическими свойствами паяных соединений. Показано, что медь в составе Zn припоя положительно влияет на процессы его растекания. Для сохранения достаточной пластичности паяного соединения требуется

- обеспечить рост фазы CuZn_5 в составе эвтектики путем подбора режимов пайки, что препятствует образованию хрупких интерметаллидов Me_xMg_y .
5. Фрактографический анализ показал, что механизм разрушения протекает по смешанному вязко-хрупкому механизму. На первом этапе разрушения происходит зарождение трещины в центральной части паяного шва, которое перетекает в механизм квазихрупкого разрушения. Трещина зарождается в области границы с различным типом микроструктур по сильнонапряженным элементам. На втором этапе протекает вязкое разрушение основного материала АМгб по границе вдоль паяного шва. Соотношение площадей хрупкого и вязкого разрушения на изломах при выбранных режимах пайки близко к 50% : 50%.
 6. Понижение температуры механических испытаний до -80 °С не оказывает заметного влияния на значения разрушающего напряжения при срезе. Использование различных припоев показало, что соединение, полученное с помощью припоя Zn-2\%Cu-1\%Al , менее подвержено трещинообразованию на участке пластической деформации, чем припой состава Zn-Al без легирования медью.
 7. Испытания нового композиционного материала для реакционно-флюсовой пайки Al-Si + внедренный флюс KAlF_4 позволили установить температуры T и энтальпии ΔH плавления флюса: $T_{\text{пл.}} = 550$ °С, $\Delta H_{\text{пл.}} = 3,796$ мДж и системы $\text{Al}_{90}\text{Si}_{10}$ $T_{\text{пл.}} = 576$ °С, $\Delta H_{\text{пл.}} = 738,1$ мДж. Определена оптимальная микроструктура без выраженных кристаллов $\alpha\text{-Al}$ и с высокодисперсной эвтектической структурой при режиме пайки с температурой выдержки 600 °С и наибольшей скорости охлаждения 100 °С в минуту.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Sekulic D.P. Dendritic growth in Al–Si alloys during brazing. Part 1: Experimental evidence and kinetics / D.P. Sekulic, P.K. Galenko, M.D. Krivilyov, L. Walker, F. Gao // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. – 2005. – V.48. – Issue 12. – P. 2372-2384.
2. Справочник по пайке. Под ред. И.Е. Петрунина. 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 2003 – 480 с.
3. Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник в 3 т. / Н.П. Лякишев. – М.: Машиностроение, Москва, 1996 – 1024 с.
4. Лоцманов С.Н. Руководство по пайке металлов / С.Н. Лоцманов. – М.: Оборонгиз, 1960 – 191 с.
5. Vocharova O.A. Simulation of the induction soldering process of waveguide paths from aluminum alloys / O.A. Vocharova, A.V. Murygin, A.N. Vocharov, R.V. Zaitsev // *Сибирский аэрокосмический журнал*. – 2020. – Т.21. – №3. – С. 424-431.
6. Злобин С. К. Пайка тонкостенных волноводных трактов из сплавов на основе алюминия с использованием индукционного нагрева / С.К. Злобин, А.Н. Сдобников // *Решетневские чтения*. – 2010. – С. 59-60.
7. Оспенникова О. Г. Перспективные разработки в области высокотемпературной пайки жаропрочных сплавов / О.Г. Оспенникова, В.И. Лукин, А.Н. Афанасьев-Ходыкин, И.А. Галушка, О.В. Шевченко // *Авиационные материалы и технологии*. – 2017. – №5. – С. 144-158.
8. Морозов В. А., Пашков И.Н., Монастырская Е.В. Пайка сотовых уплотнений газотурбинных двигателей порошковыми припоями в виде лент на пластичных полимерных связующих / В.А. Морозов, И.Н. Пашков, Е.В. Монастырская // *Сборник тезисов научно-технического конгресса по двигателестроению*. – 2018. – Т.2. – Р. 341.
9. Вдовин Р. А. Формирование технологических основ изготовления рабочих лопаток турбины ГТД / Р.А. Вдовин. – Самара: Издательство Самарского университета, 2021 – 209 с.

10. EEA Aluminium Automotive Manual. – Joining Brazing, EEA. – Belgium. – 2015. – URL: <https://www.european-aluminium.eu/> Дата обращения: 10.02.2023.
11. Davis J. R. ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys / J.R. Davis // ASM International, 1993 – 784 p.
12. TALAT Lecture 4601 Introduction to Brazing of Aluminium Alloys EAA // European Aluminium Association. – 1994. – 26 p.
13. Feng J. I. Microstructure and properties of Cu/Al joints brazed with Zn–Al filler metals / J.I. Feng, S. Xue, J. Lou, Y. Lou, S. Wang // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2012. – V. 22. – Issue 2. – P. 281-287.
14. Xiao B. Development of ZrF₄-containing CsF–AlF₃ flux for brazing 5052 aluminium alloy with Zn–Al filler metal / B. Xiao, D. Wang, F. Cheng, Y. Wang // Materials & Design. – 2016. –V.90. – P. 610-617.
15. Bazhenov V. E. Interaction of Zn and Zn–4Al, Zn–15Al (wt-%) solder alloys with aluminium / V.E. Bazhenov, I.N. Pashkov, M.V. Pikunov, V.V. Cheverikin, A.A. Anohin // Materials Science and Technology. – 2016. – V.32. – Issue 8. – P. 752-759.
16. Шаргаев Е. О. Исследование взаимодействия цинковых припоев со сплавами алюминия при нанесении трением / Е.О. Шаргаев, И.Н. Пашков // Вектор науки ТГУ. – 2020. – № 4. – P. 58-66.
17. Мальцева Т. В. Цветные металлы и сплавы: учеб. пособие / Т. В. Мальцева // Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2019 – 176 с.
18. Осинцев О. Е. Диаграммы состояния двойных и тройных систем. Фазовые равновесия в сплавах: учеб. пособие / О. Е. Осинцев // М.: Машиностроение, 2009 – 352 с.
19. Лахтин Ю. М. Материаловедение: учеб. для вузов, 3-е изд., перераб. и доп./ Ю. М. Лахтин, В. П. Леонтьева // М.: Машиностроение, 1990 – 528 с.
20. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов: учеб. пособие для вузов по специальности «Металловедение и технология термической обработки металлов» Изд. 3-

- е, испр. и доп. / Б. А. Колачев, В. А. Ливанов, В. И. Елагин // М.: МИСИС, 2001 – 414 с.
21. Шутов И.В. Фазовые превращения при термической обработке композитного припоя Al-Si + флюс / И.В. Шутов, Л.В. Камаева, А.Р. Хамидулина, М.Д. Кривилев, Д.П. Секулич // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2021. – Т. 782. – № 8. – С. 10-14.
 22. Birks N. *Introduction to the High-Temperature Oxidation of Metals* / N. Birks, H. M. Gerald, S. P. Fred // Cambridge University Press, 2006 – 198 p.
 23. Бенар Ж. *Окисление металлов* / Ж. Бенар // М.: Metallurgy, 1968 – 499 с.
 24. Шауцуков А.Г. Современное представление о возможных механизмах адгезии металлических пленок к различным подложкам / А.Г. Шауцуков // *Прикладная физика.* – 2006. – № 5. – С. 16-21.
 25. Жемчужина Е.А. Поверхностные явления при плавке алюминия и его сплавов с флюсами / Е.А. Жемчужина // *СНЕМІСКЕ ЗВЕСТИ XIII.* – 1959. – V.11. – С. 711-722.
 26. Дворников Н.А. Моделирование химических процессов при взаимодействии алюминия с окислами шихты и флюсом / Н.А. Дворников, С.Б. Новичков // *Цветная металлургия.* – 2004. – №1. – С.14-20.
 27. Sun Y. Unravelling the evolution of oxides at the aluminum liquid/vapor interface / Y. Sun, K. Vijay Reddy, E. Yousefi, M. Verma, N. Moelans, M. Guo, D. Seveno // *Acta Materialia.* – 2024. – V. 266. – P. 119707.
 28. Gruzd S.A., Krivilyov M.D., Samsonov D.S. Non-isothermal Wetting of an Al Alloy Pin by Al-Si Melt under Terrestrial and Microgravity Conditions / S.A. Gruzd, M.D. Krivilyov, D.S. Samsonov // *Microgravity Science Technology.* – 2022. – V.34. – Issue 4. – Paper No. 65.
 29. Lazaridis K. Contact angle ageing and anomalous capillary flow of a molten metal / K. Lazaridis, Y. Wu, K. Santhosh, C. Yu, M.D. Krivilyov, D.P. Sekulic, S. Mesarovic // *Physics of Fluids.* – 2022. – V.34. – P. 112117.
 30. Wu Y. Effects of gravity on the capillary flow of a molten metal / Y. Wu, K. Lazaridis, K. Santhosh, C. Yu, M.D. Krivilyov, D.P. Sekulic, S. Mesarovic //

- Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. – 2023. – V.656, Part A. – P. 130400.
31. Liu W. Capillary Rise of Liquids over a Microstructured Solid Surface / W. Liu, Y. Li, Y. Cai, D.P. Sekulic // *Langmuir*. – 2011. – V.27. – P. 14260-14266.
 32. Денисова Э.И. Прикладное материаловедение: металлы и сплавы. Учебн. пособ. / Э.И. Денисова, В.В. Карташов, В.Н. Рычков // Екатеринбург: Изд. Уральского университета, 2018 – 216 с.
 33. Антипов В.В. Алюминиевые деформируемые сплавы / В.В. Антипов, О.Г. Сенаторова, Е.А. Ткаченко, Р.О. Вахромов // *Авиационные материалы и технологии*. – Москва. – 2012. – С. 167-182.
 34. Фридляндер И.Н. Структура, способность к выдавке и свариваемость листов и сплава типа “Авиаль”, легированного кальцием / И.Н. Фридляндер // *Создание, исследование и применение алюминиевых сплавов: избранные труды к 100-летию со дня рождения Фридляндера И.Н.* – М.: Наука. – 2013. – С. 166-178.
 35. Курдюмов А.В. Металлические примеси в алюминиевых сплавах / А.В. Курдюмов // М.: *Металлургия*, 1988 – 143 с.
 36. Park H.W. Effect of Ca addition on microstructure of semisolid Al–Zn–Mg alloys during reheating / H.W. Park // *Proceedings of the 12 ICAA*. – 2010. – P. 1726–1729.
 37. Клочков Г.Г. Структура и свойства листов из высокотехнологичного сплава В-1341 системы Al-Mg-Si / Г.Г. Клочков // *Труды ВИАМ*. – 2017. – № 12. – С. 25-35.
 38. Филиппов М.А. Методология выбора металлических сплавов и упрочняющих технологий в машиностроении: учебное пособие в 2т. Т. 2: Цветные металлы и сплавы / М. А. Филиппов, В. Р. Бараз, М. А. Гервасьев // Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та., 2013 – 236 с.
 39. Жиликов В.П. Исследование влияния легирования на коррозионную стойкость цинковых припоев системы Zn–7Al–3,7Cu / В.П. Жиликов, В.С. Рыльников // *Авиационные материалы и технологии*. – Москва. – 2013. – №1(26). – С. 21-23.

40. Никитинский А.М. Пайка алюминия и его сплавов / А.М. Никитинский // М.: Машиностроение, 1983 – 192 с.
41. Fu H. Kinetics of molten metal capillary flow in non-reactive and reactive systems / H. Fu // Theses and Dissertations – Mechanical Engineering, University of Kentucky, USA – 2016.
42. Сторчай Е.И. Новая экологически чистая технология подготовки поверхности алюминиевых сплавов к пайке / Е.И. Сторчай, Л.С. Лантушенко, Ю.В. Горбатский // Сварочное производство. – 2001. – Т.1. – С. 37–41.
43. Shapiro A.E. New aluminum-based coldrolled and composite braze foils for brazing titanium below 700 C / A.E. Shapiro, Y.A. Flom // Proceeding of the 5th International Brazing and Soldering. – 2012. – P. 427-432.
44. Shapiro A.E. State of the art of titanium-based brazing filler metals / A.E. Shapiro, A. Rabinkin // Welding Journal. – 2003. – V. 82(10). – P. 36-43.
45. Saiz E. Kinetics of high-temperature spreading / E. Saiz, A.P. Tomsia // Current Opinion in Solid State and Materials Science. – 2005. – V.9. – Issues 4–5. – P.167-173.
46. Deville S. Ice-templated porous alumina structures / S. Deville, E. Saiz, A.P. Tomsia // Acta Materialia. – 2007. – V.55. – Issue 6. – P. 1965-1974.
47. Клевцов Г. В. Прочность и механизмы разрушения объемных наноструктурированных металлических материалов: учебное пособие / Г. В. Клевцов // Уфа: РИК УГАТУ, 2016 – 240 с.
48. Benoit M. J. Microstructure evolution of warm deformed multilayered Al alloy sheet during brazing / M. J. Benoit // Journal of Materials Processing Technology. – 2020. – V. 281. – P. 116639.
49. Фридляндер И.Н. Цветные металлы и сплавы. Композиционные металлические материалы. Т. 2-3 / И.Н. Фридляндер, О.Г. Сенаторова, О.Е. Осинцев, К.В. Фролов // М.: Машиностроение, 2001 – 880 с.
50. Антипов В. В. Перспективы развития алюминиевых, магниевых и титановых сплавов для изделий авиационно-космической техники / В.В.

- Антипов // *Авиационные материалы и технологии сплавов.* – 2017. – № 5. – С. 186–194.
51. Горностаев И.Н. Способ высокотемпературной пайки деталей из алюминиевых термоупрочняемых сплавов // Патент № 2675326, Российская Федерация.
52. Li J. Modified friction stir clinching-brazing of brass to AA5083 aluminum alloy using Zn interlayer / Li J., F.Tang, M. Paidar // *Archiv.Civ.Mech.Eng.* – 2021. – №13. – 12 p.
53. Xiao Y. Ultrasound-induced equiaxial flower-like CuZn5/Al composite microstructure formation in Al/Zn–Al/Cu / Y. Xiao // *Materials Science & Engineering.* – 2014. – V.594. – P. 135–139.
54. Hua Y. Microstructure and mechanical properties of brazing joint of silver-based composite filler metal / Y. Hua, Z. Liangliang, C. Fangfang, Z. Sujuan, M. Jia, B. Li, Youngtao J., B. Hu, W. Shizhong, L. Weimin // *Nanotechnology Reviews.* – 2020. – V.9. – P. 1034-1043.
55. Груздь С.А. Модель фазового поля для неизотермического смачивания вертикального металлического стержня расплавом / С.А. Груздь, Д. С. Самсонов, М. Д. Кривилев // *Материалы Международного симпозиума “Неравновесные процессы в сплошных средах”*, ПГНИУ. – 2021. – С. 68-73.
56. Мараев В.С. Верификация математической модели технологического процесса индукционной пайки / В.С. Мараев // *Современные инновации, системы и технологии.* – 2022. – Т.2. – №1. – С. 41-50.
57. Долгих И. Ю. Математическое моделирование электромагнитных и тепловых процессов при индукционном нагреве / И. Ю. Долгих, А. Н. Королев, В. М. Захаров // *Электротехника. Энергетика. Машиностроение.* – 2014. – С. 85-88.
58. Филиппов С.В. Моделирование истечения порошкового припоя при изготовлении заготовок сотовых вставок ГТД / С.В. Филиппов // *Известия ВУЗов. Авиационная техника.* – 2005. – № 5. – С. 65-67.

59. Сидельников С.Б. Механические свойства алюминиевых сплавов / С.Б. Сидельников // Красноярск: Сиб. федер. университет, Ин-т цвет. металлов и материаловедения, 2012 – 194 с.
60. ГОСТ 4784-97 Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки. (С изменениями N 1, 2, 3, с поправками).
61. ГОСТ 21631-76 Листы из алюминия и алюминиевых сплавов. (С изменениями N 1, 2, 3, с поправками).
62. ГОСТ Р 11069-2019. Алюминий первичный. Марки. Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 октября 2019 г. № 1010-ст введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации, дата введения 01.06.2020 г.
63. ГОСТ Р 3640-94 Цинк. Технические условия. Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 27.06.96 N 433 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации.
64. ГОСТ Р 859-2014 Медь. Марки. Приказом Федерального агентства по 125 техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2014 г. N 865-ст введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации, дата введения 01.06.2015 г.
65. ГОСТ 17325-79. Пайка и лужение. Основные термины и определения. – М.: Госстандарт СССР, 1979. – 22 с.
66. ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. (С изменениями N 1, 2, 3, с Поправками).
67. ГОСТ 492-2006 Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые, обрабатываемые давлением. Марки. Введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации, дата введения 01.01.2008 г.
68. Справочник по теории автоматического управления. Под ред. А.А. Красовского / М.: Наука, 1987. – 712 с.

69. Piątkowski J. Testing phase changes in Al-Si alloys with application of thermal analysis and differential calorimetric analysis / J. Piątkowski, B. Gajdzik // METALURGIJA. – 2013. – V. 52(4). – P. 469-472.
70. Харитоновна Е.П. Задача. Основы дифференциальной сканирующей калориметрии, метод.пособ. / Е.П. Харитоновна // М.: МГУ, 2010 – 17 с.
71. Мальцев М.В. Металлография промышленных цветных металлов и сплавов, 2-е изд. / М.В. Мальцев // М.: Metallurgy, 1970 – 364 с.
72. ГОСТ 1497-84 (ИСО 6892-84) Металлы. Методы испытаний на растяжение.
73. Шутов И.В. Анализ смачивания и диффузионных процессов при контактном сплавлении припоев Zn–Cu–Al и Mg–Al со сплавом AlMg3 / И.В. Шутов, Л. В. Камаева, Е. А. Баталова, М. Н. Королев, М. Д. Кривилев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2022. – № 8. – С. 80-86.
74. Попель П.С. Наследственные эффекты в расплавах Al-Si и Al-Cu и их влияние на структуру после кристаллизации / П.С. Попель, У. Дальборг, М. Кальво-Дальборг, С. Донг, И.Г. Бродова, А.Р. Курочкин // Metallurgy машиностроения. – 2019. – №2. – С. 14-20.
75. Бродова И.Г. Структурные исследования и реология схождения толстостенных оболочек из Al–Mg сплава / И.Г. Бродова, И.Г. Ширинкина, В.В. Астафьев, С.В. Балускин, Г.В. Куликов, А.Ю. Симонов //Физика металлов и металловедение. – 2023. – Т.124. – №12. – С. 1211-1219.
76. Бродова И.Г. Морфологические особенности структуры и свойства заэвтектических силуминов / И.Г. Бродова // ФММ. – 1988. – Т.65. – №6. – С. 1149-1154.
77. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов / Н.А. Белов // М.: МИСиС, 2010 – 511 с.
78. Мальцева Л.А. Распад пересыщенных твердых растворов. Учебное пособие / Л. А. Мальцева // Екатеринбург: Форт Диалог-Исеть, 2019 – 66 с.
79. Zhenglong L. Interfacial microstructure and reaction mechanism with various

- weld fillers on laser welding-brazing of Al/Cu lap joint / L. Zhenglong, Z. Xinrui, L. Jinge, Li Peng // J. Manuf. Process. – 2021. – V. 67. – P. 226-240.
80. Шутов И.В. Изучение разрушения паяных соединений АМг6 / И.В. Шутов, М.Н. Королев, М.Д. Кривилев // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. – 2024. – №1. – С. 42-49.
81. Бараз В. Р. Физические основы упрочнения и разрушения материалов. Учебное пособие / В. Р. Бараз, М. А. Филиппов // Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2017 – 192 с.
82. Петрунин И. Е. Металловедение пайки / И.Е. Петрунин, И. Ю. Маркова, А. С. Екатова // М.: Металлургия, 1976 – 264 с.
83. Лучкин Р.С. Прочность и надежность паяных конструкций: учеб. пос. / Р.С. Лучкин // Тольятти: Изд-во ТГУ, 2014 – 211 с.
84. Петрова А.Н. Механические свойства Al–Zn–Mg–Fe–Ni-сплава эвтектического типа при разных скоростях деформации / А.Н. Петрова, И.Г. Бродова, С.В. Разоренов, Е.В. Шорохов, Т.К. Акоюн // Физика металлов и материаловедение. – 2019. – Т.120. – №12. – С. 1322-1328.
85. Ширинкина И.Г. Структурно-фазовые превращения при отжиге Al–Zn–Mg–Fe–Ni-сплава после кручения при высоком давлении / И.Г. Ширинкина, И.Г. Бродова // Физика металлов и материаловедение. – 2020. – Т.121. – №4. – С. 388-395.
86. Золоторевский В. С. Механические свойства металлов / В.С. Золоторевский // М.: МИСИС, 1998 – 400 с.
87. Федосеева Е.М. Особенности порообразования в сварных соединениях алюминиевого сплава Al–Mg–Li при сварке с присадочной проволокой АМг6 / Е.М. Федосеева, Т.В. Ольшанская // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. – 2022. – С.76-86.
88. Ваулина О.Ю. Макроскопический метод исследования металлов и сплавов. Лабораторный практикум: метод. указ. по выполнению лаб. работы по курсу "Общее материаловедение" / О.Ю. Ваулина // Томск: Изд. ТПУ, 2015 – 21 с.
89. Греков А.А., Петрова С.Г. Повышение механических свойств

- деформируемых термически не упрочняемых алюминиевых сплавов (магналийев) / А.А. Греков, С.Г. Петрова // Неделя науки Санкт-Петербургского государственного морского технического университета. – 2021. – №1.
90. Xu Z. Application of a new ultrasonic-assisted semi-solid brazing on dissimilar Al/Mg alloys / Z. Xu // *Materials Letters*. – 2018. – V. 228. – P.72–76.
91. Volosevich D.V. Aluminum alloys in additive manufacturing. heat treatment of aluminum alloys (Алюминиевые сплавы в аддитивном производстве. термическая обработка алюминиевых сплавов) / D.V. Volosevich, K.S. Nasonovskiy, A.D. Evstieev, A.A. Voropaev, O.G. Klimova-Korsmik, R.S. Korsmik // *Advanced high entropy materials*. – 2023. – 161 p.
92. Xinxiang Y. Solidification and homogenization behaviors of Al-9.1 Zn-2.1 Mg-2.2 Cu-0.1 Zr-0.07 Ce alloy / Y. Xinxiang // *Mater. Res. Express*. – 2019. – V.6. – P. 026574.
93. Cao R. Behaviors and effects of Zn coating on welding-brazing process of Al-Steel and Mg-steel dissimilar metals / R. Cao, J.H. Chang, Q. Huang, X.B. Zhang, Y.J. Yan, J.H. Chen // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2018. – V.31. – P. 674-688.
94. Hamid R. J. Interfacial reaction mechanism during laser brazing of Zn–Mg–Al-coated steel to AA 6061 aluminum alloy / R. J., L. Mokyoun, H. S. Cheol, J. C. Hye, H. K. Jeoung // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2022. – V. 83. – P. 471-487.
95. Феллоуз Дж. Фрактография и атлас фрактограмм. Справочное издание / Перевод с англ. Шур Е.А. под ред. Бернштейна М.Л. // М.: Металлургия, 1982 – 489 с.
96. Антипов В.В. Высокопрочные Al — Zn — Mg — Cu-сплавы и легкие Al—Li-сплавы / В. В. Антипов, О. Г. Сенаторова, Е. А. Ткаченко // Препринт ВИАМ 2011–205744.
97. Liang S.-M. Analysis of microstructure formation in cast Zn alloys derived from computational thermodynamics of the Zn–Al–Cu–Mg system / S.-M. Liang // *Journal of Materials Science*. – 2019. – V.54. – P. 9887–9906.

98. Фридляндер И. Н. Высокопрочные сплавы системы Al - Zn - Mg – Cu / И. Н. Фридляндер, О. Г. Сенаторова, Е. А. Ткаченко // Энциклопедия. Машиностроение. Т. II-3 "Цветные металлы и сплавы". – М.: Металлургия. – 2001. – С. 94 – 128.
99. Евстифеев А. Д. Анализ скоростных зависимостей критических напряжений в алюминиевых сплавах системы Al–Mg при ударных нагрузках / А. Д. Евстифеев, И. В. Смирнов, Ю. В. Петров // Физика твердого тела. – 2020. – Т.62. – В.11. – С.1749–1754.
100. Shutov I.V. Effect of processing parameters on microstructure in brazing of Al–Si alloys / I.V. Shutov, L.V. Kamaeva, M.D. Krivilyov, C.-N. Yu, S.Dj. Mesarovic, D.P. Sekulic // Journal of Crystal Growth. – 2020. – V.530. – P. 125287.
101. Hawksworth D.K. TRILLIUM™ Technology - Aluminium brazing with a composite liner. / D.K. Hawksworth, R.G.J. Westergård, A.J.W. Ogilvy // 7th Int. Congress "Aluminium Brazing". – 2012. – 11 p.
102. Fu H. Kinetics of the molten Al–Si triple line movement during a brazed joint formation / H. Fu, M. Dehsara, M. Krivilyov, S. Dj. Mesarovic, D.P. Sekulic // Journal of Materials Science. – 2016. – V. 51. – P. 1798-1812.
103. Swidersky H.W., Lauzon Daniel C. Aluminium Brazing with Non-corrosive Fluxes State of the Art and Trends in NOCOLOK Flux Technology / H.W. Swidersky, C. Lauzon Daniel // Solvay Fluor und Derivate GmbH, Germany, 2001 – 6 p.
104. Бродова И.Г. Структурообразование и свойства эвтектического силумина, полученного селективным лазерным сплавлением / И.Г. Бродова, О.А. Чикова, А.Н. Петрова, А.Г. Меркушев // Физика металлов и металловедение. – 2019. – Т.120. – №11. – С. 1204-1209.
105. Paton B. Space Technologies, Materials and Structures / B. Paton // CRC Press, 2003 – 565 p.
106. Creber D. K. A Mechanistic Study of Aluminum Vacuum Brazing / D. K. Creber, J. Ball, D. J. Field // SAE Transactions. – 1987. – V. 96. – P. 648–655.
107. Zhao H. Wetting kinetics of a hypo-eutectic Al–Si system / H. Zhao, D.P.

- Sekulic // *Materials Letters*. – 2008. – V.62. – Issue 15. – P. 2241-2244.
108. Field D. J. Mechanistic Aspects of the NOCOLOK Flux Brazing Process / D. J. Field, N. I. Steward // *SAE Transactions*. – 1987. – V.96. – P.656–664.
109. Majumder A. On the primary silicon precipitation during the eutectic solidification of Al–Si alloys / A. Majumder, C. Dipankar, N. Sambhunath // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. – 2023. – V.31. – P. 075004.
110. Еремеев А.Д., Волосевич Д.В. Исследование формирования структуры наплавочных валиков при лазерном выращивании из порошка сплава AlSi10Mg / А.Д. Еремеев, Д.В. Волосевич // *Фотоника*. – 2021. – Т.15. – № 7. – С. 558-567.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Акт внедрения результатов кандидатской (диссертационной) работы
Шутова Ильи Владиславовича (ООО «Эковектор»)

Центр лазерных решений "Эковектор"
426034, Ижевск Ул. Университетская, 1
Телефон (3412) 916-139
www.ecovector.org
E-mail eh@udsu.ru

Center of laser solutions
426034, Izhevsk, Universitetskaya ul., 1
Phone +7 3412 916139
www.ecovector.org
E-mail: eh@udsu.ru

АКТ

внедрения результатов диссертационной работы
Шутова Ильи Владиславовича «Формирование микроструктуры
и прочностных свойств при высокотемпературной
пайке Al сплавов с различным содержанием Mg»

Настоящий акт свидетельствует о том, что на основе ключевых результатов диссертации И.В. Шутова «Формирование микроструктуры и прочностных свойств при высокотемпературной пайке Al сплавов с различным содержанием Mg» в ООО «Эковектор» внедрены методики пайки для производства научно-технического оборудования и различных изделий. Методические рекомендации по способу бесфлюсовой пайки позволили повысить технологичность процессов ремонта и восстановления деталей различной техники в г. Ижевске. Представленный в диссертации обзор позволил систематизировать применение в производстве различных присадочных материалов для пайки Al сплавов.

Директор



Е.В. Харанжевский

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Акт оценки практической значимости результатов кандидатской
(диссертационной) работы

Шутова Ильи Владиславовича (АО «Элеконд»)

УТВЕРЖДАЮ

Главный инженер - заместитель
генерального директора, кандидат
технических наук

_____ А.В.Степанов

АО «Элеконд»

Удмуртская Республика,
г. Сарапул, ул. Калинина, д.3

« ____ » _____ 2024 г.

АКТ

оценки практической значимости
результатов диссертационной работы
Шутова Ильи Владиславовича

Настоящий акт свидетельствует о том, что возможно использование ключевых результатов диссертации И.В. Шутова «Формирование микроструктуры и прочностных свойств при высокотемпературной пайке Al сплавов с различным содержанием Mg» на АО «Элеконд» при производстве продукции для запайки, герметизации алюминиевых конденсаторов после формирования и уточнения технического задания.

1. Разработанные в диссертации методические рекомендации по способу пайки Al сплавов практически значимы в радиоэлектронной промышленности для подготовки корпусов конденсаторов, крепежа элементов радиоэлектронной аппаратуры, изготовления алюминиевых радиаторов для систем охлаждения.
2. Полученные данные планируются к использованию для оптимизации технологических процессов на АО «Элеконд».
3. Теоретические выводы, содержащиеся в работе Шутова И.В., используются при подготовке специалистов предприятия.

Начальник научно-технического отдела

АО «Элеконд», кандидат технических наук

/ С.П. Старостин

Дата