

## СЕКЦИЯ 2. ВАКУУМНЫЕ СИСТЕМЫ И УСТРОЙСТВА

### Результаты исследований газопроницаемости, газовыделения и герметичности алюмокерамических оболочек

С.А. Бушин, С.С. Галкин, А.И. Ядровский  
Москва, ФГУП ВНИИА им. Н.Л. Духова, ул. Сущевская д.22  
e-mail: vniia4@vniia.ru

*Представленные материалы содержат результаты экспериментальных исследований по оценке явлений газопроницаемости, связанных с прохождением пробного(рабочего) вещества(газа) сквозь алюмокерамические оболочки миниатюрных приборов, а также результаты газовыделения материалов, из которых изготовлены данные оболочки, и их испытаний на герметичность.*

*The results of studies of gas permeability, gas emission and tightness of alumina-ceramic shells. S.A. Bushin, S.S. Galkin, A.I. Yadrovsky. The presented materials contain the results of experimental studies on the evaluation of gas permeability phenomena associated with the passage of a test (working) substance (gas) through the alumino-ceramic shells of miniature instruments, as well as the results of gas evolution of the materials from which these shell are made, and their tests for tightness.*

Особое значение в области высокочувствительного контроля на герметичность, в том числе и при обнаружении малых утечек, занимают вопросы газопроницаемости. Явления связанные с проникновением газов через твердотельные перегородки (металл, керамика и др.) обусловлены способностью отдельных газов диффундировать через толщу материала с выходом последних с другой стороны перегородки, под влиянием внешних воздействий. С точки зрения герметичности, особенно, если это касается приборостроения, проникновение газов через оболочки может приводить к существенному изменению исходных параметров газовой среды в реципиенте, что может повлечь за собой нарушение рабочих и эксплуатационных характеристик и, что крайне нежелательно, может привести к возникновению несанкционированных отказов контролируемого объекта.

Целью данной работы являлось проведение исследований, направленных на оценку практической возможности выявления газопроницаемости разработанных алюмокерамических корпусов приборов, а также анализа газовыделений в вакууме с использованием параметризации на уровне феноменологического подхода. Другими словами, необходимо было провести натурную оценку целостности материалов и их соединений для конкретных оболочек при внешних воздействиях, а также получить данные о газовом составе последних от десорбции при их нагреве.

Методика исследований основывалась на экспериментах, в которых использовались две отличающиеся по конструкции алюмокерамические оболочки ( $\sim 1 \text{ см}^3$  и  $\sim 1.5 \text{ см}^3$ ) с толщиной стенок приблизительно 1.5 мм, имеющих разное количество соединений "металл-керамика, металл-металл" (6 и 10, соответственно) с толщиной слоя герметизации (далее - спая)  $\sim (1-2)$  мкм, заполненные неоном на уровне 8 и 6 ати (динамический вариант метода проницаемости).

Количественная оценка порций ожидаемого парциального компонента (Ne) в объеме накопления осуществлялась с использованием методики финишного контроля герметичности для миниатюрных газонаполненных приборов(разрядников) по истечению рабочего газа [1]. Отмеченное выше относится к проведению экспериментов как при комнатных, так и при высоких температурах.

Для проведения исследований использовалась универсальная масс-спектрометрическая вакуумная установка УФКГ [2-5], предназначенная для поиска утечек у газонаполненных

приборов. В свою очередь, установка предусматривает проведение всего исследовательского цикла, включая настройку, калибровку, измерения, проводимые в как автоматическом, так и ручном режимах с записью и хранением полученных результатов.

Особый интерес при исследованиях алюмокерамических оболочек вызывали три области составных оболочек 1) это слой корундовой керамики ВК94-1 и сплава из АМц, 2) диффузионный слой с границами раздела поверхностей между ВТ1-0 и АМц [6] и 3) соединение, образуемое из материалов – монокристалла  $Al_2O_3$  (лейкосапфира) и сплава АМц (см. рис. 1) [7].

Общеизвестно, что механизмы переноса газов в различных по структуре материалах существенно различаются. Для металла кинетика проникновения, например активного газа, начинается с его осаждения в виде адсорбированного слоя на поверхности металла, далее молекулы газа диссоциируют на атомы с последующим растворением в металле и их диффузией по междоузлиям решетки. Прошедшие сквозь металл атомы ассоциируются на поверхности в молекулы с последующей их десорбцией. Другими механизмами диффузии могут являются: обмен местами атомов с незанятыми местами кристаллической решетки (вакансиями), прямой обмен местами двух атомов и др.

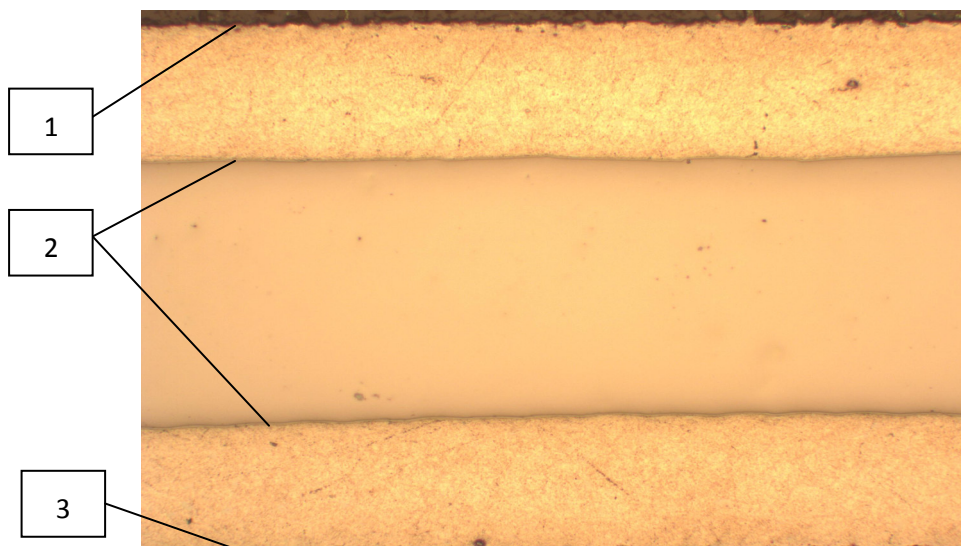


Рис. 1. Фотографический снимок шлифа оболочки прибора, с четырьмя соединениями, полученными с использованием диффузионной сварки (увелич. x200).

В твердых телах диффузия может протекать различными путями, особенно при наличии искажений части структуры решетки, что усложняет процесс газовой выделению. Для них свойственен целый набор разного типа дефектов. При отсутствии сведений о типах и размерах дефектов, их распределениях в объеме материала расчетная оценка диффузионной подвижности тех или иных газов весьма затруднительна [8].

Здесь следует отметить, что и экспериментальная оценка также может оказаться трудновыполнимой из-за недостатка информации о кинетике протекающих процессов и возможности их отдельной идентификации. Это очевидно, поскольку при повышении температуры материала, как правило, это приводит как к увеличению скорости десорбции, так и миграции растворенного газа в объеме материала, а также и выходу десорбированных и рекомбинированных молекул со стороны оболочки (перегородки) противоположной максимально насыщенной газом поверхности бомбардируемой молекулами с высокими энергиями.

На рис. 2 представлено изменение ионного тока (с учетом фона), характеризующего парциальное давление водорода в объеме измерительной системы установки УФКГ, вследствие воздействия температурного поля на материал алюмокерамической оболочки и материалы, из

которых данный объем изготовлен. При сравнительно низкой молекулярной концентрации водорода в составе атмосферного воздуха [ $1,38 \cdot 10^{21}$  ( $1/\text{м}^3$ ) что соответствует парциальному давлению  $5,1 \cdot 10^{-3}$  Па], для повышения давления в полости измерительной системы при комнатной температуре до  $2,2 \cdot 10^{-3}$  Па потребуется менее 6 мин (основные материалы элементов и узлов установки выполнены из нержавеющей стали 12Х18Н10Т). С повышением температуры скорость и количество выделяемого газа значительно увеличивается: так, при нагреве до температуры  $100$  °С, давление возрастает до  $9,8 \cdot 10^{-4}$  Па за 100 с, а при повышении температуры до  $250$  °С давление возрастает до значения  $\sim 8,0 \cdot 10^{-3}$  Па уже за 41 с. Однако, по характеру кривых на рис.2 нельзя сказать с уверенностью, что налицо диффузное проникновение водорода извне, несмотря то, что проницаемость атомарного водорода начинает проявляться, начиная именно с этих значений (во всяком случае, для температур от  $200$  °С и выше). Наиболее вероятным, здесь является процесс газовой выделения водорода растворенного в материалах из металла. Следует также отметить, что характер изменения во времени сигнала от водородной составляющей, как одной из наиболее доминирующих по результатам анализа, примерно одинаков по динамике и величине уровня регистрируемого сигнала также и для другого газового компонента, а именно – окиси углерода; содержание остальных газовых компонентов в общем соотношении составляет не более 1 % в объемных долях.

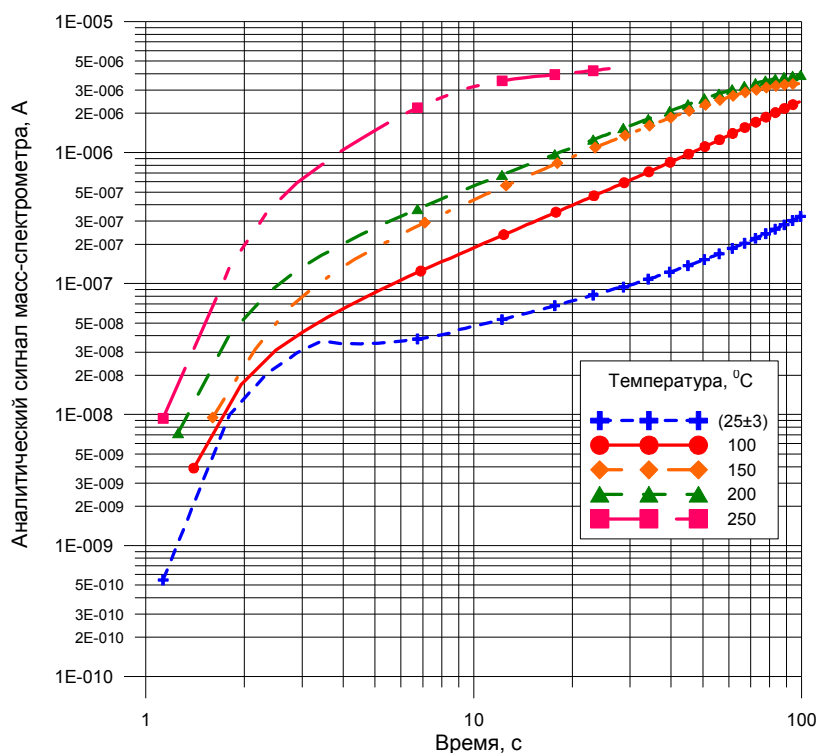


Рис. 2. Результаты термостимулированного газовой выделения водорода при совместном нагреве контролируемой оболочки и полости (объема) накопления измерительной системы установки УФКГ.

В ходе проводимых исследований наблюдения велись на разных температурных уровнях и имели различную продолжительность. В условиях комнатных температур оба алюмокерамических образца наблюдались более 7 месяцев, при этом обозначилась тенденция к уменьшению первоначального уровня сигнала. В свою очередь, это может означать, 1) что самопроизвольного появления течи(ей) в указанный период не зафиксировано и 2) проявление какой-либо диффузионной активности также не выявлено.

С тем, чтобы увеличить энергию активации проникновения газа-неона, температуры оболочек повышались до значений в пределах следующего дискретного ряда:  $100$ ,  $150$ ,  $200$ ,  $250$  °С. При повышении температуры до  $100$  °С образцы в данных условиях находились в

течение 18,7 ч, при этом количество полученных отсчетов полезного сигнала составило шесть значений; диффузионные явления не обнаружены. Следует отметить, что установленное время повышения температурного фронта для 100 °С составляло 30 мин; при этом оно увеличивалось ровно на 10 мин при каждом последующем переходе на новый температурный уровень. При 150 °С общая продолжительность составила 71,2 ч; получены семнадцать отсчетов, характеризующих парциальное давление по контрольному газу без видимых признаков проникновения контрольного газа через материалы оболочки. Подъем температуры до 200 °С в диапазоне времени, составляющем 11,7 ч с проведенными за мерами в количестве шести, также как и в двух предыдущих случаях не выявил заметного приращения парциального давления на стороне пониженного давления. После пребывания в течение 20 ч при температуре 250 °С у образца, имеющего шесть спаев с давлением внутри оболочки (8 ати), характер зависимости  $I=f(t)$  масс-спектрометра (см. рис.3) от времени по 20-му массовому числу (M/e) имел незначительный прирост по уровню выходного сигнала. К сожалению, на общей временной отметке в 21,2 ч при 250 °С в результате образования течи произошло самопроизвольное истечение рабочего (контрольного) газа из полости образца: датчики давления сразу зафиксировали соответствующее повышение давления в измерительном объеме. Уровень аналитического сигнала возрос до значения максимально возможного, после чего произошло автоматическое отключение катода.

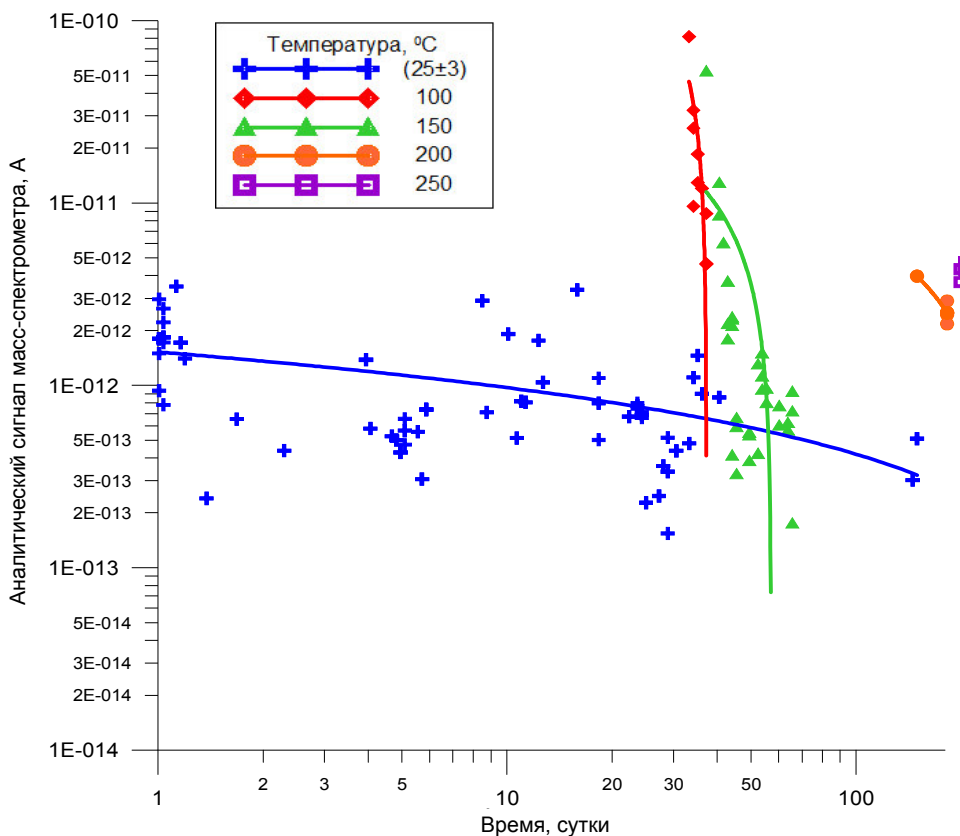


Рис. 3. Динамика изменения аналитического сигнала масс-спектрометра во времени, характеризующего присутствие контрольного газа в измерительном объеме при оценке проницаемости алюмокерамического образца с 6-ю спаями (не считая уплотнения на штенгеле), наполненного до 8 ати неонem при разных уровнях температуры поверхности оболочки.

Потребляемая мощность турбомолекулярного насоса (относительно уровня достигаемого при давлении  $<2 \cdot 10^{-5}$  Па), во время появления течи увеличилась в 7 раз. Как только стало возможным произвести включение катода после достижения безопасного уровня разрежения, сразу

же был запущен программный проект "Большие течи" [9]. Оценка величины утечки составила примерно  $2.7 \cdot 10^{-5}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Образец продолжал оставаться в камере накопления под вакуумом в течение 12 ч. По их истечению в условиях комнатной температуры была проведена опрессовка в течение 45 мин при парциальном давлении неона близкому к атмосферному. Измеренное текущее значение утечки при этом понизилось почти на семь десятичных порядков и составило  $\sim 2.8 \cdot 10^{-10}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Это, в свою очередь, могло быть интерпретировано как закрытие течи, и поэтому принято было решение провести повторный прогрев до 250 °С с параллельной опрессовкой при 1 атм неона также приблизительно в течении 45 мин. Анализ результатов повторно проведенных исследований показал наличие большой течи, т.е. проявление дефекта обозначилось только при повышенной температуре до вышеуказанного уровня; оценки величин потоков утечки составляли значения (0.34...1.3)  $10^{-3}$  Па·м<sup>3</sup>/с.

Для выявления места утечки использовался гелиевый масс-спектрометрический течеискатель [10]. После проведения опрессовки в среде гелия в горячем состоянии (250 °С) место течи было установлено. Течь проявилась на узком участке одного из стыков, образуемых керамической вставкой, и диска из сплава АМц с приваренным штенгелем. При чем с момента выгрузки оболочки из зоны основного нагрева при контроле на течеискателе она в течение 3-4 мин (этого времени оказалось достаточно, чтобы обнаружить место утечки) находилась под локальным нагревом ( $\sim 150$  °С), с тем чтобы канал течи не закрылся раньше того, как он будет обнаружен.

Результаты исследования второй алюмокерамической оболочки имеют аналогичные показатели, при этом наличие течи зафиксировано не было; исследования продолжаются.

Таким образом, проведены работы по сбору экспериментального материала по оценке процессов, связанных с диффузией и растворимостью газов в реальных миниатюрных алюмокерамических оболочках. Основные данные получены с помощью методики основанной на контроле газовой фазы. В отсутствие идентификации сложного процесса миграции газа в объеме материала при внешних воздействиях с использованием контроля твердой фазы на основе радиоактивных изотопов, исследование кинетики адсорбционного и диффузионного газовыделения от времени, при заданной температуре и давлении по обе стороны оболочек можно считать достаточно состоятельным. Определены основные газовые составляющие выделяемые при повышении температуры поверхности оболочек, а также наметился круг параметров, которые требуют дальнейших исследований и проработки после набора статистики.

#### Литература

1. С.А., Методика и установка для финишного контроля герметичности газонаполненных разрядников //Материалы восемнадцатой научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника". Судак, 2011.
2. Бушин С.А., Галкин С.С. Результаты опытной эксплуатации вакуумной автоматизированной установки контроля герметичности разрядников //Вакуумная техника и технология, т. 23 (вып.1), Санкт-Петербург, 2014. – с.39-41.
3. Бушин С.А., Неразрушающий контроль герметичности малогабаритных газонаполненных приборов //Сборник трудов XXI Всероссийской конференции по неразрушающему контролю и технической диагностике. Москва, 2017. – с.275-88.
4. Bushin S.A., Kozlovskaya T.I. Automated equipment for final leak tightness inspection of miniature gas-filled instruments //Proc. 15th Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing (APCNDT2017), 13-17 november 2017, Singapore, published at NDT.net ([http://www.ndt.net/events/APCNDT2017/app/content/Paper/31\\_Bushin\\_Rev4.pdf](http://www.ndt.net/events/APCNDT2017/app/content/Paper/31_Bushin_Rev4.pdf)).
5. Патент №101072 на промышленный образец РФ, МКИ G 01 M 3/02, 3/26. Автоматизированная установка финишного контроля герметичности /Смирнов Г.А., Хапов А.С., Козловская Т.И., Бушин С.А., Баканов А.П., Черных Е.В., Галкин С.С. ФГУП ВНИИА, Заявл. 24.08.15. Опубл. 28.11.16.

6. Пономарев Д.В. Исследование процессов термомеханического взаимодействия титановых и алюминиевых сплавов при диффузионной сварке / Диссер. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук, ДК04.200.02080, Курск, 2008.
7. Каракозов Э.С., Харламов Б.А., Равич А.М. и др. Механизм образования соединения между сплавом АМц и корундовой керамикой при диффузионной сварке//Сварочное производство, №12, 1987. - с. 33-36.
8. Тажибаева И.Л., Чихрай Е.В. Численное моделирование диффузии газов в твердых телах при облучении. Методическое пособие для студентов. Алматы, 1999. - с.78.
9. Бушин С.А., Каменев В.Г., Халькина Е.С., Галкин С.С. Прикладное программное обеспечение для установки финишного контроля герметичности разрядников //Вакуумная техника и технология, т. 25 (вып.2), Санкт-Петербург, 2015. - с.77-82.
10. Каталог фирмы “Adixen Vacuum Products by Pfeiffer Vacuum”, Франция.

## **Динамические характеристики вакуумной системы для диагностики отказов механизмов**

*Е.А. Деулин, В.П. Михайлов, Р.О. Емельяненко  
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-я Бауманская, д. 5  
E-mail: deulin@bmstu.ru, mikhailov@bmstu.ru*

*В работе приведена оценка динамических характеристик средств откачки и измерения давления вакуумной системы для диагностики отказов механизмов (времени выхода на заданное давление при воздействии быстропеременных потоков). Определены регистрируемые частоты действия прямоугольных импульсов газового потока из пар трения при диагностике состояния механизма и прогнозировании времени отказа.*

***Dynamic characteristics of the vacuum system for the mechanisms failure diagnosis.**  
**E.A.Deulin, V.P.Mikhailov, R.O. Emelianenko.** The dynamic characteristics of pumping and pressure measurement of the vacuum system for the mechanisms failure diagnosis (time of output to a given pressure under the influence of fast-changing flows) are evaluated. The frequency of the rectangular pulses of the gas flow of friction pairs is determined by the diagnosis of the mechanism and predicting the time of failure.*

Метод диагностики отказов механических элементов вакуумного оборудования [1], основан на частотном анализе потока газовой выделения из пар трения механизма и трудности расшифровки получаемых сигналов. Это объясняется несколькими факторами: потоки газовой выделения из механизмов малы и заметны лишь в сверхвысоком вакууме; происходит уменьшение амплитуды и изменение формы измеряемого потока газовой выделения из-за процесса откачки; характеристики средств измерения и оцифровки сигнала давления влияют на точность измерения; колебание базового давления в вакуумной камере влияет на результаты измерения.

Схема вакуумной системы для диагностики отказов механизмов представлена на рис. 1. Система содержит диагностируемый механизм 1, вакуумную камеру 2, вакуумный насос 3, пьезонатекатель 4, вакуумметр термодатный 5, вакуумметр ионизационный 6 и термодатный 7, вакуумметр ионизационный 8.