

Термостойкие неразъемные соединения деталей из углеродных материалов с керамикой

Н.И. Бабкова¹, Л.Т. Баймагамбетова¹, Н.Ю. Бейлина², Д.И. Кириченко¹, Д.А. Нестеров¹,
А.В. Петров², А.Д. Рафалович¹, Д.А. Строгонов², А.А. Швецов², В.И. Шестеркин¹

¹АО «НПП «Алмаз»

²АО «НИИГрафит»

Аннотация: в работе приведены результаты исследований, направленные на получение неразъемных термостойких соединений деталей из мелкозернистого графита марки МПГ-7 с алюмооксидной керамикой ВК94-2. Соединение осуществляется методом склеивания при температуре 210°C. Клей представляет собой суспензию мелкодисперсного углеродного наполнителя в силикатной композиции, содержащий водную дисперсию поливинилацетата и додецилсульфата натрия в определенных соотношениях.

Ключевые слова: графит, алюмооксидная керамика, коллектор электронов, ЛБВ, термоциклирование

1. Введение

Искусственные материалы на основе углерода, такие как различные марки высокоплотных графитов (МПГ-6, МПГ-7, МИГ-2), анизотропный пиролитический графит (АПГ) находят все более широкое применение в различных областях науки и техники, в том числе и в электровакуумных приборах. В вакуумных сверхвысокочастотных приборах углеродные материалы используют в теплонагруженных узлах. В ЛБВ и клистродах такими узлами являются токоприемные детали коллекторов электронов и сеточные электроды в катодно-сеточных узлах импульсных приборов. Преимуществом углеродных материалов в сравнении с используемыми тугоплавкими металлами (молибден и гафний) является высокое значение рабочей температуры (порядка 3000°C), низкое значение коэффициента вторичной электронной эмиссии (~0.6), высокое значение работы выхода электронов (4.6÷4.7 эВ) и химическая инертность [1]. Химическая инертность углеродных материалов весьма полезна для сеточных структур, находящихся в окружении активного вещества (барий, оксид бария), непрерывно испаряющегося с поверхности разогретого до температуры более 1100°C металлопористого катода [2]. Она препятствует образованию с указанными веществами устойчивых химических связей, что способствует сохранению поверхности сеточных электродов «чистыми» с работой выхода электронов, характерной для углеродных материалов. В тоже время химическая инертность существенно затрудняет создание неразъемных соединений деталей из углеродных материалов с керамикой и молибденом.

В данной работе приведены результаты исследований, направленных на получение температуростойких неразъемных соединений деталей из графита марки МПГ-7 с деталями из керамики ВК94-2 для крепления токоприемных деталей в коллекторе электронов мощных ЛБВ и клистронов с помощью клея на основе углерода.

2. Изготовление деталей из графита марки МПГ-7

Токоприемные детали (втулки ступеней) коллектора электронов для ЛБВ изготавливали из графита МПГ-7 с размером зерна наполнителя $30\div 150$ мкм, плотностью не менее 1.8 г/см^3 методом токарной обработки.

Для графита марки МПГ-7, как и для любых искусственных графитов, характерна открытая пористость, которая в численном выражении составляет $\sim 16\%$. Для электровакуумных приборов открытая пористость деталей увеличивает время откачки приборов. Для минимизации негативного влияния открытых пор на вакуум внутри приборов в данной работе проведено пироуплотнение поверхности графитовых деталей углеродом [3]. Детали помещали в рабочую камеру, из которой откачивали воздух до давления $\sim 10^{-2}$ Торр, затем в камеру подавали химически чистый метан под давлением $0.15 \text{ кг}\cdot\text{с/см}^2$. Температуру в камере поднимали до 1050°C со скоростью 25°C/мин и выдерживали в течение 2,5 часов. Затем подачу метана прекращали, отключали печь и после естественного охлаждения до комнатной температуры образцы извлекали из камеры (рисунок 1).

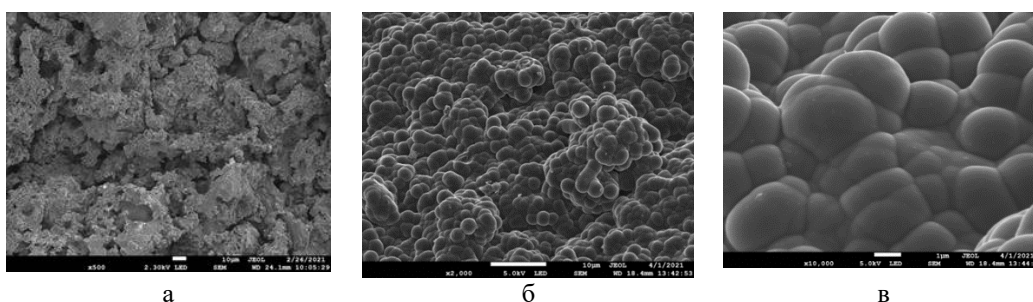


Рисунок 1. Фотографии участка поверхности графитовой детали: а – до пироуплотнения; б – после пироуплотнения при 2000-кратном увеличении; в – после пироуплотнения при 10000-кратном увеличении

3. Неразъемное соединение деталей из МПГ-7 с алюмооксидной керамикой ВК94-2 с помощью углеродосодержащего клея

Клей представлял собой суспензию мелкодисперсного углеродного наполнителя в силикатной композиции, содержащую водную дисперсию поливинилацетата и смачиватель.

Исходные материалы клея:

- силикат натрия растворимый;
- углеродный наполнитель (искусственный графит) с размером частиц менее 26 мкм;
- водная дисперсия поливинилацетата;
- додецилсульфат натрия;
- вода дистиллированная.

Для приготовления клея используется стеклянная посуда с плотно закрывающейся крышкой. Процесс приготовления клея состоит из следующих шагов:

1. Смешивание силиката натрия с дистиллированной водой в соотношении 2:3 соответственно, тщательное перемешивание до полного растворения в течение $20\div 25$ минут.
2. Приготовление 10%-го раствора (в массовом соотношении) додецилсульфата натрия в дистиллированной воде.
3. Добавление к раствору силиката натрия 0.5% (по массе) раствора додецилсульфата натрия.
4. Смешивание полученного раствора с искусственным с углеродным наполнителем фракции не менее 26 мкм в массовом соотношении 14:1 соответственно.

5. Добавление к полученной основе клея водной дисперсии поливинилацетата в количестве $\sim 0.2\%$ от массы раствора.
6. Тщательное перемешивание полученного клея стеклянной палочкой в течение 5 минут.

Приготовленный клей хранится в плотно закрытой стеклянной таре. Срок хранения клея составляет не более 3 месяцев.

Перед склеиванием втулки из графита и кольцевые изоляторы из алюмооксидной керамики ВК94-2 обезжиривались в ацетоне и просушивались. Клей равномерно тонким слоем наносился на склеиваемые поверхности с помощью кисточки. Затем деталь из графита вставлялась в керамическое кольцо. Узел фиксировался в оправке и выдерживался при комнатной температуре и относительной влажности в течение 20÷25 минут. Затем узел подвергался термообработке в сушильном шкафу. Температура поднималась до 210°C в течение 7 часов, выдерживалась в течение 30 минут. После отключения установки узел остывал до комнатной температуры и извлекался из шкафа (рисунок 2).



Рисунок 2. Склеенные узлы: пятая (слева) и вторая (справа) секции коллектора

4. Результаты испытаний клееного соединения деталей

Склеенные графито-керамические узлы были подвергнуты испытаниям на термоудары в количестве 30 раз в среде азота при температуре 700°C со скоростью изменения температуры 80°C/мин на установке термоциклирования. После термоударов внешний вид узлов не изменился, трещины и сколы на поверхности и кромках деталей отсутствовали, что свидетельствует о прочности неразъемного соединения деталей.

5. Заключение

В ходе выполнения данной работы было создано неразъемное клееное соединение втулок ступеней коллектора из графита и кольцевых изоляторов из алюмооксидной керамики. Использованный для создания соединения клей представлял собой суспензию мелкодисперсного углеродного наполнителя в силикатной композиции, содержащий водную дисперсию поливинилацетата и додецилсульфата натрия. Склеивание узла происходило при выдерживании температуры 210°C в течение 7 часов.

Проведенные испытания на термоциклы при температуре 700°C в среде азота показали, что склеенные графито-керамические узлы обладают хорошей термостойкостью и могут быть использованы в коллекторах СВЧ приборах.

Использованный в работе клей позволяет соединять углеродные и керамические материалы без металлизации последних, что упрощает технологию их соединения и обеспечивает надежное соединение без риска деформаций и разрушений ввиду разницы линейных расширений этих материалов.

Список литературы

1. Фиалков А.С. Углерод, межслоевые соединения и композиты на его основе – М.: Аспект-пресс, 1997. – 718 с.
2. Лампы с бегущей волной. Гилмор, А.С. (мл.) / А.С. Гилмор.-мл.; перевод с англ. А.Г. Кудряшова; под ред. Н.А. Бушуева. – М: Техносфера, 2013. – 615 с.
3. Толковый терминологический словарь. Углеродные материалы / Сост. О.Е. Константинова. – М.: ФГУП «НИИГрафит», 2010. – 290 с. Отв. ред. Котосонов А.С., Островский В.С., Шашло В.В.