

На правах рукописи



Савченко Евгений Геннадьевич

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

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

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Ульяновск – 2021

Работа выполнена в ФГБОУ ВО «Ульяновский государственный университет».

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

Официальные оппоненты: Михайлов Пётр Григорьевич,
доктор технических наук, профессор
ФГБОУ ВО «Пензенский государственный
технологический университет»,
ведущий научный сотрудник

Антонец Иван Васильевич,
доктор технических наук, доцент
ФГБОУ ВО «Ульяновский институт
гражданской авиации имени Главного маршала
авиации Б.П. Бугаева», кафедра авиационной
техники, профессор кафедры

Ведущая организация: Ульяновский филиал Федерального
государственного бюджетного учреждения
науки Института радиотехники и электроники
им. В.А. Котельникова Российской академии
наук, г. Ульяновск

Защита состоится «29» декабря 2021 г. в 12 часов 00 минут на заседании
диссертационного совета Д 212.277.04 при ФГБОУ ВО «Ульяновский
государственный технический университет» по адресу: 432027, г. Ульяновск, ул.
Северный Венец, 32 (ауд. 211, Главный корпус).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Ульяновского
государственного технического университета. Также диссертация и автореферат
размещены в Internet на сайте УлГТУ – <http://www.ulstu.ru/>

Автореферат разослан «__» _____ 2021 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор технических наук, доцент



Наместников А.М.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ.

Актуальность темы диссертационного исследования. Постоянно развивающиеся системы контроля и управления предъявляют всё более жёсткие требования к метрологическим и эксплуатационным характеристикам входящих в их состав первичных и вторичных преобразователей информации и, в частности, датчиков давления – важнейшего контролируемого параметра во многих системах управления. По различным оценкам на датчики давления приходится от 40 до 60% от общего числа датчиков физических величин.

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

Сама структура КНС достаточно детально исследована, также существует много работ по температурной компенсации приборов на КНС, цифровой коррекции погрешностей, расчётам и коррекции конструктива ТП и т.д. Все это привело к существенным улучшениям метрологических характеристик и точности приборов.

Вместе с тем изучение научно-технической литературы, патентной документации, защищенных диссертаций, а также материалов конференций показало, что, несмотря на многолетнюю практику разработок и крупносерийное производство ТП на основе структур КНС, в литературе отсутствуют данные о детальных исследованиях соединительного слоя сапфира с металлической мембраной, а также свойств самой мембраны, которые, очевидно, оказывают серьёзное влияние на метрологические и эксплуатационные характеристики преобразователей и датчиков давления на основе КНС. Хотя некоторые авторы высказывали мнения, что ТП давления на основе КНС достигли пределов своих возможностей, развитие этого направления показало, что предельные возможности ТП на основе КНС не достигнуты, в том числе по точности и по возможности применения в области жёстких условий эксплуатации. ТП на основе КНС – это сложная трёхкомпонентная структура (упругий элемент-припой-чувствительный элемент), и дальнейшее развитие ТП тормозилось отсутствием исследований металлических составляющих этой структуры и их влияния на метрологические и эксплуатационные характеристики ТП.

Степень разработанности темы исследования. Улучшению метрологических характеристик преобразователей и датчиков на основе КНС посвящены многочисленные труды отечественных и зарубежных учёных. Этим вопросам уделялось большое внимание в трудах В.М. Стучебникова, А.В. Пирогова, Г.И. Лурье, В.И. Суханова, Г.А. Емельянова, А.И. Козлова и других. Большой вклад в проектирование и оптимизацию ТП мембранного типа также внесли иностранные ученые: Terston R., Wise K.D., Allan R., Asch G., Bretsch J., Brindley K, Henning W., Lee K.W., Mitsuoka Y., Yamada K. и другие.

Все эти работы и исследования привели к существенным улучшениям метрологических характеристик и точности приборов. Вместе с тем несмотря на то, что тензоэффект в полупроводниках был открыт более 50 лет назад, а полупроводниковые ТП активно используются в различных сферах деятельности, на сегодняшний день никто детально не занимался изучением металлических составляющих преобразователей и их оптимизацией. В трудах указанных ученых нет исследований, посвящённых соединению лейкосапфира с упругой металлической мембраной и оценке его влияния на эксплуатационные и метрологические характеристики ТП. Все расчёты производились исходя из математических моделей, для которых механические характеристики материалов упругих элементов и соединительного слоя брались из справочников по материаловедению. Также не учитывалось, что соединительный слой может быть неоднороден. Отсутствуют данные по зависимостям механических характеристик составляющих ТП металлических частей от температуры, что очень важно для исследования функционирования преобразователей при повышенных температурах и их оптимизации.

В рамках выбранной темы были сформулированы цель и задачи исследования.

Цель диссертационного исследования – совершенствование метрологических и эксплуатационных характеристик преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» путём выбора наилучших материалов упругих элементов и их соединения с сапфиром.

Достижение поставленной цели обеспечивалось решением следующих **задач**:

1. Металлографическое и рентгеноспектральное исследование паяного соединения лейкосапфира с титановым сплавом. Оценка влияния соединительного слоя на метрологические характеристики тензопреобразователей давления.
2. Замена традиционного соединения припоем ПСр72 на пайку аморфным припоем на основе титана. Выбор режима пайки и исследование влияния полученного соединения на метрологические характеристики преобразователей давления.
3. Исследование свойств материала упругой мембраны в широком диапазоне температур, подбор наилучшего материала, изучение влияния материала мембраны и его структурного состояния на метрологические характеристики преобразователей давления.
4. Изготовление партии преобразователей давления с различными комбинациями припоев и материалов мембраны, и исследование характеристик ТП в широком интервале температур и давлений на представительных выборках

преобразователей давления с разными комбинациями припоев и материалов мембраны.

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

Область исследования. Диссертационная работа посвящена научным и техническим исследованиям и разработкам в области первичных и вторичных преобразователей информации, в частности преобразователям давления на основе структур «кремний на сапфире». Область исследования соответствует паспорту специальности 05.13.05 – «Элементы и устройства вычислительной техники и систем управления (технические науки)», а именно: п. 2 – теоретический анализ и экспериментальное исследование функционирования элементов и устройств вычислительной техники и систем управления в нормальных и специальных условиях с целью улучшения технико-экономических и эксплуатационных характеристик.

Научная новизна диссертационной работы.

1. Впервые детально исследован слой, соединяющий мембрану из титанового сплава с сапфировой подложкой чувствительного элемента мембранного датчика давления, и установлено что при стандартной пайке припоем ПСр72 в соединительном слое четко выделяются три области различной толщины с резко различающимся составом и механическими свойствами:
 - мягкий слой с преимущественным содержанием серебра вблизи сапфировой подложки;
 - промежуточный слой припоя ПСр72 с обычным составом;
 - слой интерметаллидов титана вблизи титановой мембраны.
2. Установлено, что поскольку максимальное количество серебра содержится в мягком слое непосредственно под сапфиром, и предел пластичности этого мягкого слоя ниже термомеханических напряжений, возникающих в контактном соединении подложки с мембраной при работе датчика давления в эксплуатационных режимах, то в слое припоя возникают пластические деформации, что приводит к снижению точностных параметров и стабильности тензопреобразователей.
3. Показано, что недостатки соединения подложки с мембраной на основе припоя ПСр72, обусловленные неоднородностью его состава по толщине, можно устранить, используя высокотемпературную вакуумную пайку аморфными припоями марки СТЕМЕТ на основе титана и циркония, при этом соединительный слой однороден по химическому составу и механическим свойствам, имеет микротвёрдость больше микротвёрдости титанового сплава, что препятствует возникновению в нём пластических деформаций и ползучести при механическом нагружении.

4. Теоретически обоснован и практически исследован техпроцесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей с помощью которого удалось расширить температурный диапазон работы высокоточных ТП давления до 350 °С.
5. Экспериментально доказано, что оптимальной микроструктурой титанового сплава для упругой мембраны тензопреобразователей давления на основе структур КНС, обеспечивающей минимальные остаточные напряжения и статические погрешности датчиков является мелкозернистая структура 1–3 балла глобулярного типа.

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

Практическая значимость диссертационной работы.

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

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

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

производство внедрен процесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей, что позволило изготавливать приборы, стабильно работающие при повышенных температурах (вплоть до 350 °С).

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

На защиту выносятся следующие положения:

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

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

Сведения о личном вкладе автора. Постановка задач исследования осуществлялась совместно с научным руководителем. Вклад автора заключается в выполнении теоретических и всех экспериментальных исследований, изложенных в

диссертационной работе, включая экспериментальные методики исследований, подготовку шлифов для металлографического анализа, макетных образцов ТП и оснастки для испытаний, выбор необходимого оборудования и проведение измерений, анализ и оформление результатов в виде публикаций и научных докладов.

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

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована важность и актуальность темы исследований, сформулирована цель работы и задачи научного исследования, определены направления их решения, отмечена научная новизна, приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассматриваются общие особенности структур КНС и ТП на их основе. Основные конструкции преобразователей давления показаны на рис. 1.

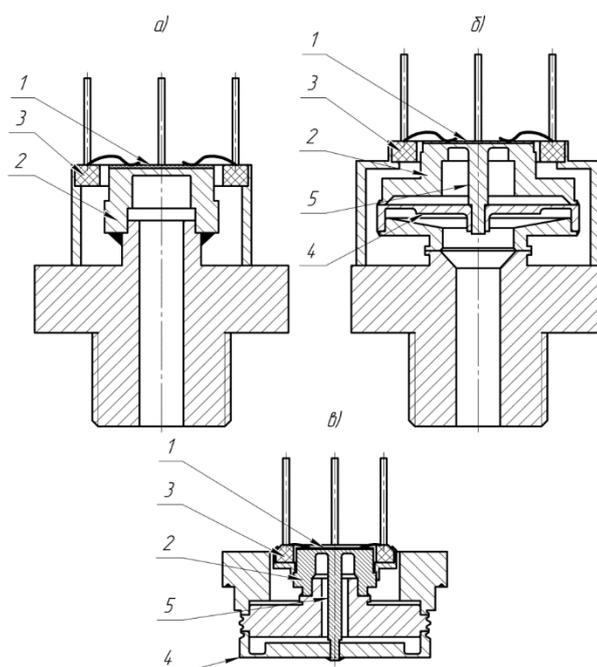


Рис. 1. Основные конструктивные схемы ТП избыточного давления: одномембранный (а) и двухмембранные (б, в) трёхслойные ТП: 1 – ПЧЭ на основе КНС; 2 – металлическая измерительная мембрана; 3 – коллектор; 4 – металлическая воспринимающая мембрана; 5 – шток.

Тензопреобразователи с ПЧЭ на основе структур КНС не только обладают достоинствами ТП с интегральными кремниевыми ПЧЭ (упругий элемент таких ТП может быть изготовлен из монокристалла диэлектрика, так что в нем отсутствуют гистерезис и усталостные явления; ПЧЭ изготавливаются методами твердотельной технологии, что обеспечивает высокую воспроизводимость характеристик при массовом производстве), но и имеют перед ними ряд преимуществ.

Во-первых, в ПЧЭ на основе КНС отсутствует $p-n$ -переход, изолирующий тензорезисторы от подложки в твердотельных ПЧЭ, что позволяет в десятки раз повысить пробивное напряжение датчиков и значительно увеличить рабочую температуру ТП. Во-вторых, однородное легирование слоя кремния позволяет эффективно управлять характеристиками ПЧЭ и приборов на их основе. В-третьих, наличие прочной изолирующей подложки значительно расширяет возможности совершенствования тензочувствительной схемы и характеристик ТП. В-четвертых, структуры КНС (и ПЧЭ на их основе) обладают высокой радиационной стойкостью. Наконец, технология изготовления ТП на основе КНС практически не требует чистых условий твердотельного производства. В целом применение структур КНС в датчиках давления оказалось настолько удачным, что многие крупные иностранные компании, такие как Kulite Semiconductor Products (США), Yokogawa (Япония), Omega (Великобритания), Sensonetics (США), Honeywell (США), ESI Technology (Великобритания), Althen (Нидерланды) также используют данную технологию. В России датчики и преобразователи давления на основе структур КНС, кроме Промышленной группы МИДА (г. Ульяновск), производят такие компании как НПК ВИП (г. Екатеринбург), Metronic (г. Москва), Микротензор (г. Орёл). При этом в прошлом, как правило, совершенствовались лишь технологии цифровой обработки и коррекции выходного сигнала, а не сама технология изготовления ТП.

В результате анализа литературы было выявлено, что отсутствуют работы, посвящённые исследованию соединительного слоя между упругой металлической мембраной и сапфировой подложкой ПЧЭ в ТП на основе КНС. А это соединение сильно влияет на метрологические характеристики тензопреобразователей, в особенности если речь идёт о высокоточных приборах. Точностью ТП принято считать квадратный корень из суммы квадратов нелинейности, вариации и повторяемости (рис. 2). Чем точнее ТП, тем ниже будет основная приведённая погрешность датчика, построенного на его основе.

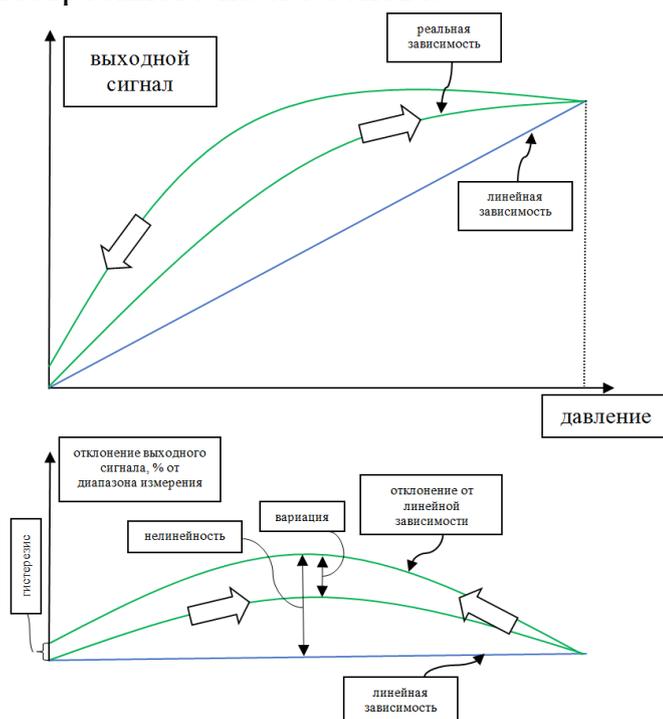


Рис. 2. Эпюры преобразования давления в электрический сигнал.

Вариация и гистерезис не поддаются схмотехнической и программной коррекции. Оказалось возможным влиять на эти параметры и, соответственно, точность прибора только путём соответствующего выбора металлических частей преобразователя давления.

Во второй главе представлены экспериментальные результаты исследования особенностей изготовления упругих элементов ТП. Были проведены механических испытания (рис. 3) различных сплавов (из которых можно изготавливать упругие элементы для ТП на основе КНС), на основании которых показано, что в тензопреобразователях давления оптимальными являются сплавы ВТ9 и ВТ6.

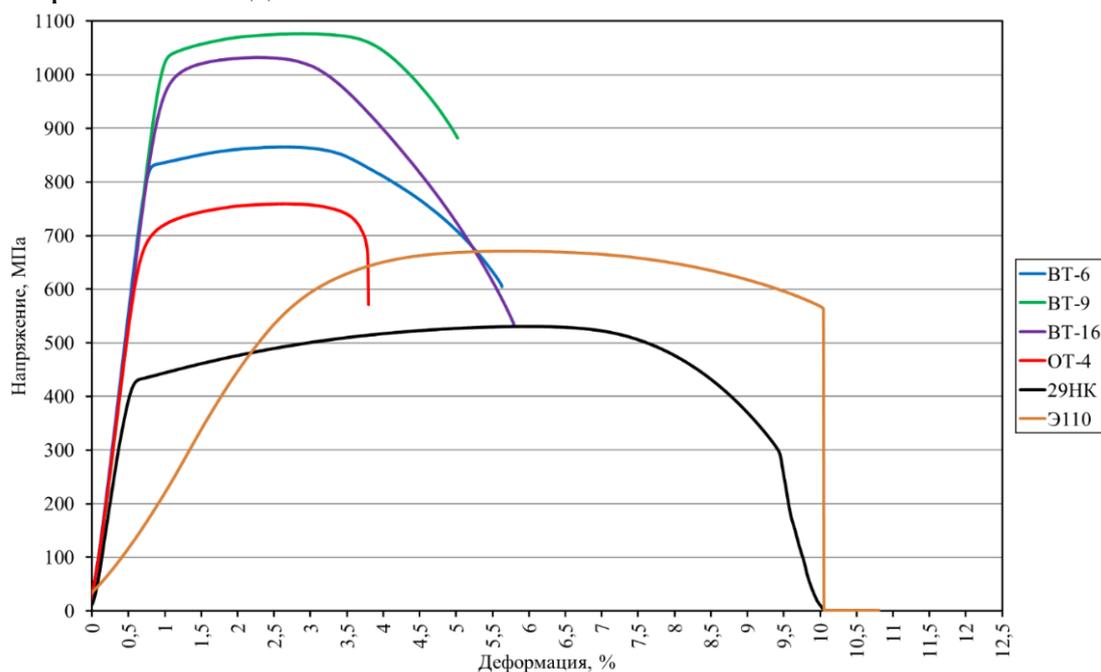


Рис. 3. Диаграммы напряжений сплавов при 20 °С.

Показано, что механические свойства сплава ВТ6, используемого сейчас во многих случаях при производстве преобразователей давления, можно повышать путём проведения различных термообработок. Теоретически обоснована необходимость термомеханической стабилизации ТП.

Впервые было детально исследовано паяное соединение титанового сплава с сапфиром (припой ПСр72). Это соединение используется практически во всех датчиках и ТП на основе КНС и играет в них ключевую роль, оказывая непосредственное влияние на точность и стабильность преобразования давления в электрических сигнал. Выявлено, что в соединительном слое:

- присутствует чёткое разделение слоёв по химическому составу (рис. 4);
- титан образует интерметаллиды TiCu с медью, входящей в состав припоя ПСр72;
- максимальное количество серебра располагается непосредственно под сапфиром, образуя самый мягкий слой (рис. 5), предел пластичности которого ниже напряжений, которые могут возникать при работе ТП. Это говорит о возможности пластических деформаций в слое припоя, что сказывается на точностных параметрах ТП и их стабильности.

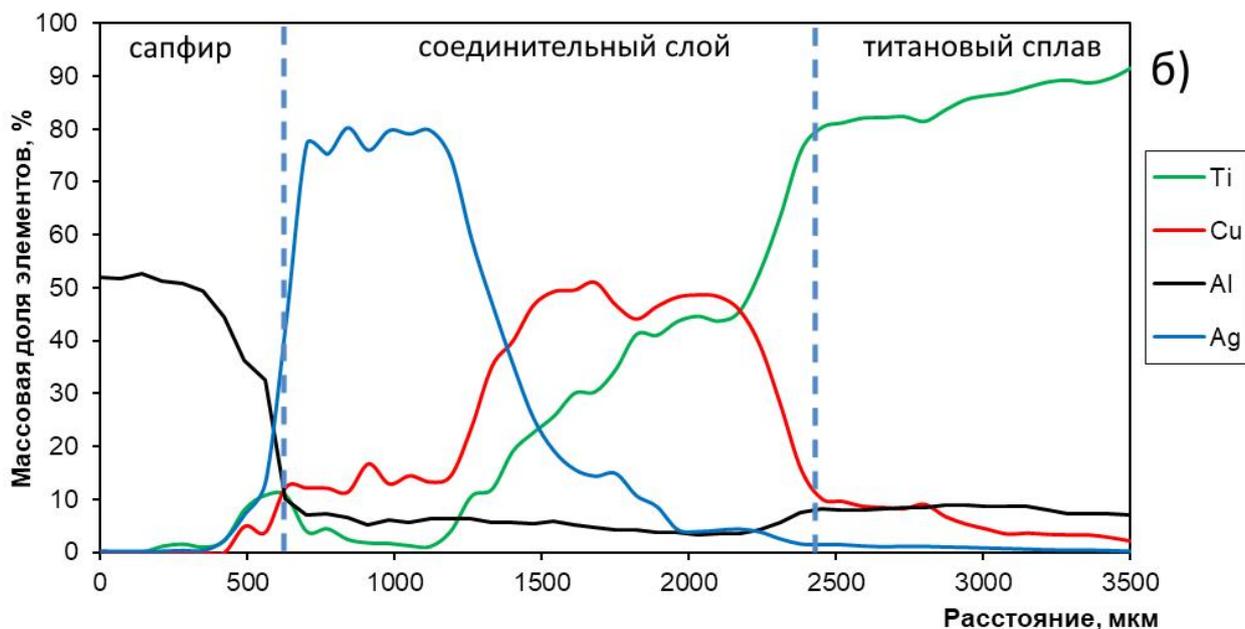
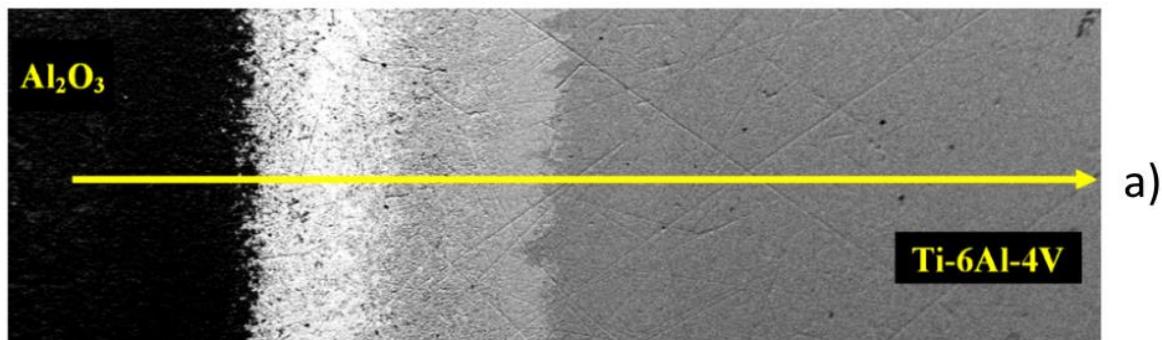


Рис. 4. а) Электронно-микроскопическое изображение места исследования с указанием пути сканирования. б) Распределение элементов в соединительном слое (вертикальными линиями отмечены границы слоя).

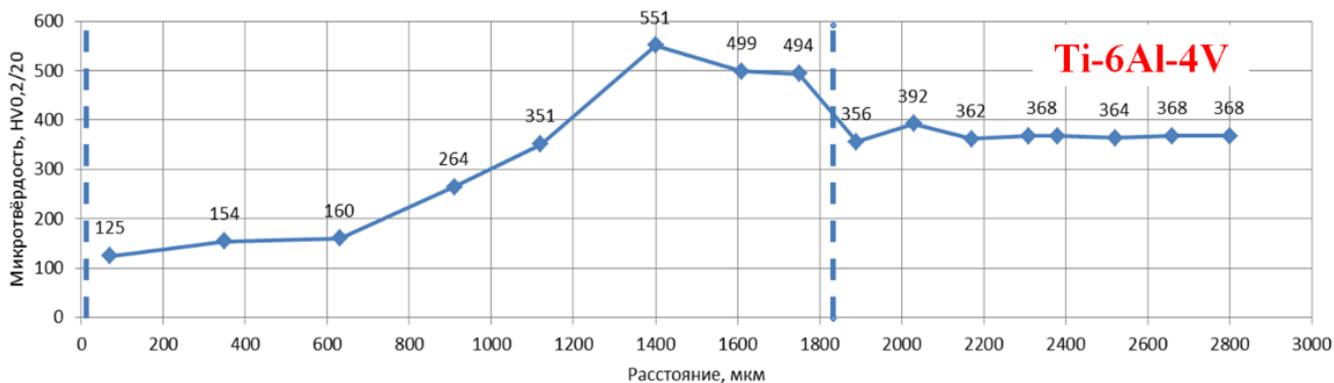


Рис. 5. Распределение микротвёрдости в соединительном слое (вертикальными линиями отмечены границы слоя).

Были получены соединения титановых сплавов с лейкосапфиром с помощью высокотемпературной вакуумной пайки аморфными припоями марки СТЕМЕТ на основе титана (рис. б) и циркония. Показана перспективность использования данных соединений в ТП на основе КНС, что обусловлено высокими механическими свойствами и однородностью соединительного слоя.

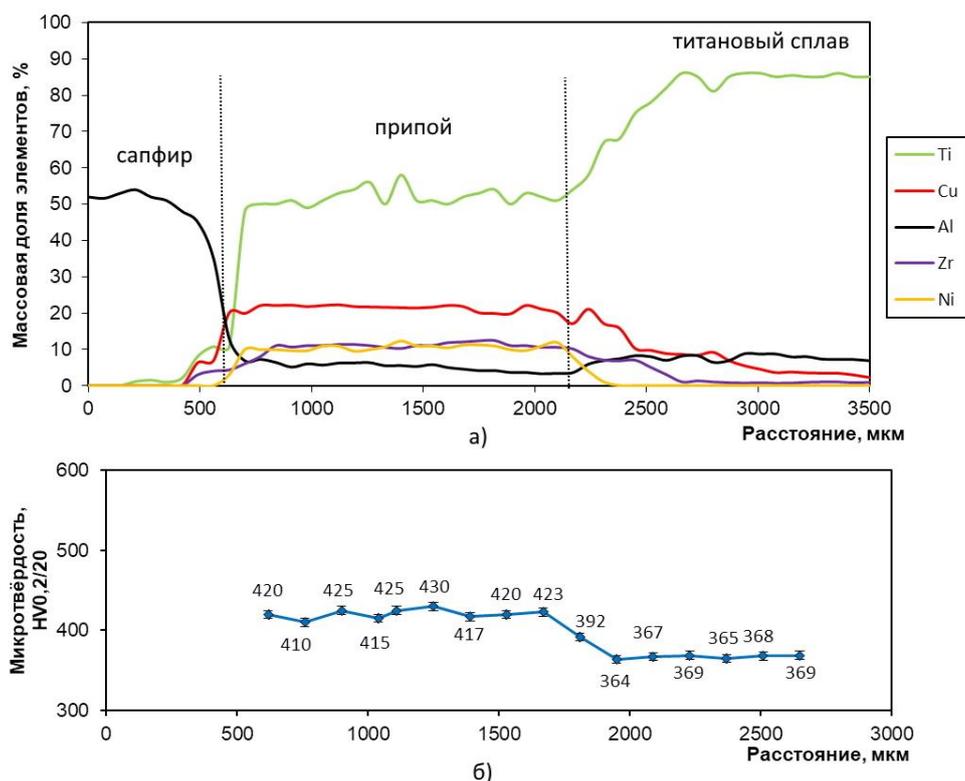


Рис. 6. Распределение элементов (а) и микротвёрдости (б) в соединительном слое при пайке сплавом STEMET 1202.

В третьей главе рассмотрено влияние характеристик материалов упругого элемента и соединительного слоя на метрологические и эксплуатационные характеристики ТП на основе КНС. Для этого были изготовлены одномембранные ТП (рис. 1а), в которых воспринимающие давление мембраны изготовлены из разных титановых сплавов: ВТ6, ВТ9, ВТ14, ВТ16, ВТ22, ОТ4. Поскольку использование в качестве припоя аморфного сплава STEMET позволило расширить перечень материалов мембраны ТП, были изготовлены также ТП с мембранами из сплава на основе железа 29НК и циркониевого сплава Э110 из соображений близости коэффициентов теплового расширения (КТР) этих сплавов и сапфира. На мембраны были напаяны ПЧЭ толщиной 100 мкм. Пайка происходила в вакууме серебряномедным припоем ПСр72, а также аморфными припоями различных составов марки STEMET: 1202 на основе титана и 1410 на основе циркония. Исследования ТП проводились как в общепромышленном диапазоне температур (-40...+80) °С, так и в диапазоне высоких температур (до 400 °С). Для установления термостабильного режима перед каждым циклом измерений ТП выдерживались на заданной температуре в течение двух часов. Для измерения температуры использовалась термопара хромель-копель. Давление задавалось эталоном 1-го разряда – грузопоршневым образцовым манометром МП60М (класс 0,02%). Источником питания служил аккумулятор 12 В, напряжение которого дополнительно стабилизировалось и понижалось до 5 вольт стабилизатором LM317. Выходной сигнал ТП измерялся универсальным вольтметром Agilent 34970А с точностью не хуже 0,0035 % от измеряемой величины. Чтобы получить достоверный результат для каждого давления, количество измерений составляло не менее пяти, после чего полученные данные усреднялись. Результаты

измерений от вольтметра передавались через интерфейс RS-232 к компьютеру для последующей обработки (рис. 7).

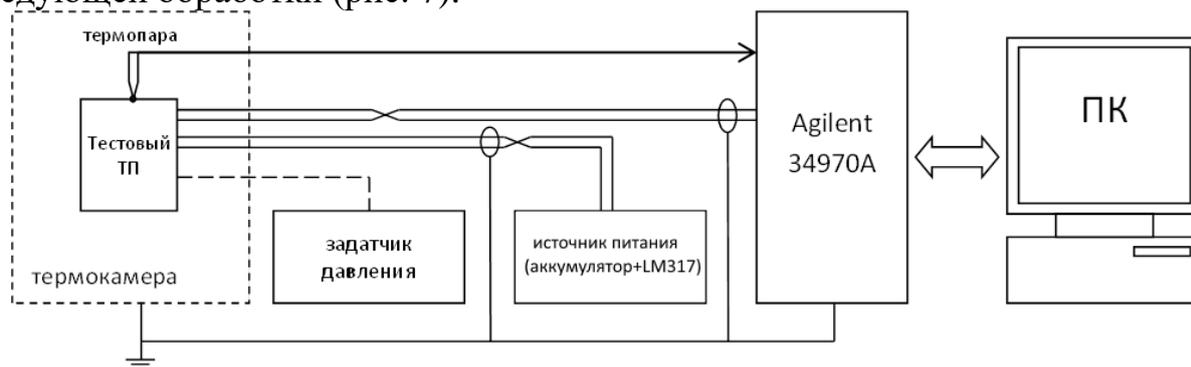


Рис. 7. Структурная схема измерений.

В процессе измерений выяснилось, что в отличие от нелинейности, вариация ТП с различными материалами мембран и припоя сильно различается. Как видно из рис. 8, вариация у приборов с припоем ПСр72 при отрицательной температуре существенно больше, чем у ТП с припоем СТЕМЕТ.

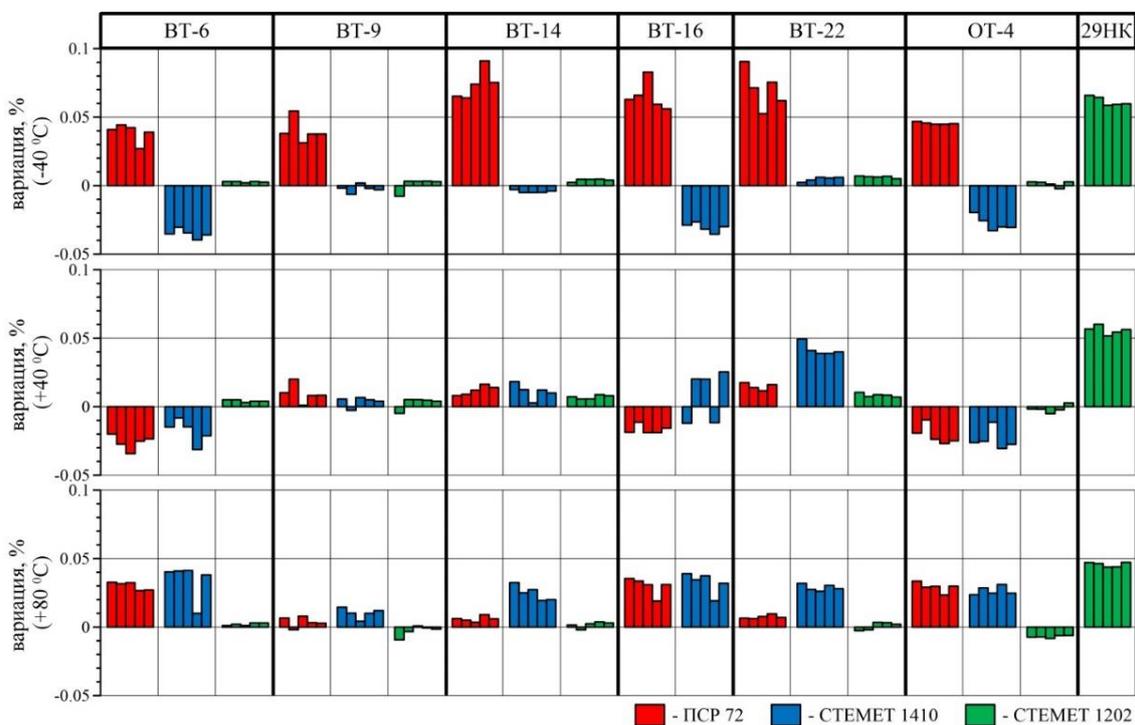


Рис. 8. Вариация ТП с мембранами из различных сплавов при температурах (-40, 40, 80) °С. Число столбиков соответствует числу исследованных приборов.

Это связано с наличием в ТП слоя серебра у границы с сапфиром (рис. 4б), который обладает низкой механической прочностью (рис. 5); кроме того, КТР у чистого серебра в 3 раза больше, чем у сапфира, и в 2,5 раза больше, чем у титановых сплавов. Поэтому при отрицательных температурах в слое припоя возникают сильные растягивающие напряжения со стороны мембраны и сапфира, к которым добавляются напряжения, вызванные воздействием давления, вследствие чего в мягком слое припоя возникают пластические деформации. Это приводит к смещениям выходных сигналов ТП, которые отражаются в виде вариации при

отрицательной температуре, гистерезисе и гистерезисе первого нагружения (ГПН) (рис. 9).

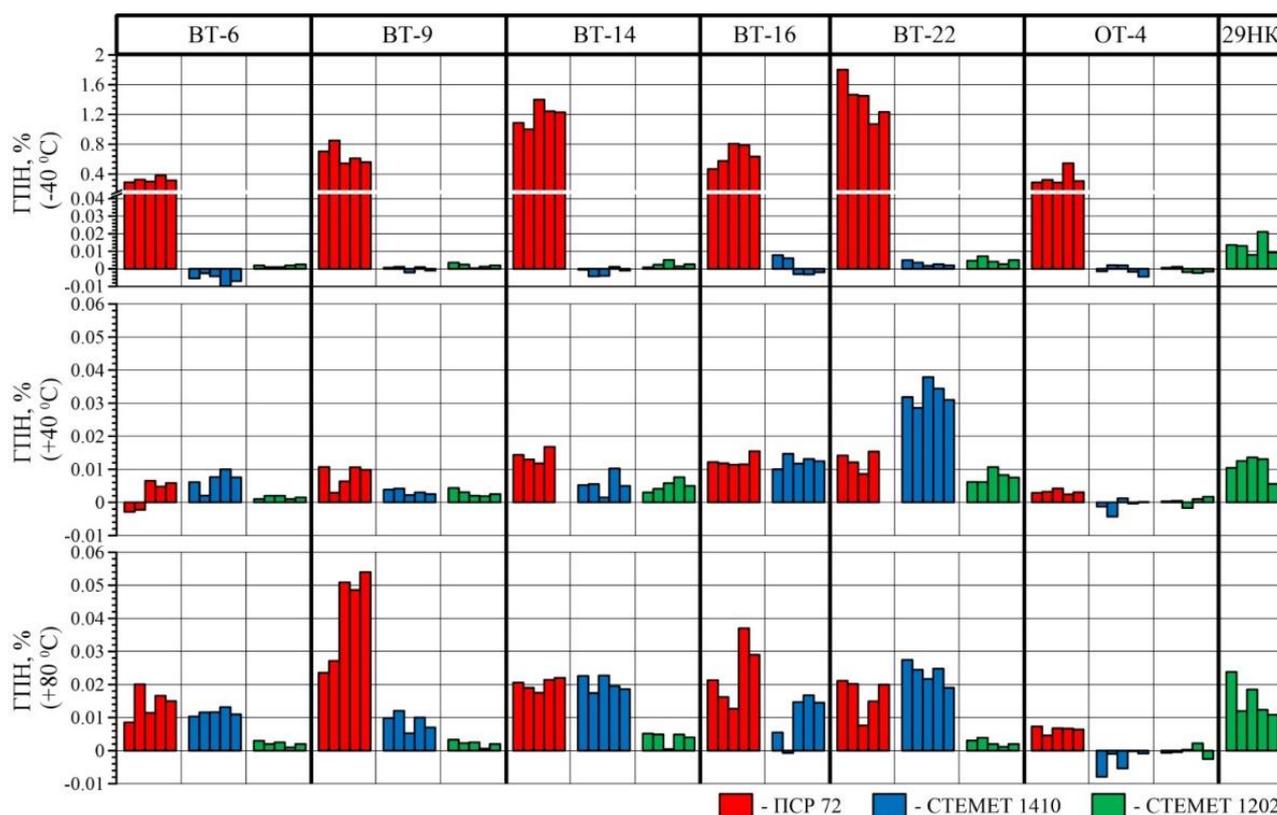


Рис. 9. Гистерезис первого нагружения ТП с мембранами из различных сплавов при температурах (-40, 40, 80) °С.

Одной из причин возникновения ГПН является явление ползучести. Возникновение ползучести при напряжениях, меньших предела упругости, связано с неоднородностью структуры материала и появлением в его микрообъемах остаточных напряжений при изготовлении. Поэтому при подаче давления в отдельных местах конструкции ТП напряжения могут превзойти предел упругости материала (хотя среднее значение напряжений остается меньшим предела ползучести/упругости), в результате чего в этих местах могут возникнуть пластические деформации. Это, по-видимому, и является причиной возникновения ГПН.

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

Наблюдаемое явление ГПН качественно хорошо согласуется с теорией упругости твердых тел. Все технические расчеты на упругую деформацию материалов основываются на законе Гука, но при определении точных значений деформаций при приложении нагрузок обнаруживаются отклонения от этого закона, которые объясняются несовершенствами упругости материалов (рис. 10).

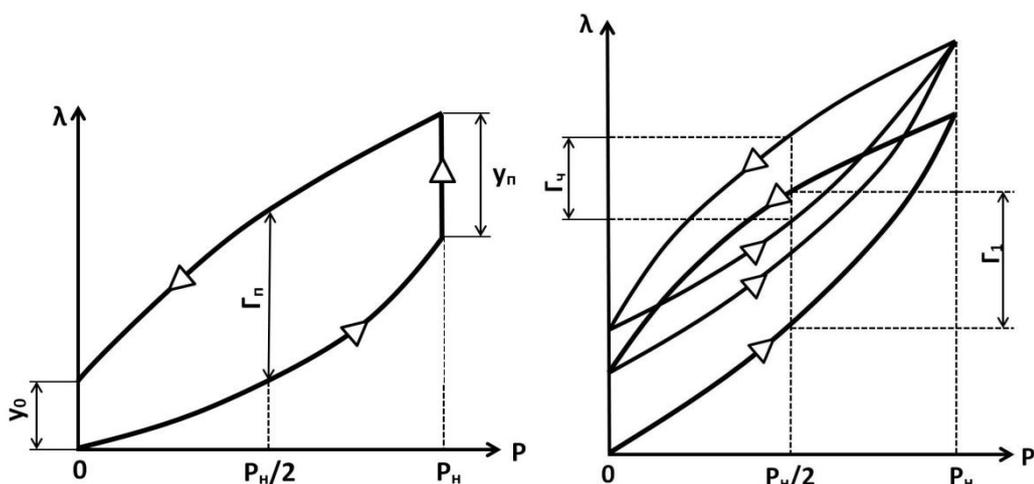


Рис. 10. несовершенства упругости: y_n – прямое упругое последствие; y_0 – обратное упругое последствие; Γ_n – гистерезис практический; P_n – номинальная нагрузка; λ – удлинение, Γ_1 – гистерезис первого цикла при нагружении и разгрузении; Γ_i – гистерезис i -го цикла – чистый гистерезис.

Согласно литературе, гистерезис первого цикла нагружения и разгрузки упругого тела всегда больше гистерезиса последующих циклов (рис. 10). После нескольких последовательных циклов нагружения и разгрузки устанавливается некоторое постоянное значение гистерезиса, именуемое «чистым гистерезисом», величина которого зависит от физико-механических свойств испытуемого тела и уровня создаваемых в нем напряжений. Гистерезис первых циклов нагружения тела большей частью связан с так называемым последствием. Это хорошо согласуется с наблюдаемыми явлениями в ТП давления.

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

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

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

Можно сделать вывод, что чем выше сопротивление ползучести материала, тем меньше будет вариация и механический невозврат (гистерезис) ТП.

Также в процессе исследований обнаружено влияние материала упругой мембраны и припоя на такой параметр как температурный гистерезис (ТГ) (зависимость выходного сигнала от того, достигаем ли мы этой температуры нагревом или охлаждением, т.е. при циклическом изменении температуры значение начального выходного сигнала неоднозначно) (рис. 11).

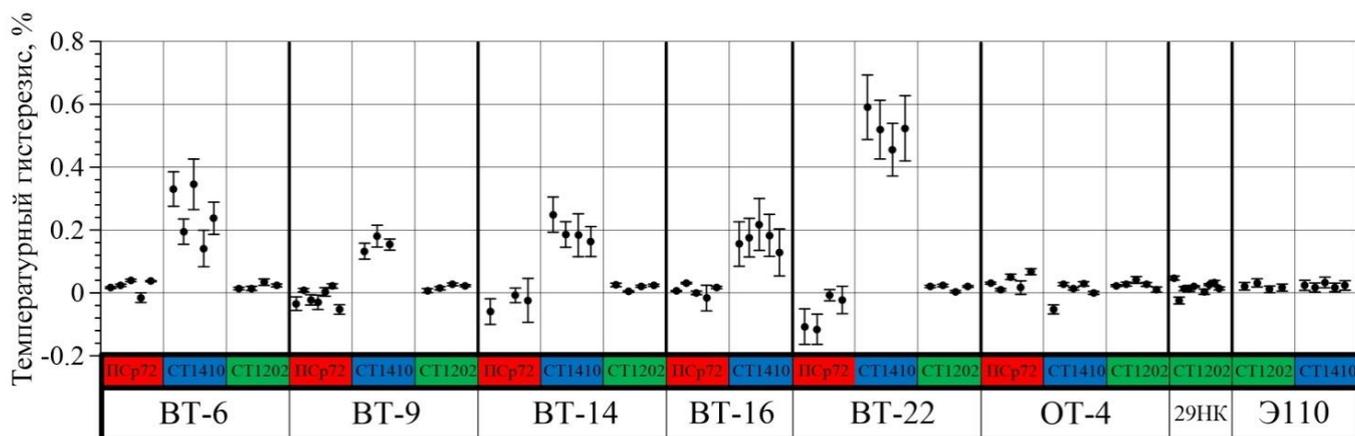


Рис. 11. Температурный гистерезис ТП давления с мембранами из различных титановых сплавов с разными припоями при 40 °С при изменении температуры в диапазоне (-40...+80) °С. Планки указывают на разброс относительно среднего значения.

Как видно из рис. 11, температурный гистерезис у приборов с припоем СТЕМЕТ 1410 на титановых сплавах (кроме сплава ОТ4) больше, чем у всех остальных и имеет положительный знак (т.е. сигнал после +80 °С больше, чем сигнал после -40 °С). Он определяется смещением нулевого сигнала при +80 °С, которое в свою очередь обусловлено тем, что при повышении температуры припой на основе циркония претерпевает сильные термические напряжения за счёт низкого КТР. Все титановые сплавы, кроме ОТ4, являются двухфазными, а ОТ4 – однофазным. Фазовый состав сплава также определяет величину температурного гистерезиса при пайке СТЕМЕТом, поскольку многофазность материала приводит к большой концентрации дислокаций, определяющих процессы ползучести. При пайке серебро-медным припоем образующийся мягкий соединительный слой компенсирует напряжения, возникающие при изменении температуры. Это хорошо согласуется и с тем фактом, что использование припоя СТЕМЕТ 1410 и СТЕМЕТ 1202 с циркониевым сплавом Э110 и сплавом 29НК вместо титанового не приводит к возникновению температурного гистерезиса (последние столбцы на рис. 11).

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

Внедрение аморфного припоя СТЕМЕТ 1202 в производство ТП Промышленной группы МИДА позволило разработать и освоить серийный выпуск высокоточных эталонных датчиков избыточного давления МИДА-ДИ-15-Э с основной погрешностью не хуже 0,05% (рис. 12).

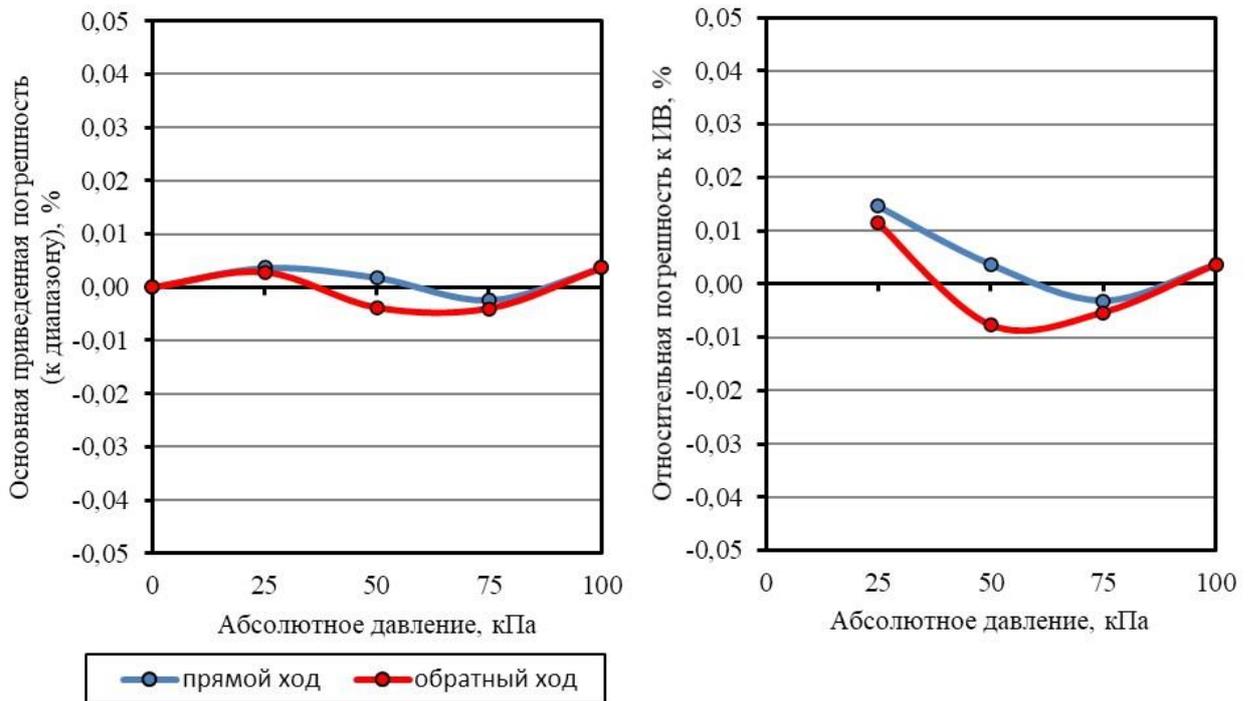


Рис 12. Основная приведённая к диапазону измерения (слева) и относительная к измеряемой величине (справа) погрешность датчика абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э-0,05/100 кПа.

Также в этой главе приводятся результаты испытаний ТП с упругими элементами, изготовленными из керамики. Продемонстрированы возможности таких ТП и проведена оценка перспективы использования таких приборов.

В процессе исследований был разработан и теоретически обоснован техпроцесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей, что позволило изготавливать приборы, стабильно работающие при повышенных температурах (вплоть до 350 °С) (рис. 13, рис. 14).

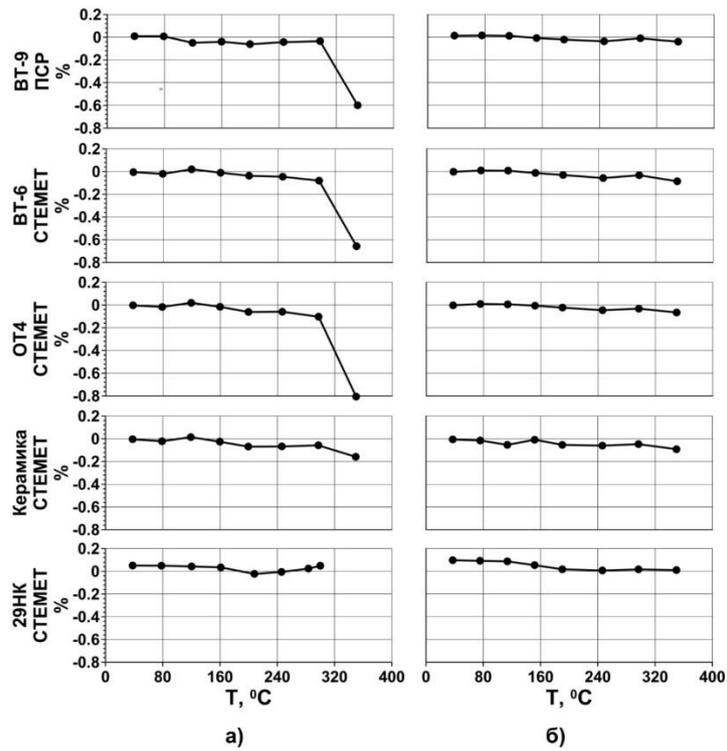


Рис. 13. Температурная зависимость вариации выходного сигнала ТП с различными материалами мембраны и припоя до (а) и после (б) стабилизации.

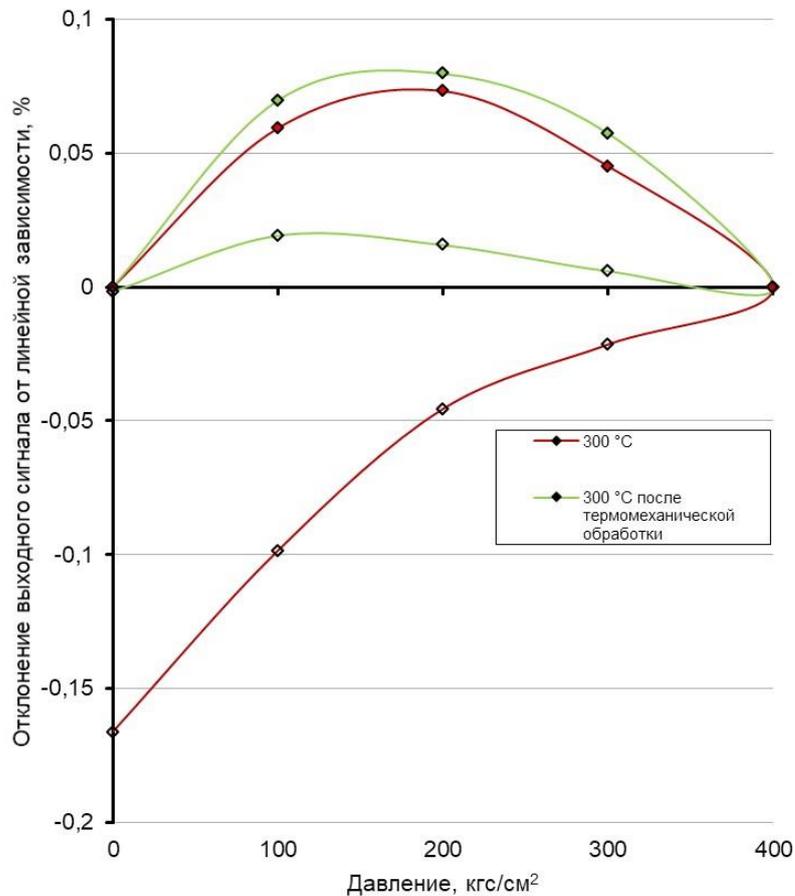


Рис. 14. Характеристики ТП при 300 °С до и после термомеханической обработки при 400 °С.

Термомеханическая обработка представляет собой сочетание пластического деформирования (наклёпа) и термической обработки и является на сегодняшний день одним из наиболее прогрессивных технологических процессов, позволяющих повышать уровень механических свойств стали и других сплавов, в том числе и жаропрочных. В данном исследовании она подтвердила свою эффективность при изготовлении высокотемпературных ТП давления на основе КНС.

Было установлено, что структурное состояние металла упругой мембраны (рис. 15) также играет важную роль при функционировании ТП на основе КНС с высокими метрологическими характеристиками, т.к. механические свойства металла упругой мембраны зависят не только от химического состава, но и от структуры. Показано, что перспективным является использование мембран, изготовленных современным методом SLM 3D-печати из порошка.

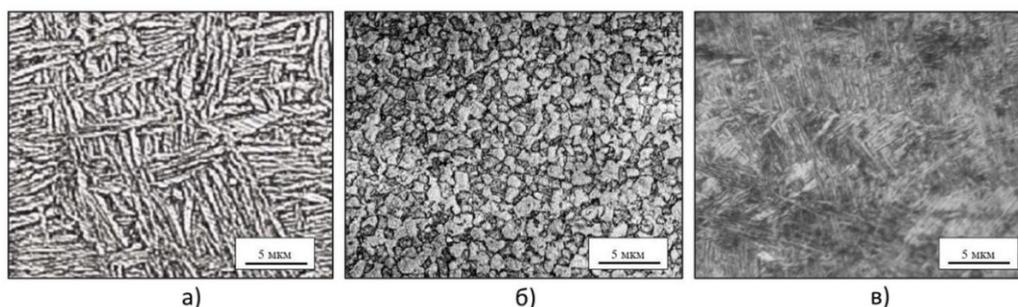


Рис. 15. Микроструктуры материала мембран тензопреобразователей. а) без термообработки+старение, б) закалка+старение, в) SLM+старение.

На рис. 16 показано насколько существенное влияние структурное состояние упругого элемента оказывает на характеристику ТП, особенно в области высоких температур.

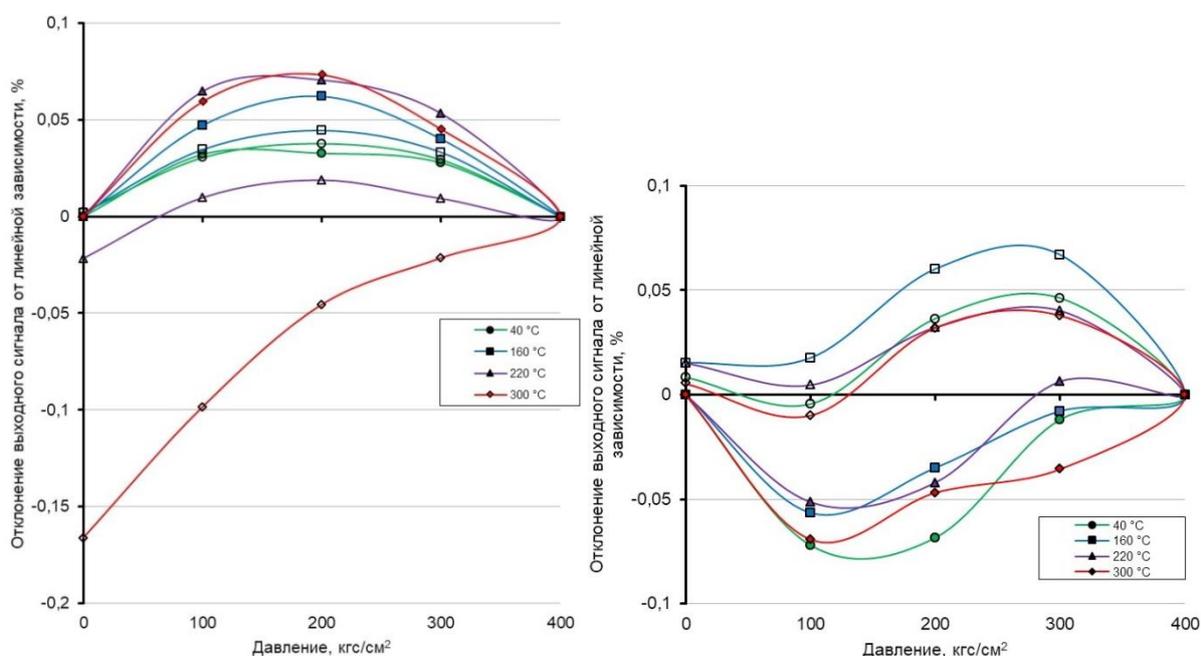


Рис. 16. Характеристики ТП с мембраной без термообработки (слева) и с закалённой мембраной (справа) при разных температурах. Залитые значки – прямой ход по давлению, пустые – обратный ход.

На рис. 17 представлены типичные значения отклонения от линейной зависимости нагрузочных характеристик ТП с мембраной из сплава ВТ6 без термообработки при различных температурах (см. легенду). Видно, что уже при 220 °С выходной сигнал ТП при обратном ходе по давлению начинает «ползти», а при 300 °С это приводит к ощутимому гистерезису (~0,16 %). Такое поведение указывает на то, что при этой температуре происходит превышение предела текучести сплава ВТ6 (без термообработки). Наблюдаемая нелинейность (в отсутствие гистерезиса) легко компенсируется в датчике с помощью электроники.

В случае же использования мембран из сплава ВТ6 с закалкой (рис. 15 справа) при температуре 300 °С выходной сигнал ТП ещё не «ползёт», предел текучести сплава не превышен, т.к. он был поднят при упрочняющей термообработке (закалка мембраны+старение при пайке чувствительного элемента КНС). Но нужно отметить, что форма нелинейности ТП с такими мембранами качественно отличается от ТП с мембранами без термообработки; при этом выходной сигнал ТП при обратном ходе по давлению выше, чем при прямом. Нелинейность такой формы компенсировать в датчике с помощью электроники уже не так просто.

ТП с мембранами, изготовленными по технологии SLM (рис. 17), обладают достоинствами и нетермообработанных и закалённых мембран, т.к. ТП с такими мембранами имеют параболическую нагрузочную характеристику, которую легко компенсировать электроникой, но в то же время их выходной сигнал не «ползёт» при температуре 300 °С, как и в образцах с закалённой мембраной.

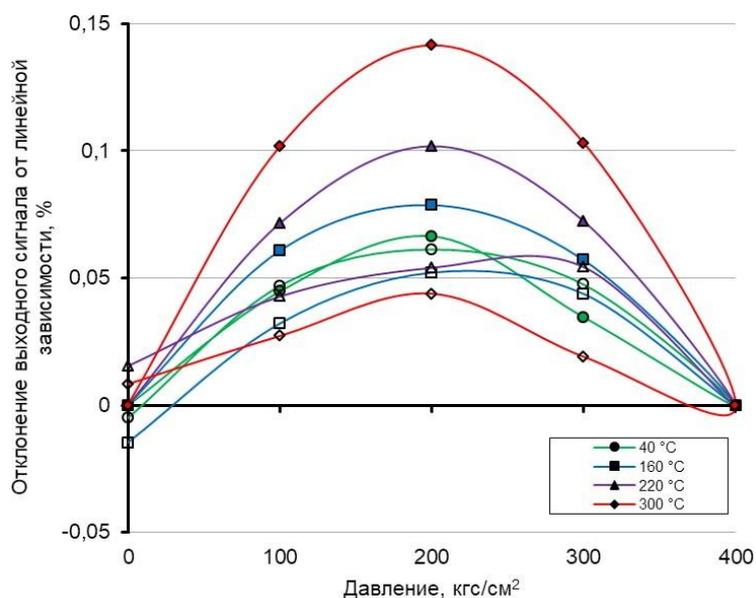


Рис. 17. Характеристики ТП с мембраной, изготовленной по технологии SLM, при разных температурах.

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

В заключении приведены основные результаты работы. В соответствии с поставленными целями и задачами в диссертационной работе были получены следующие новые научные и практические результаты:

1. Впервые детально исследовано паяное соединение титанового сплава с сапфиром (припой ПСр72). Это соединение сегодня используется практически во всех датчиках и преобразователях давления на основе КНС и играет в них одну из ключевых ролей, оказывающую непосредственное влияние на точность и стабильность преобразования давления в электрический сигнал. Показано, что:
 - в паяном соединении присутствует чёткое разделение слоёв;
 - титан образует интерметаллиды TiCu с медью, входящей в состав припоя ПСр72;
 - максимальное количество серебра располагается непосредственно под сапфиром, что является самым мягким слоем, предел пластичности которого ниже температурных напряжений, возникающих при работе ТП. Это говорит о возможности пластических деформаций в слое припоя, что сказывается на точностных параметрах ТП и их стабильности. Выявлено, что данные недостатки соединения можно устранить, используя аморфный припой марки СТЕМЕТ.
2. Впервые получены и исследованы соединения упругих элементов ТП давления с лейкосапфиром с помощью высокотемпературной вакуумной пайки аморфными припоями марки СТЕМЕТ на основе титана и циркония. Выявлено, что недостатки соединения припоем ПСр72 можно устранить, используя припой СТЕМЕТ. Показано, что соединительный слой:
 - однороден как по механическим свойствам, так и по химическому составу;
 - величина микротвёрдости паяного соединения больше, чем микротвёрдость титанового сплава. Такая повышенная прочность соединительного слоя препятствует возникновению в нём пластических деформаций и ползучести при механическом нагружении, что существенно улучшает метрологические и эксплуатационные характеристики ТП и датчиков давления на их основе: вариация снижается в 4–7 раз; ГПН при отрицательной температуре снижается в 100 раз.
3. Разработан и введён в серийное производство в ПГ МИДА техпроцесс пайки припоем СТЕМЕТ 1202, что привело к значительному улучшению характеристик (снижение вариации выпускаемых приборов) и, в частности, дало возможность освоить производство серии эталонных датчиков давления с точностью лучше 0,05% (до 0,01%). Такие датчики открывают путь к построению высокоточных систем управления для ответственных технологических процессов.
4. Теоретически обоснован и практически исследован техпроцесс термомеханической стабилизации тензопреобразователей, с помощью которого удалось расширить температурный диапазон работы высокоточных ТП давления до 350 °С.
5. Продемонстрировано влияние каждого из компонентов системы «мембрана-припой-сапфир» на метрологические характеристики ТП. Показано, что соединительный слой сильно влияет на такие параметры как ГПН и гистерезис, особенно при отрицательных температурах. Описан механизм образования ГПН. При высоких температурах (больше 150 °С) основную роль начинают играть механические свойства материала мембраны.

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

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

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в изданиях, рекомендованных перечнем ВАК РФ

1. Савченко, Е.Г. Пайка чувствительных элементов в преобразователях давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Сварочное производство. – 2013 – №1. – С. 23-25.
2. Савченко, Е.Г. Керамические упругие элементы в тензопреобразователях давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е.Г. Савченко, В.В. Светухин, В.М. Стучебников // Датчики и системы. – 2013. – №1. – С. 23-25.
3. Савченко, Е.Г. Гистерезисные явления в преобразователях давления на основе структур КНС / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников, А.А. Устинов // Приборы. – 2015 – № 2. – С.30-35.
4. Савченко, Е. Г. Особенности проектирования высокотемпературных тензопреобразователей давления на основе структур КНС / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников, А.А. Устинов // Приборы. – 2016 – № 3. – С.1-7.
5. Савченко, Е.Г. Гистерезис первого нагружения в преобразователях давления на основе структур КНС / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Датчики и системы. – 2017. – №7. – С. 23-29.
6. Савченко, Е.Г. Влияние структурного состояния титановой мембраны на характеристики преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Приборы. – 2020 – № 3. – С.11-16.
7. Савченко, Е.Г. Система для поверки средств измерения давления на основе эталонных датчиков МИДА / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Бурение и нефть. – 2020. – №7-8. – С. 40-42.
8. Савченко, Е.Г. Датчики давления для криогенных сред / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы – 2020. – №4. – С. 43-48.

9. Савченко, Е.Г. Датчики давления промышленной группы МИДА для нефтегазовой промышленности / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Нефть. Газ. Новации – 2021. – №5. – С. 56-60.

Публикации в изданиях, индексируемых Scopus

1. Brazing of sensitive elements for pressure transducers with the «silicon on sapphire» structure / V.M. Stuchebnikov, Y.G. Savchenko // Welding International. – 2014. – Т.28. – Р. 62-64.
2. Vaskov, Y.A. Standard absolute pressure transducers MIDA-SA-15-S for vacuum equipment / Vaskov Y.A., Savchenko Y.G, Stuchebnikov V.M. // Journal of Physics: Conference Series». – 2021 – Volume 1799.

Публикации в других изданиях

1. Савченко, Е.Г., Управление характеристиками преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире» / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Techniczne nauki. Fizyka.: Przemysł. Nauka I studia. – 2013. – С. 25-29.
2. Васьков, Ю.А. Высокоточные цифровые датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э на основе структур «Кремний на сапфире» / Ю.А. Васьков, Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Вакуумная техника и технологии – 2019. Труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием.– 2019 – Т.29. – №2. – С. 24-26.
3. Савченко, Е.Г. Специальные датчики давления промышленной группы МИДА / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Журнал «ИСУП». – 2020 – №3. – С. 31-33.
4. Савченко, Е.Г. Цифровые датчики давления МИДА на основе структур «кремний на сапфире» / Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Журнал «ИСУП». – 2020 – №6. – С. 29-31.
5. Васьков, Ю.А. Эталонные датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э для вакуумной техники / Ю.А. Васьков, Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Вакуумная техника и технологии – 2020. Труды 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. – 2020 – Т.29. – №2. – С. 24-27.
6. Васьков, Ю.А. Метрологические характеристики датчиков МИДА-ДА-15-Э в условиях вакуума / Ю.А. Васьков, Е.Г. Савченко, В. М. Стучебников, А.В. Тюрин, С.И. Саликеев // Вакуумная техника и технологии – 2021. Труды 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. – 2021 – С. 37-41.
7. Васьков, Ю.А. Специальные датчики давления промышленной группы МИДА / Ю.А. Васьков, Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников // Компоненты и технологии. – 2021 – №5. – С. 68-71.

Савченко Евгений Геннадьевич

Улучшение метрологических и эксплуатационных характеристик преобразователей давления на основе структур «кремний на сапфире»

Автореферат

Подписано в печать __.__.21. Формат 60x84/16.

Усл. печ. л. __

Тираж 100 экз. Заказ _____