

С. А. Степанова^{1}, Г. В. Симонова¹*

Анализ достоверности результатов контроля качества функциональной керамики

¹ Сибирский государственный университет геосистем и технологий, г. Новосибирск,
Российская Федерация
* e-mail: simgal@list.ru

Аннотация. Керамика в переводе с греческого означает «глина» и является одним из древнейших искусственных материалов, придуманным человеком. В настоящее время этот материал отличается многообразием состава и свойств, поэтому находит широкое применение в различных областях. Например, различные типы высоко корундовой керамики используются в качестве подложек для твердотельных интегральных схем и как детали вакуумноплотного корпуса электронных приборов. Перспективность использования керамических материалов обусловлена также относительно низкой энергоемкостью производства, высокой коррозионной устойчивостью, доступностью сырья и экологически чистыми технологиями. Однако, при получении керамических материалов для высокотехнологичных производств необходим строгий контроль за параметрами полученной керамики, что является очень трудоемким процессом. Поэтому снижение трудоемкости процесса контроля и повышение достоверности его результатов является актуальной задачей. В данной работе приведены результаты выбора оптимально количества контрольных точек, а также оценки достоверности результатов контроля. Использование полученных результатов может быть полезно для снижения временных и материальных затрат при оценке качества керамических материалов.

Ключевые слова: керамика, микроструктура, шихта, стеклофаза, поры, кристаллофаза, аншлиф, погрешность, качество

S. A. Stepanova^{1}, G. V. Simonova¹*

Analysis of the Reliability of Functional Ceramics Quality Control Results

¹ Siberian State University of Geosystems and Technologies, Novosibirsk, Russian Federation
* e-mail: simgal@list.ru

Abstract. Ceramics in Greek means "clay" and is one of the oldest artificial materials invented by man. Currently, this material distinguished by a variety of composition and properties, widely used in various fields. For example, various types of highly corundum ceramics are used as substrates for solid-state integrated circuits and as parts of vacuum-tight housing for electronic devices. The prospects for the use of ceramic materials are due to the variety of their properties, as well as the relatively low energy intensity of production, high corrosion resistance, the availability of raw materials, and environmentally friendly technologies. However, when obtaining ceramic materials for high-tech industries, strict control over the parameters of the obtained materials is necessary, which is a very laborious process. Therefore, reducing the complexity of the control process and increasing the reliability of its results is an urgent task. This paper presents the results of choosing the optimal number of control points, as well as assessing the reliability of the control results. The implementation of the obtained results can be useful for reducing time and material costs in assessing the quality of ceramic materials.

Keywords: ceramics, microstructure, charge, glass phase, pores, crystal phase, polished section, error, quality

Введение

Интерес к конструкционной и функциональной керамике в настоящее время обусловлен многими обстоятельствами, прежде всего возможностью создания новых материалов с необходимыми свойствами.

Например, функциональная керамика типа ВК95-1 содержит 95% оксида алюминия, 3,0 % оксида кремния и 2,0% оксида магния. Этот вид материала обладает высокой механической прочностью, хорошими диэлектрическими свойствами, высокой плотностью и беспористостью, а также влаго- и газонепроницаемостью [1].

Особой проблемой при использовании керамики этого типа является надежность ее спаев с металлическими деталями, которые и образуют вакуумноплотный каркас электронных приборов. Эти спаи сложны в изготовлении и являются наиболее характерной причиной отказа при работе электронных приборов. Качество таких соединений определяется, главным образом, составом и свойствами применяемых керамических материалов, что обуславливает необходимость строгого контроля керамического материала в процессе его изготовления. Однако, процесс контроля полученных образцов керамического материала очень трудоемкий, требует от оператора достаточно кропотливой и напряженной работы, поскольку каждый образец многократно исследуется под микроскопом при большом увеличении. Метод является выборочным, из каждой партии керамических изделий выбирается не более четырех деталей. Выбор деталей определяется их расположением в печи при обжиге. Метод разрушающий, из выбранных деталей изготавливаются аншлифы, таким образом, к дальнейшему производству эти детали уже не пригодны. Выбор количества контрольных полей и методов обработки результатов носит достаточно произвольный характер, поэтому обоснование методики получения результатов и оценка их достоверности является актуальной проблемой при решении прикладных задач [2, 3].

Методы и материалы

В данной работе для проведения исследований использовалась керамика ВК-95-1 получаемая методом жидкостного спекания [4–6], в результате которого в ее структуре формируются твердая (кристаллическая) фаза и аморфная, т. е. стекловидная фаза, которые составляют ее внутреннее строение. Внутреннее строение керамических материалов называется микроструктурой. Качество микроструктуры вакуумноплотной корундовой керамики определяется соотношением и размерами кристаллической, стекловидной и газовой фаз, заданное соотношение которых обуславливает возможность получения надежных спаев керамики с металлом и, как результат, получение, например, качественных вакуумноплотных корпусов для электронных приборов.

Микроструктура керамических материалов исследуется и контролируется на аншлифах (непрозрачные шлифы, исследуемые в отраженном свете) на металлографических микроскопах типа МИМ-7, при увеличении 360 крат. Аншлиф

исследуемого образца керамики устанавливается на предметный столик микроскопа, выбирается поле зрения, в котором с помощью измерительной линейки окуляра производятся измерения размеров и формы элементов микроструктуры. Следует предположить, что чем больше проведено измерений, тем достовернее их результат, однако трудоемкость самого процесса контроля делает такой подход нецелесообразным. Задача оценки качества осложняется неравномерностью структуры керамического материала, которая полностью отражается в аншлифе. Зерна кристаллофазы имеют большой разброс по размерам; участки стеклофазы неравномерно распределены в материале и, следовательно, в аншлифе; таким же неравномерным является распределение пористости. Процентное содержание стеклофазы на выбранном участке образца определялось как отношение суммарных линейных размеров данного компонента к общему линейному размеру контролируемого поля зрения.

Результаты

С целью определения минимально допустимого количества измерений для достоверного установления параметров микроструктуры на одном и том же образце керамики были проведены определения размеров элементов стеклофазы по пяти, десяти и двадцати контрольным полям. Результаты измерений представлены в табл. 1.

Таблица 1

Оценка среднего значения параметра при разном количестве наблюдений

Номер образца	X_{1cp} по 5 полям, %	X_{2cp} по 10 полям, %	X_{3cp} по 20 полям, %	$X_{1cp} - X_{2cp}$, %	$X_{2cp} - X_{3cp}$, %
1	4,3	4,9	4,8	0,6	0,1
2	8,5	8,9	9,1	0,4	0,2
3	6,8	6,4	6,3	0,4	0,1
4	7,4	8,0	7,8	0,6	0,2
5	5,1	5,8	5,5	0,7	0,3

Из табл. 1 видно, что наиболее близки друг к другу результаты измерений, проведенных по 10 и 20 полям. Поскольку процесс контроля в условиях серийного производства должен быть, по возможности, экспрессным, то в качестве достаточного количества измерений можно принять 10 полей. Использование относительных характеристик позволило устранить возможную погрешность, возникающую при пересчете наблюдаемых с увеличением размеров в абсолютные значения величин.

Для оценки достоверности результатов контрольных операций по предложенной методике использования десяти контрольных участков были проведены измерения размеров элементов стеклофазы с использованием образцов из десяти разных партий. В табл. 2 представлены результаты измерений и их обработки по стандартной методике обработки многократных измерений [7, 8].

Результаты измерения размеров элементов стеклофазы

Номер об- разца	Номер измерения содержание стеклофазы, %										X_{cp}	\bar{s} 10^{-2}
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
1	5,8	6,0	5,8	5,9	5,9	5,9	6,0	5,8	5,9	5,9	5,9	2,4
2	4,3	4,6	4,6	4,5	4,4	4,6	4,3	4,6	4,4	4,5	4,5	4,1
3	5,4	5,2	5,4	5,1	5,1	5,2	5,4	5,4	5,3	5,2	5,3	4,5
4	6,2	6,2	6,1	6,4	6,4	6,2	6,3	6,2	6,3	6,2	6,3	3,5
5	6,9	6,7	6,7	6,9	6,8	6,8	6,8	6,9	6,7	6,9	6,8	2,8
6	4,1	4,1	4,1	4,4	4,2	4,1	4,3	4,4	4,4	4,3	4,2	4,5
7	7,5	7,6	7,6	7,6	7,6	7,6	7,5	7,7	7,5	7,7	7,6	2,4
8	9,2	9,5	9,5	9,5	9,5	9,3	9,4	9,4	9,2	9,5	9,4	3,9
9	8,6	8,8	8,7	8,7	8,8	8,6	8,7	8,8	8,8	8,7	8,7	2,6
10	7,9	8,0	8,0	8,1	8,0	8,0	8,1	8,0	7,8	8,1	8,0	2,3

Полученные значения среднеквадратичного отклонения для всех выбранных партий на порядок ниже, чем предельно допустимые отклонения результатов контроля размеров элементов микроструктуры.

Заключение

В результате проведенной работы экспериментально показано, что при данном уровне требований можно считать достаточным исследование десяти полей образцов керамики для оценки качества полученного материала и достоверности контрольных измерений, что существенно в условиях серийного производства и большого объема работ.

Выявлено также, что как среднее значение содержания стеклофазы, так и среднеквадратичное отклонение исследуемого параметра достаточно уверенно позволяет судить о соответствии микроструктуры материала установленным требованиям.

Следует отметить, что применение цифровых методов обработки информации при разработке соответствующей методики и программного обеспечения может существенно снизить трудоемкость и повысить достоверность данных контрольных операций [9, 10].

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ГОСТ 20419-83 Материалы керамические электротехнические. Классификация и технические требования. Межгосударственный стандарт Введ. 01.01.1985 (с Изменениями N 1, 2, 3). М.: Стандартиформ, 1988. – 38 с. Текст: непосредственный.
2. ГОСТ 16504–81 Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения: Межгосударственный стандарт. – Введ. 01.01.1982 (с изм. от 15.06.2011). М.: Стандартиформ. – 22 с. Текст: непосредственный.
3. В. А. Неронов, В. П. Перминов. Материаловедение и технология материалов: учебное пособие. – Новосибирск: СГГА, 2008. – 172 с. Текст: непосредственный.

4. Симонова Г.В., Плетнев П.М., Степанова С.А. Связь микроструктуры функциональной керамики с ее физико-техническими свойствами // ГЕО Сибирь Междунар. науч. конгр. : сб. материалов в 6 т. (Новосибирск, 20 – 24 апреля 2009 г.). – Новосибирск: СГГА, 2009. Т. – С.80 – 84. Текст: непосредственный.
5. ГОСТ Р 57953-2017 Композиты керамические. Метод испытания керамических материалов на прочность соединения Нац. стандарт РФ. Введ. 01.01.1982 (с изм. от 16.11. 2017). М.: Стандартинформ, 2017. – 12 с Текст: непосредственный.
6. Симонова Г. В., Плетнев П. М., Степанова С. А. Разработка оптического метода контроля качества функциональной керамики // ГЕО Сибирь Междунар. науч. конгр.: сб. материалов в 6 т. (Новосибирск, 19 – 29 апреля 2010 г.). – Новосибирск: СГГА, 2010. Т. – С.147 – 151 Текст: непосредственный.
7. ГОСТ Р 8.563–2009 ГСИ. Методики (методы) измерений: нац. стандарт РФ. – Введ. 15.04.2010. – М.: Стандартинформ, 2010. – 22 с.
8. ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения: нац. стандарт РФ. – Введ. 01.01.2013 – М.: Стандартинформ, 2013. – 24 с. Текст: непосредственный.
9. Разработка бесконтактных методов количественного определения структурных характеристик керамических материалов / Г. В. Симонова, Д. П. Симонов, П. М. Плетнев, С. А. Степанова // Интерэкспо ГЕО Сибирь Междунар. науч. конгр.: Международ. науч. конф. «Специализированное приборостроение, метрология, теплофизика, микротехника, нанотехнологии»: сб. материалов в 2 т. (Новосибирск, 10 – апреля 2012 г.). – Новосибирск: СГГА, 2012. Т. – С. 204 –208. Текст: непосредственный.
10. Хлебникова Е.П., Симонов Д.П. Определение количественного и качественного состава керамики методами автоматизированного дешифрирования // ГЕО-СИБИРЬ-2011: сб. материалов VII Междунар. науч. конгр., 19–29 апр. 2011 г. – Новосибирск: СГГА, 2011. – Т.4. – С. 55–59. Текст: непосредственный.

© С. А. Степанова, Г. В. Симонова, 2023