

# Glastechniek vandaag

L. van As, E. de Kuiper en J. Ober, Huygens laboratorium, Rijks Universiteit Leiden

Behandeld wordt de vervaardiging van vier typen zogenaamde slits – een slit heeft een nauwe spleet van ca. 0,15 mm met een lengte van 20 mm en een breedte van ca. 10 mm.

Een slit wordt gebruikt voor de bestudering van botsingen van roterende gasmoleculen met de wanden van de slit. Voor het botsings-effect is de ruwheid van de wand op atomaire schaal van belang. Vandaar dat slits met diverse wandtypen zijn vervaardigd, en wel van glas, van glas bedekt met een goudlaag, van glas bedekt met mica en van lithiumfluoride.

## Inleiding

Voor het stromingsgedrag van gassen zijn botsingen van roterende gasmoleculen met wanden van belang. Bij een botsing kan zowel de rotatie als de snelheid van een molecuul veranderen – denk in dit verband aan bijvoorbeeld het "effect" van een biljartbal. Bij een botsing met een tegenover liggende wand zal dit opnieuw optreden. Als we nu tussen de twee botsingen de rotatie van het molecuul beïnvloeden (dit kan met een magnetisch veld), zal ook de uiteindelijke snelheid van het molecuul veranderen. Voor het gas als geheel zal zo'n beïnvloeding resulteren in een verandering in de stroming. Door nu richting en grootte van het magnetisch veld te variëren krijgen we informatie over de botsing van de moleculen met de wanden.

Voor de bestudering van het botsings-effect is gebruik gemaakt van zogenaamde slits. Een slit heeft een nauwe spleet waardoor een gas wordt gevoerd bij een druk die zo laag is dat de moleculen niet meer met elkaar, maar alleen nog met de wanden botsen. Vanzelfsprekend mag atmosferische lucht geen versturende factor zijn, zodat een slit en zijn aan- en afvoerleiding hoogvacuumdicht moeten zijn.

Voor het optreden van de botsingseffecten is de ruwheid van de wand op atomaire schaal essentieel; hoe groter deze zogenaamde corrugatie hoe groter de te verwachten effecten. Voorts moeten deze oppervlakken over een grote afstand – dat wil zeggen over vele roosterplaatsen – uniform zijn. Ook is van belang dat de wanden schoon zijn, wat is te bereiken door te werken bij hoge temperaturen (400-500 °C).

Slits zijn gemaakt van glas, van glas bedekt met een goudlaag, van glas be-

dekt met mica en van lithiumfluoride. Met een glazen slit zijn metingen gedaan bij temperaturen tot 420 °C. Hiermee zijn stromingsveranderingen geconstateerd van (slechts) max. 0,05%

In plaats van het relatief gladde oppervlak van glas, komen nu monokristallijne oppervlakken zoals mica en lithiumfluoride (LiF) in aanmerking. Vooral LiF is een uitermate geschikt materiaal. Het LiF-oppervlak is jarenlang bestudeerd en er is zeer veel over bekend. Bovendien is het zeer sterk gecorrugerd en varieert de corrugatie in verschillende richtingen, waardoor het mogelijk wordt om met één materiaal, bij verschillende corrugatie-amplitudes te meten. Metingen met hiervan vervaardigde slits zijn zeer succesvol gebleken.

Als basisconstructie van de hieronder te behandelen slits is na vele proefnemingen gekozen voor de volgende oplossing. Een bovenplaat en een onderplaat, beide van de afmetingen 20 x 12 x 3 mm (l x b x h), worden op een door twee draden bepaalde af-

stand met glassoldeer – bij het lithiumfluoride met een speciale soldeer – aan elkaar verbonden, zodanig dat tussen de draden de gewenste spleet ontstaat. Vervolgens worden aan de zo verkregen slit een aan- en afvoerbuis gesoldeerd.

## De glazen slit

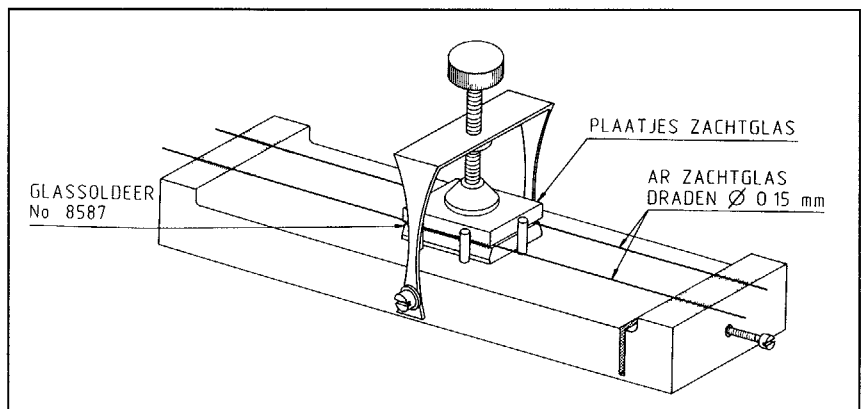
Van twee glazen plaatjes AR glas, met de lineaire uitzettingscoëfficiënt  $\alpha = 94 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ , geslepen op de afmetingen 20,0 x 12,0 x 3,0 mm, wordt er één, in de lengterichting, voorzien van schuine kanten.

Het plaatje met de schuine kanten wordt op een roestvaststalen opspan-tafel geplaatst, tegen de aanslagpen-nen, zie *figuur 1*.

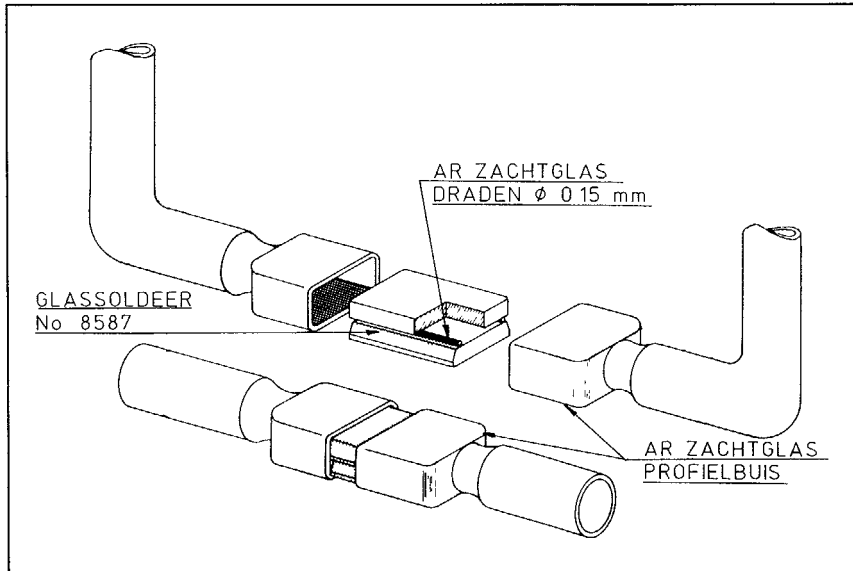
Twee glazen draden van AR glas, getrokken op een diameter van 0,14 mm, worden grenzend aan de schuine kanten evenwijdig op het glasplaatje gelegd.

In het verlengde van de glasdraden zijn V-groefjes gemaakt in de opspan-tafel, zodat de draden met een weinig cyano-acrylaatlijm nauwkeurig op hun plaats worden gehouden. Door middel van een spanschroef worden de glasdraden strak gespannen.

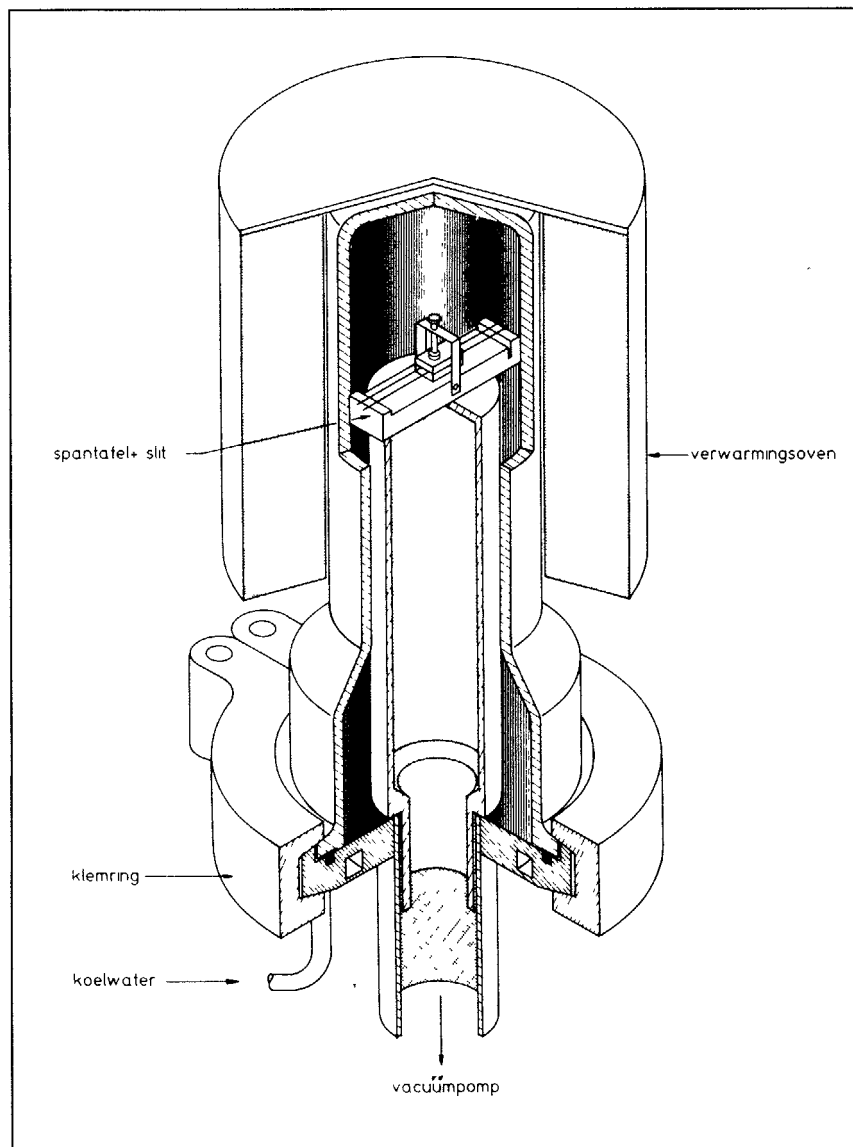
Nu wordt het bovenste glazen plaatje op de draden gelegd en wordt het geheel met een verende stelschroef gefixeerd. De aanslagpen-nen worden nu verwijderd en het glassoldeer kan worden aangebracht. Daartoe wordt het vermengd met alcohol tot een suspensie en vervolgens met een penseel



*Figuur 1* Opspan-tafel voor de vervaardiging van een slit. Zoals hier afgebeeld voor een glazen slit. In het midden tegen de aanslagpen-nen het boven- en onderplaatje, de twee glazen afstandsdraden die met de stelschroef kunnen worden gespannen en de drukschroef die de samenstelling bijeen houdt.



**Figuur 2** Hier wordt getoond op welke wijze de aansluitleidingen en de slit worden samengevoegd



**Figuur 3** De soldeerruimte met de erin geplaatste opspantafel inclusief de te solderen slit

aangebracht daar waar de schuine kanten aan de glasplaatjes zijn geslepen

Als glassoldeer is Schott no 8587 gebruikt. Dit moet gedurende 30-45 minuten op 435 °C worden gehouden om een goede verbinding te kunnen vormen. Het is een zogenaamde kristalliserend glassoldeer, hetgeen wil zeggen dat er na verhitting geen kenmerkende eigenschappen van een glas meer zijn.

Tijdens het verwarmen zet de spantafel meer uit dan het glas. De glasdraden worden dan ook zeer strak gespannen, totdat bij een temperatuur van ca. 120 °C de lijm gaat verbranden en de glasdraden spanningsloos tussen de glazen plaatjes liggen. De soldeerbehandeling moet herhaald worden totdat de zijkanten van de slit voldoende zijn gevuld met glassoldeer. Na het solderen hebben we dus twee glazen plaatjes welke op elkaar zijn gesoldeerd met daartussen een nauwkeurig gedimensioneerde tussenruimte.

Nu moet de slit nog worden voorzien van een aan- en afvoerbuis om het doorleiden van een gas mogelijk te maken

Daartoe is door middel van een grafiel profielbuis getrokken met een rechthoekige doorsnede met inwendig dezelfde afmetingen als de uitwendige maten van de slit. Aan een stukje van de rechthoekige buis wordt aan beide uiteinden een buis met een diameter van 12 mm gelast. Vervolgens wordt het geheel doorgezaagd en op lengte gemaakt. De aldus verkregen verloopstukken worden over de slit geschoven en via de bovenomschreven procedure vacuüm gereduceerd, zie *figuur 2*. De slit is nu gereed om in de meetopstelling te worden opgenomen en kan tot 470 °C vele malen worden gebruikt.

### De gouden slit

Bij het solderen van een slit, waarvan het inwendige oppervlak van een goudlaagje was voorzien, deden zich problemen voor met de goudlaag. Tijdens het soldeerproces werd deze namelijk aangetast.

Een oplossing voor dit probleem is gevonden door het soldeerproces in een zuurstofvrije omgeving uit te voeren. In de soldeerruimte, zie *figuur 3*, worden de plaatjes opgesteld zoals reeds is beschreven. De ruimte wordt vacuüm gepompt en vervolgens gespeeld met stikstofgas met een druk van 0,7 bar. Deze druk is zo gekozen omdat er dan bij de soldeertemperatuur een geringe (stikstof)overdruk heerst in de soldeerruimte. Opgelost dachten we. Deze gedachte

was echter wat voorbarig want om een glassoldeer goed te laten vloeien en hechten is een oxyderende atmosfeer nodig. Dit geldt zeker voor de niet-kristalliserende glassolderen. De kristalliserende soorten vloeien in een zuurstofvrije atmosfeer wel redelijk maar geven geen hoogvacuumdichte verbinding.

Al met al hadden we nu een slit die mechanisch goed in elkaar zat maar nog altijd niet vacuumdicht was. En daar vacuumdicht zijn ook een vereiste was moest er dus nog een laag glassoldeer worden opgebracht, zodanig dat de goudlaag niet zou worden aangetast.

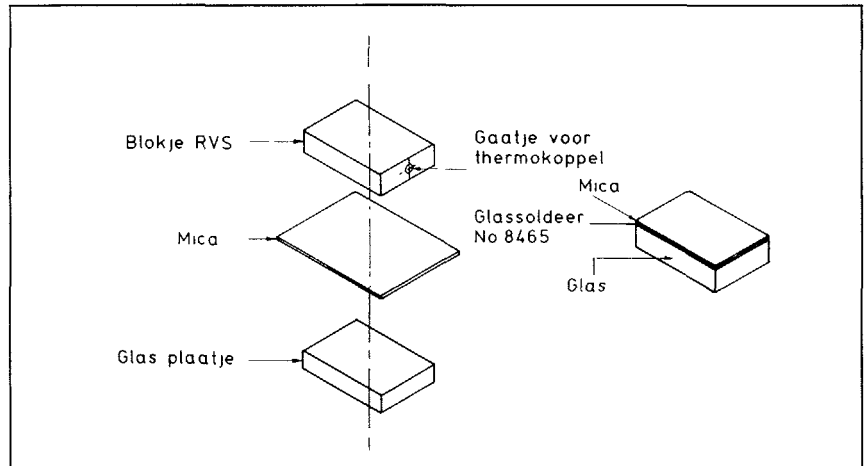
We hebben dit probleem opgelost door tijdens een volgend soldeerproces een constante stikstofstroom door de slit te sturen via de aan- en afvoerbuizen. Voor deze laatste vacuumdichte soldeerlaag hebben we zowel de soldeer No 8587 als No 8465 van Schott gebruikt. Na het solderen is de slit enige malen verwarmd tot ca. 425 °C en daarna met een helium lektester op vacuumdichtheid gecontroleerd.

## De mica-slit

Mica wordt geleverd in plaatvorm. Het is opgebouwd uit dunne laagjes met een dikte van ca. 0,02 mm. Ons uitgangsmateriaal had een dikte van 0,2 mm. Mica heeft een lineaire uitzettingscoëfficiënt van ca.  $10^{-5}/^{\circ}\text{C}$  in het temperatuurgebied van 20-600 °C. Twee mica-plaatjes, van ca. 25 x 15 mm, zijn ieder met behulp van een glassoldeer op een AR-glasplaatje van 20 x 12 x 3 mm bevestigd. Dit wordt gedaan in twee fasen.

In de eerste fase worden beide plaatjes bedekt met een stabiele glassoldeer no. 8465 van Schott en vervolgens in een tijdsbestek van ca. 3 uur, in een oven, naar 520 °C gebracht. Na afkoelen hebben we dus een glazen en een mica-plaatje die aan één kant bedekt zijn met een laagje glassoldeer. In de tweede fase worden beide plaatjes met de zijden waarop het glassoldeer is aangebracht op elkaar gelegd, verzwaaard met een roestvaststalen blokje en opnieuw in de oven geplaatst. De temperatuur wordt, wederom langzaam, opgevoerd naar 520 °C. Het blokje moet voorkomen dat de plaatjes ten opzichte van elkaar wegdrijven als het glassoldeer (weer) vloeibaar wordt. *zie figuur 4*

Als het geheel is afgekoeld zijn de mica-plaatjes zonder luchtinsluitingen op de glasplaatjes bevestigd. Dat moet ook omdat anders het splitsen van het mica, juist voor wat betreft de laag die met het glasplaatje is verbonden, niet goed verloopt. Er wordt dan geen glad mica-oppervlak verkregen, terwijl het



*Figuur 4* Het ontstaan van de combinatie van een met mica bedekt glasplaatje.

daar nu juist om is begonnen. Het splitsen van het mica gebeurt overigens met een luchtstroom die op de "kopse kant" van het mica-plaatje wordt gericht. Het mica dat rondom het glasplaatje nog iets uitsteekt is, zonder het mica-oppervlak te beschadigen, met fijne carborundum weg te slijpen.

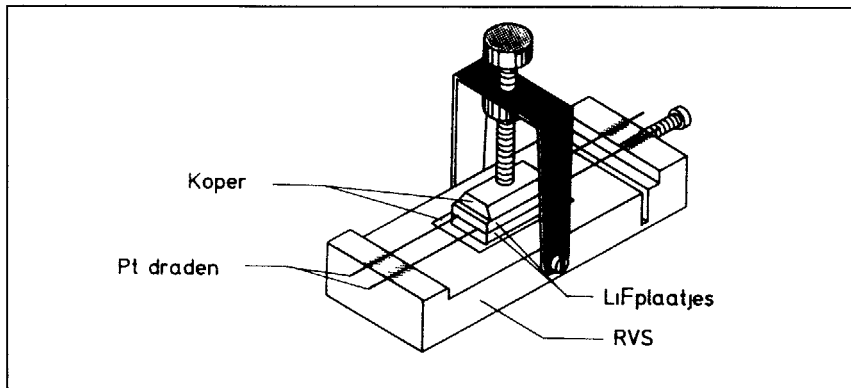
Om de slit te vervaardigen worden twee van de hierboven omschreven plaatjes, met de mica-oppervlakken naar elkaar toe gekeerd, met glassoldeer Schott nr. 8587 aan elkaar verbonden. De mica-oppervlakken worden door twee platina-draden van 0,15 mm, die onder enige trekspanning staan, op afstand gehouden. De opspanafel *figuur 1* wordt ook hier gebruikt. De functie van de platina-draden is enerzijds het op afstand houden van de plaatjes en anderzijds te voorkomen dat het glassoldeer, dat op de zijkant wordt aangebracht, tijdens het verhitten de spleet in zal lopen. De verkregen rechthoekige slit moet ook nu weer worden voorzien van een aan- en afvoerleiding, hetgeen wordt gerealiseerd zoals reeds bij de glazen slit is beschreven.

## De lithiumfluoride slit

Het maken van een lithiumfluoride slit vereiste een geheel andere aanpak. LiF heeft alleen met glas gemeen dat het doorzichtig is, de overige eigenschappen zijn totaal verschillend. De lineaire uitzettingscoëfficiënt is  $38 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ , de smeltemperatuur is 870 °C, het kristalrooster is kubusvormig en het materiaal is vrij zacht. Voorts is de temperatuurwisselbaarheid gering, zodat het materiaal voorzichtig behandeld dient te worden. De naar verhouding hoge uitzetting van LiF en de eerdergenoemde eisen aan de slit gesteld, maakten het onmogelijk de te maken verbindingen met glassoldeer te realiseren, zodat

gezocht moest worden naar andere mogelijkheden. Mede door een artikel van dr. B.J. Mulder van het Philips Natuurkundig Laboratorium verkregen we de nodige informatie om zelf de "soldeer" te kunnen maken. Een eutectisch mengsel van 91,7% loodfluoride ( $\text{PbF}_2$ ) en 8,3% LiF, beide in poedervorm, wordt in een kroes van zuurstofarm koper verhit, onder stikstof atmosfeer, tot 700 °C. (Voordat wordt verhit eerst hoogvacuum pompen en droge stikstof toelaten). Na afkoelen wordt het mengsel opnieuw fijngemalen tot poeder en met wat alcohol aangelengd tot een suspensie. Deze suspensie, die we eutec 1 noemen, wordt als "soldeer" gebruikt. Het heeft vrijwel dezelfde uitzettingscoëfficiënt als LiF en een smeltpunt van 687 °C. Door de gewichtsverhouding te wijzigen naar 95%  $\text{PbF}_2$  en 5% LiF en dit mengsel te behandelen als bovenomschreven, verkrijgen we eutec 2 dat een smeltpunt heeft van 600 °C.

Voor het maken van de soldeerverbindingen worden de (gekloofde) LiF-plaatjes (20 x 12 x 3) op een spantafel geplaatst. Deze is voorzien van een onderplaat van zuurstofarm koper en een koperen aandrukstuk, *zie figuur 5*. Platinadraad van 0,15 mm wordt ook nu weer als afstandsdraad gebruikt. Het eutec wordt op de lange zijden van de LiF-plaatjes aangebracht waarna het geheel in de oven wordt geplaatst. In tegenstelling tot bij "gewoon" glassoldeer moet het eutec absoluut vrij van zuurstof worden verhit. Daarom wordt eerst hoogvacuum gepompt en daarna stikstof ingelaten tot ca. 0,7 bar. Daarna wordt over een tijdsbestek van 5 uur verhit tot 687 °C. Na langzaam afkoelen beschikken we over twee LiF-plaatjes die, nauwkeurig gedimensioneerd, op 0,15 mm afstand zijn gefixeerd. De platina-draden worden op ca. 1 mm van de slit afgeknipt.

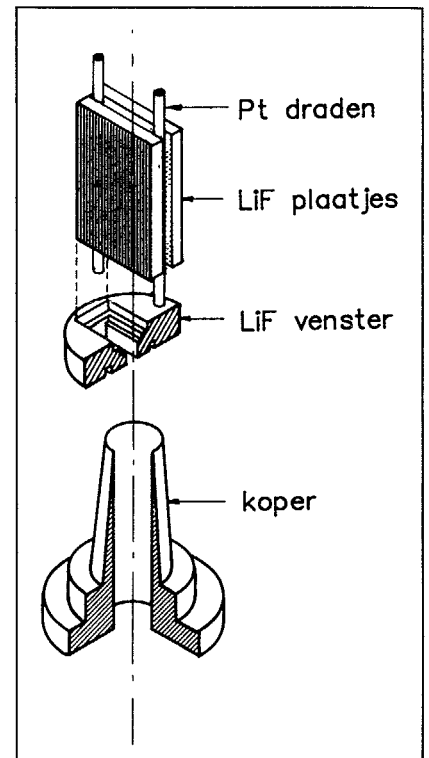


Figuur 5 Opspantafel met de samenstellende onderdelen voor een lithiumfluoride slit

De slit moet nu worden voorzien van aansluitingen om gassen te kunnen doorleiden

Een LiF-venster van  $\varnothing 16$  mm en 2 mm dik wordt ultrasoon zodanig bewerkt tot een doorsnede wordt verkregen zoals *figuur 6* laat zien. Een busje van zuurstofarm koper, dat aan de ene zijde is voorzien van een Conflatflens 16 cf, wordt in de groef die zich aan de onderzijde van het LiF-plaatje bevindt, gesoldeerd met eutec. We hebben gekozen voor zuurstofarm koper omdat het zich, met behulp van het eutec, goed met LiF laat verbinden. In de grootste kamer aan de bovenzijde van het LiF-venster worden nu de eerder

aan elkaar bevestigde LiF-plaatjes gesoldeerd. Zowel bij het solderen van het koper aan het LiF als bij het solderen van LiF aan LiF wordt, voordat wordt verhit, eerst hoogvacuum gepompt en daarna stikstof toegelaten. De nog uitstekende platina draden (aan de onderzijde) in combinatie met de tweede, iets kleinere kamer in het LiF, zorgen ervoor dat het eutec niet in de spleet van 0,15 mm kan opkruipen. Een slit, op deze wijze vervaardigd, is hoogvacuumdicht en bruikbaar van ca  $-200$  °C tot  $+500$  °C. Uit het oogpunt van veiligheid dient tot slot te worden opgemerkt, dat het werken met fluoriden met de nodige voorzichtigheid dient te gebeuren.



Figuur 6 De aansluitingen aan een lithiumfluoride slit

## Actueel

### Hoogtemperatuursolderen

Op dinsdag 28 november wijdt het Nederlands Instituut voor Lastechniek (NIL) in het Congresgebouw in Den Haag een voorlichtingsdag aan recente ontwikkelingen op dit terrein.

De dag wordt verzorgd door bedrijven en instellingen die in NIL-verband, met steun van EZ, samenwerken bij onderzoek en toepassing van deze techniek.

Solderen bij hoge temperatuur, in vacuüm of in een beschermgas, levert hoogwaardige verbindingen op. Voor een aantal producten zijn de voorbewerkingskosten echter nog te hoog, wat het toepassingsgebied beperkt. Behalve op kwaliteitsaspecten van het proces, is het gezamenlijke onderzoek dan ook vooral gericht op kostenverlaging. Men tracht die o.a. te bereiken door het optimaliseren van voorbehandelingen en door te zoeken naar mogelijkheden om te solderen met grotere spleetbreedten ("wide gap" solderen). Op deze punten is de laatste

jaren vooruitgang geboekt, waardoor het hoogtemperatuursolderen als "nieuwbouw-" en reparatietechniek aan betekenis wint. Zo heeft het hoogtemperatuursolderen zich o.a. ontwikkeld tot een betrouwbare methode om keramische- aan metalen-onderdelen te verbinden.

De NIL-voorlichtingsdag heeft het volgende programma:

- 9.30 Ontvangst, koffie
- 10.00 Opening door ir. P.N. Leering, directeur NIL
- 10.10 Onderzoekprogramma's hoogtemperatuursolderen in Nederland (deel 1)  
A.F. Neuteboom, J.A. van Wel, FOM-instituut voor Atoom- en Molecuulfysica, Amsterdam
- 10.20 "Wide gap" solderen van metaal/keramiek toegepast in vacuümschakelaars,  
dr.ir. H. Schellekens, Holec, Hengelo
- 10.50 Koffiepauze
- 11.20 Het vernikkelen en h.t.-solderen van gasturbinematerialen,  
ing. G.A. Kool, Nationaal Lucht- en Ruimtevaart Laboratorium, Emmeloord
- 11.50 Praktijkvoorbeelden van verbindingen tussen metaal en

keramiek en tussen superlegeringen,  
G. van Gulik, Nederlandse Philipsbedrijven BV, Eindhoven

- 12.20 Discussie
- 12.30 Lunch
- 14.00 "Wide gap" solderen van metalen; onderzoek en toepassing,  
ir. H.H. van der Sluis, ing. Th. de Haan LPI, Metaalinstituut TNO, Apeldoorn
- 14.30 Kwaliteitsbeoordeling van industrieel vervaardigde h.t.-soldeerverbindingen,  
ing. R. Peereboom, Vacuum Soldeer Centrum v.o.f. Diemen
- 15.00 Onderzoekprogramma's hoogtemperatuursolderen in Nederland (deel 2);  
A.F. Neuteboom, J.A. van Wel, FOM-instituut voor Atoom- en Molecuulfysica, Amsterdam
- 15.10 Discussie
- 15.55 Sluiting, ir. P.N. Leering, NIL
- 16.00 Aperitief.