

# Vensterafdichtingen voor optische metingen in cryogene apparatuur

Y.M.T. Rijskeveen en W.C. Bauer, Fijnmechanische afdeling Gorlaeus Laboratoria der Rijks Universiteit Leiden

**Optische metingen die verricht worden aan stoffen bij lage tot zeer lage temperaturen (1,5 K) vinden plaats in glazen of metalen cryostat-ten. Voor dergelijke metingen in metalen cryostat-ten zijn speciale vensterconstructies noodzakelijk, waarvan enkele uitvoeringen in het volgende zullen worden behandeld.**

Aangezien in de cryostaat een zeer lage temperatuur heerst die gehandhaafd moet blijven, en er buiten een isolatievacuum aanwezig is, moet de vensterbevestiging vacuumdicht zijn en bestand tegen vele malen snel afkoelen en weer opwarmen tot kamertemperatuur.

Beschreven worden een uitvoering voor metingen met ultraviolet licht waarbij het venster mechanisch wordt geklemd en drie uitvoeringen voor polarisatiemetingen waarbij het venster spanningsvrij moet zijn. Bij twee uitvoeringen hiervan is de vensterbevestiging door lijmen verkregen en bij de derde door de vacuümthermocompressiemethode. Vooral op deze laatste methode

wordt nader ingegaan; de fabricageopstelling die hiervoor is ontwikkeld wordt besproken.

In de tekeningen van de vier constructies is steeds de bovenzijde van het venster de vacuümzijde en de onderzijde in contact met vloeibare stikstof of helium.

Wat de afmetingen betreft kan ter informatie dienen dat de minimum vensterdiameter 10 mm moet bedragen, maar groter kan zijn afhankelijk van de constructie.

Gezien de hoge eisen die aan de constructie worden gesteld is het bijna vanzelfsprekend dat bij de montage steeds de uiterste reinheid in acht moet worden genomen.

## Vensterconstructie voor metingen met ultraviolet licht

Als het gaat om ultraviolet licht dan geeft figuur 1 een veel toegepaste constructie, die bestaat uit:

Pos. 1: cryostaatwand, roestvaststaal A.I.S.I. 304,

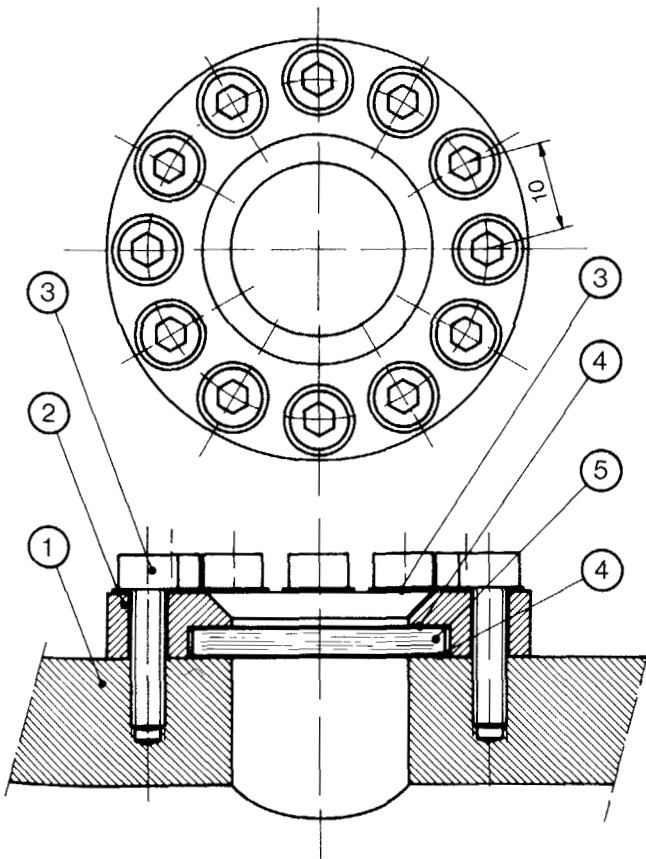
Pos. 2: venstervatting, 0,1 à 0,2 mm groter dan de diameter van het venster,

Pos. 3: inwendigzeskantbout M4, aantrekkoppel 100-120 Ncm,

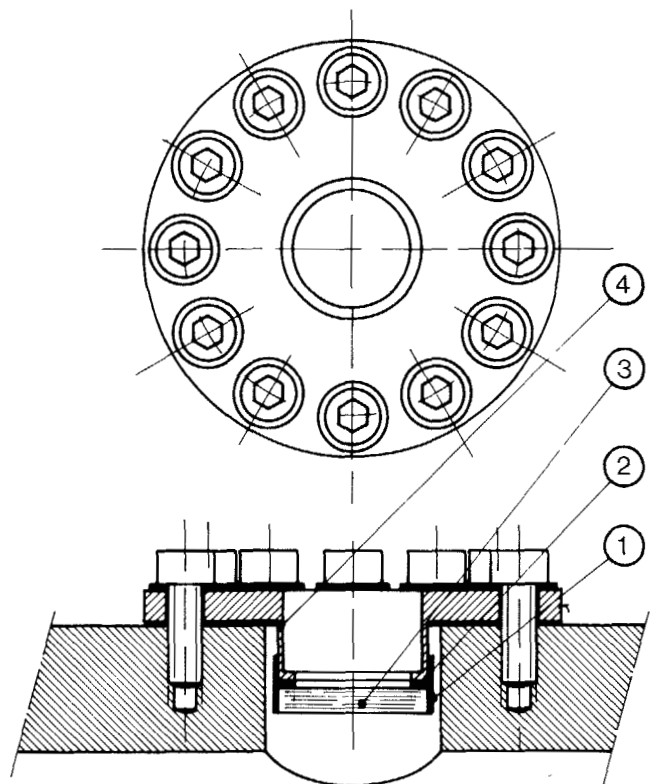
Pos. 4: indiumring van een zachte kwaliteit,  $\varnothing$  0,5 mm, overlappend gemonteerd,

Pos. 5: kwartsvenster, de dikte moet 0 tot 0,2 mm kleiner zijn dan de diepte van de vassing omdat het niet buiten de vassing mag uitsteken, boven- en ondervlak zijn gepolijst, de onevenwijdigheid mag maximaal 5' bedragen en de oppervlakte-afwijking 1 golflengte per cm (589 nm), de diameter is fijn geslepen,

Pos. 6: P.T.F.E.-ring, dikte 0,1 mm,



Figuur 1 Vensterconstructie voor optische metingen met ultraviolet licht



Figuur 2 Met tweecomponentenlijm gelijmd venster voor polarisatiemetingen

Pos. 7: schotelveer; deze dient om bij temperatuurwisselingen de verschillen in uitzettingscoëfficiënten enigszins op te vangen.

Het indium moet de tijd worden gegeven zich te zetten, na tien uur worden de bouten nagetrokken.

Voor bepaalde cryogene metingen blijken deze vensters niet geschikt omdat te grote restspanningen achterblijven.

### Vensterconstructies voor polarisatiemetingen

Moeten polarisatiemetingen plaats vinden bij cryogene temperaturen, b.v. 76 K, dan dienen de vensters spanningsvrij te zijn. De volgende drie vensterconstructies tonen op welke wijze dit is te verzeilen.

#### Gelijmde vensterconstructies

Figuur 2 geeft een oplossing waarbij het venster wordt gelijmd.

Pos. 1: mylarfolie van 15 µm gedrenkt in een tweecomponentenlijm, b.v. AY111-HY111 of AW 134-HY994 van CIBA-GEIGY of Scotchcast No. 8 van 3M, die wordt gewikkeld om het venster en de dunne wand van de flens,

Pos. 2: P.T.F.E.-ring,

Pos. 3: venster van kwarts,

Pos. 4: flens van titaan AIV64, Werkstoffnummer 37165. Mocht saffier een geschikt materiaal zijn dan is de combi-

natie met titaan uitstekend. De lineaire uitzettingscoëfficiënt van titaan is namelijk  $8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  en van saffier  $8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

De verlijming van het geheel is tamelijk omslachtig. Na herhaald afkoelen en opwarmen ontstaat echter vrij snel een vacuümlek.

Figuur 3 toont de constructie waarbij het venster is gelijmd met een in ultraviolet licht uithardende lijm, U.V. adhesieve 358 van VIBA.

Pos. 1: maximum spleetbreedte 0,05 mm; het prettigste werkt een lichtschuivende passing, dan is het venster vrij gemakkelijk te plaatsen. Na toevoegen van de lijm wordt deze uitgehard met ultraviolet licht met een golflengte van 420 nm,

Pos. 2: het venster van kwarts of saffier, dit moet nauwkeurig geslepen worden,

Pos. 3: titaanvatting met ten dele een wanddikte van 0,1 mm,

Pos. 4: indiumring  $\varnothing 0,5 \text{ mm}$ . Het vervaardigen van deze vatting is erg arbeidsintensief.

Polarisatiemetingen kunnen hiermede zonder problemen uitgevoerd worden.

#### Nieuwe vensterconstructie met thermocompressieverbinding

Binnen ons instituut is een geheel nieuwe venstervatting ontwikkeld, die in het

nu volgende gedeelte beschreven zal worden. Het venster moet behalve aan reeds eerder genoemde eisen – spanningsvrij zijn, vacuümdichte cryogene bevestiging geven, spanningsvrij te monteren – ook schadevrij te demontieren zijn voor hergebruik. De thermocompressie verbindingstechniek is hiervoor toegepast.

Met deze techniek is het mogelijk met een verbindingmetaal bij een relatief lage temperatuur, terwijl tegelijkertijd een bepaalde aandrukkracht wordt uitgeoefend, metalen en niet-metalen (ook onderling) aan elkaar te bevestigen. Om oxydatie te voorkomen vindt het proces onder vacuum plaats.

In dit geval wordt kwarts met behulp van indium bij circa 140°C aan titaan verbonden.

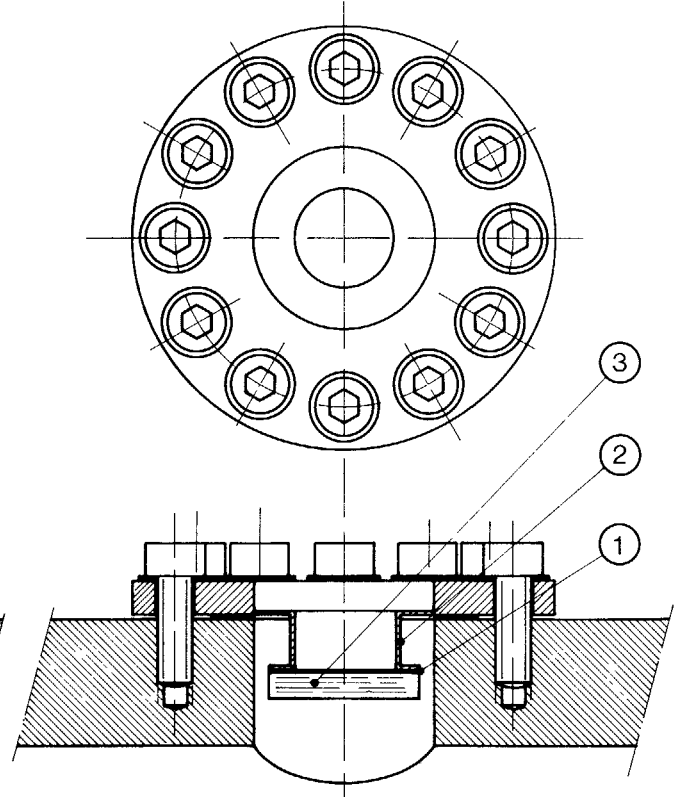
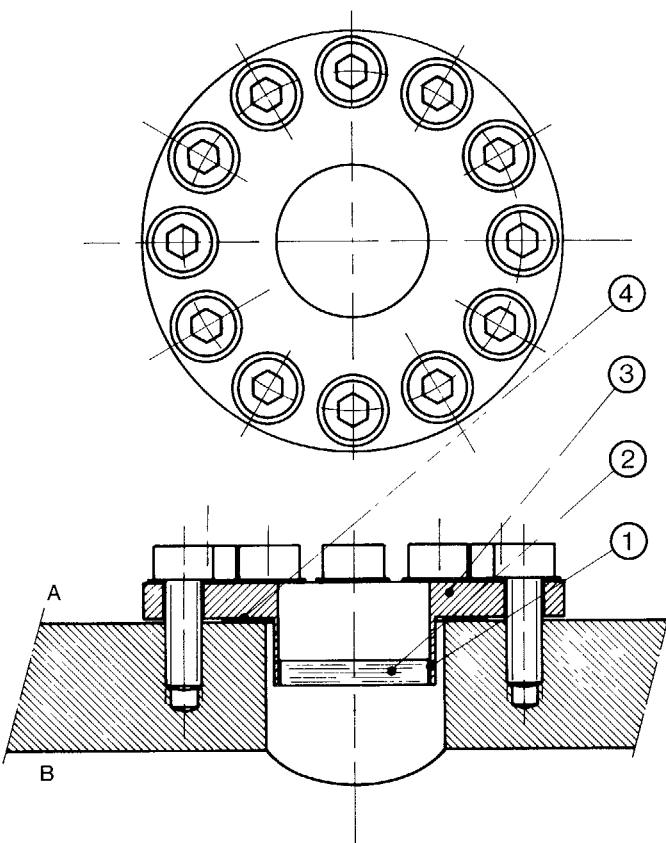
In figuur 4 is de ontwikkelde vensterconstructie weergegeven:

Pos. 1: de verbinding van kwarts aan titaan met indium verkregen door thermocompressie,

Pos. 2: titaanvatting,

Pos. 3: het venster van kwarts of saffier. Het geheel is voor hergebruik vrij eenvoudig in orde te maken. Het venster is spanningsvrij bij 76 K en toepasbaar tot < 4,2 K.

Het blijkt zeer geschikt voor polarisatiemetingen en voldoet dan ook aan alle eisen en verwachtingen.



Figuur 3 Met in ultraviolet licht uithardende lijm gelijmd venster voor polarisatiemetingen

Figuur 4 Vensterconstructie waarbij het venster bevestigd is met behulp van de vacuum-thermo-compressiemethode

### Vorbereiding van de thermocompressieverbinding

Het *indium* dat als verbindingsmetaal wordt gebruikt tussen het kwartsvenster en de titaanvatting bestaat uit een aaneengesloten ring, die wordt gevormd in een vacuümoven bij een temperatuur van circa 160°C en een druk van  $> 10^{-2}$  Torr (1 Torr = 1,33 mbar). Vervolgens wordt het indium gereinigd; hoe schoner het oppervlak, des te beter is de hechting. Indium van  $\varnothing$  1 mm en een reinheid van 99,99% is gebruikt. Vingercontact en oxydatie moeten vermeden worden.

Het *kwarts* moet vetvrij en schoon zijn, des te beter is de bevochtiging met het indium.

De wanddikte en de dikte van de bevestigingsrand van de vassing liggen tussen 0,2 en 0,5 mm. Het bevestigingsvlak heeft een oppervlakteruwheid van 0,4 Ra. Scherpe overgangen in dit vlak moeten vermeden worden.

Het kwarts en het titaan worden gereinigd door uitstoken in een vacuümoven bij een temperatuur van circa 150°C gedurende ongeveer 30 minuten.

### De fabricage-opstelling voor de verbinding

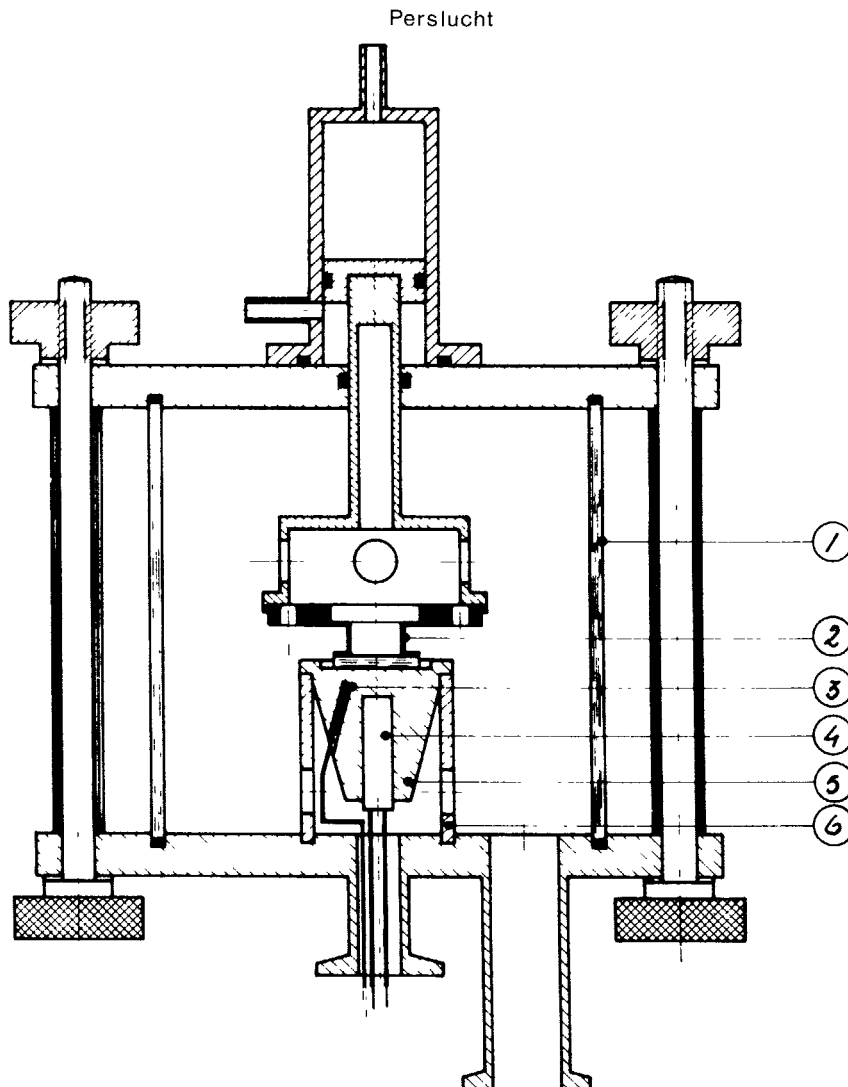
De gebruikte fabricage-opstelling, zie figuur 5, bestaat uit een pyrexbuis (pos. 1), afgedicht tegen een boven- en een onderflens die door bouten naar elkaar toe worden getrokken, zodat een klok ontstaat.

Op de bovenflens is een persluchtclinder gemonteerd, waarvan de speciaal gevormde zuigerstang door de flens kan bewegen.

De onderflens draagt een isolator van  $Al_2O_3$  (pos. 6) waarin een verwarmingsblok (pos. 5) van zuurstofvrij koper (OFMC-koper) is geplaatst met erin aangebracht een verwarmingselement (pos. 4) en een thermokoppel pos. 3). Verder heeft de onderflens een doorvoer voor de bedrading en een spuitstuk voor het vacuümtrekken van de klok; het vacuüm ligt tussen  $10^{-3}$  en  $10^{-4}$  Torr.

De venstervatting en het eraan te verbinden venster (pos. 2) worden op het verwarmingsblok geplaatst. De zuigerstang kan nu deze beide onderdelen en de ertussen geplaatste indiumring samendrukken nadat het geheel verwarmd is.

Om goede resultaten te bereiken is wel een flinke dosis procesbeheersing nodig. Zo moet de temperatuur goed gecontroleerd kunnen worden en moet de persluchtdruk goed beheersbaar zijn. Verder is het noodzakelijk dat stofarm gewerkt wordt bij het monteren.



Figuur 5 Fabricage-opstelling ontwikkeld voor de vensterbevestiging met de vacuüthermocompressiemethode.

### Het verloop van het verbinden

De onderdelen worden in de klok samengesteld, waarna wordt afgepompt tot een druk van  $10^{-3}$  Torr. Door de atmosferische druk zal het aandruklichaam van de speciale zuigerstang licht tegen de vassing drukken, waardoor het contact tussen titaan, indium en kwarts tot stand wordt gebracht. Vervolgens wordt de verwarming aangezet; als de gewenste temperatuur is bereikt, circa 140°C, zal deze ongeveer 3 uur gehandhaafd moeten blijven. Dit is nodig om zowel venster, indium en titaan dezelfde temperatuur aan te laten nemen. Na deze handeling wordt op de zuiger een druk uitgeoefend van 1,5 bar overdruk gedurende circa 5 min.

Het smeltpunt van het indium wordt niet bereikt, zodat het wegpersen ervan wordt voorkomen. De spleet zal nu gevuld zijn met een laagje van 0,3 à 0,4 mm indium. Vervolgens worden verwarming en overdruk gelijktijdig afgezet; het vacuüm blijft gehandhaafd tot de kamertemperatuur is bereikt.

### Naschrift

Inmiddels is gebleken dat met de beschreven techniek en fabricageopstelling met succes ook andere metalen, glazen en keramische materialen volgens deze methode verbonden kunnen worden.

### Literatuur

P.T. Werktuigbouw, 1980, no. 8