

Verbindingstechnieken voor ultra-hoogvacuumsystemen

J. v. Esdonk Philips Natuurkundig Laboratorium Eindhoven,

In een elektronenbuizenindustrie neemt het verbinden van metaal met metaal en metaal met niet-metaal door middel van solderen een belangrijke plaats in. De soldeer-verbindingen die gebruikt kunnen worden voor het verbinden van vacuumcomponenten, alsmede voor het maken van vacuumdichte omhullingen, vragen hierbij speciale aandacht. Zo is het gebruik van vloeimiddelen bij het solderen van metalen onderdelen voor vacuumsystemen niet toelaatbaar. Vloeimiddelen bevatten in het algemeen componenten met hoge dampspanningen die bovendien veelal chemisch agressief zijn. Na het solderen zijn zij zeer moeilijk van de gesoldeerde onderdelen te verwijderen. Na de 2e wereldoorlog zijn verschillende methodes ontwikkeld om fluxvrij te kunnen solderen door zuurstof uit de omgeving van het te solderen werkstuk weg te houden. Dit kan gebeuren door het solderen in een reducerend of inert gas uit te voeren, of - speciaal de laatste jaren - in vacuum.(1)

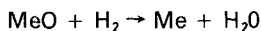
Technieken die tegenwoordig veel worden toegepast zijn:

1. Metaal-metaal verbindingen:
 - 1:1. Hoogfrequent solderen
 - 1:2. Solderen in een oven (reducerend of inert gas)
 - 1:3. Vacuumsolderen
2. Keramiek-metaal verbindingen
 - 2:1. Metalliseren en solderen
 - 2:2. Verbinden met behulp van smeltkeramiek
 - 2:3. Thermocompressieverbindingen
3. Combinatie van technieken

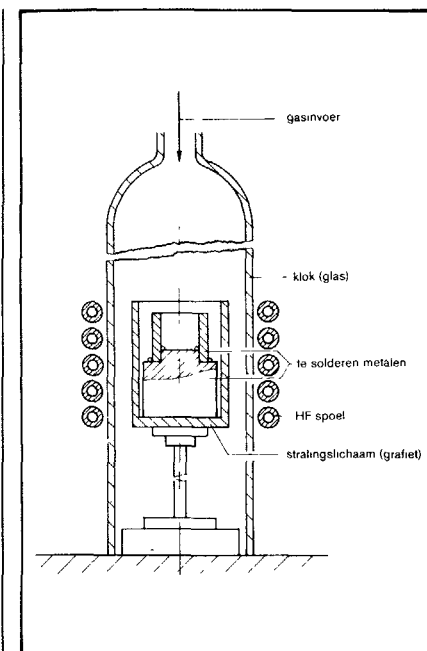
1. Metaal-metaal verbindingen

1:1. Hoogfrequent solderen (inductief verhitten)

Bij deze methode wordt het werkstuk in een wisselend magneetveld van een inductiespoel gebracht waardoor een stroom in het werkstuk geïnduceerd wordt (zie fig. 1). De aanwezige oxyden kunnen worden verwijderd onder doorstroming van een reducerend gas volgens:



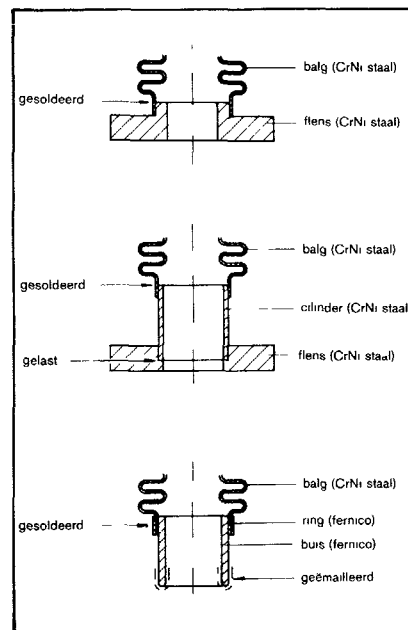
Deze reductiereactie kan bij een gegeven temperatuur verlopen indien de hoeveelheid waterdamp in de waterstof een zekere waarde niet overschrijdt. Het is aan te bevelen om het reducerende gas voor de verhitting van het werkstuk al enige tijd door de omhullende ballon te voeren. Het hoogfrequent solderen in een reducerend gas wordt in het algemeen toege-



Figuur 1 Opstelling voor H F solderen

past voor het solderen van metalen onderdelen van kleine afmetingen. Het is een bijzonder snelle methode om zonder gebruik van vloeimiddelen vacuumdichte soldeerverbindingen te maken. Voor het solderen van grote werkstukken levert de ongelijkmatigheid van H.F. verhitting dikwijls problemen op. Dit kan nog enigszins ondervangen worden door het aanbrengen van stralingsschermen om het te solderen werkstuk (indirecte verhitting) maar ook dan stuit men bij niet symmetrische delen op problemen.

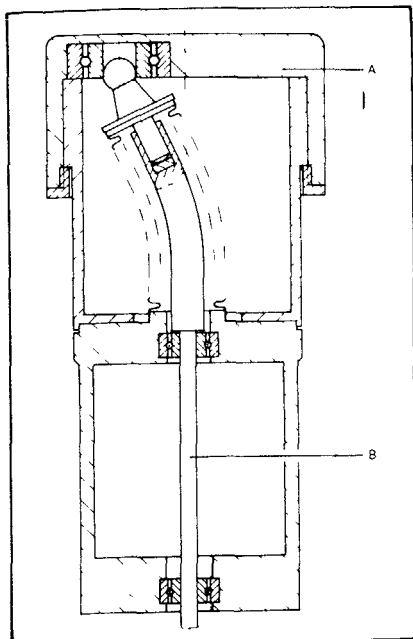
Enkele voorbeelden van H.F. gesoldeerde verbindingen zijn te zien in fig. 2. Hier-



Figuur 2 H F Soldeerverbindingen

bij zijn CrNi stalen balgen met AuCuNi gesoldeerd aan respectievelijk een CrNi stalen flens, een CrNi stalen cilinder die later argon arc in een flens gelast wordt en een ferricobuis waaraan na het solderen nog glas gesmolten kan worden.

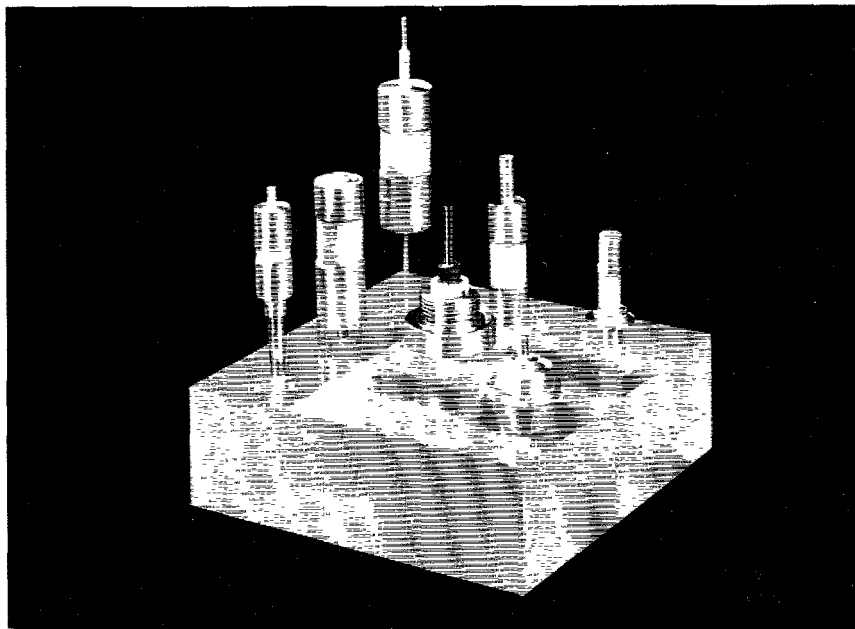
Fig. 3 geeft een toepassing van een dergelijke verbinding. Deze figuur toont een bewegingsmechaniek dat wordt toegepast om van buiten de omhulling componenten in een vacuumomhulling te kunnen verplaatsen. Door rotatie van de buitentcilinder A wordt aan de as B een draaiende beweging gegeven waardoor een preparaat dat aan de as B is beves-



Figuur 3 Bewegingsmechaniek

tijd in elke gewenste stand kan worden gebracht. Met technische ingrepen kan deze draaiende beweging binnen de vacuumomhulling in een rechte lijn of een combinatie van beide worden omgezet.

Het blijkt mogelijk om op deze wijze alle gewenste variaties in beweging binnen vacuumomhullingen te realiseren.



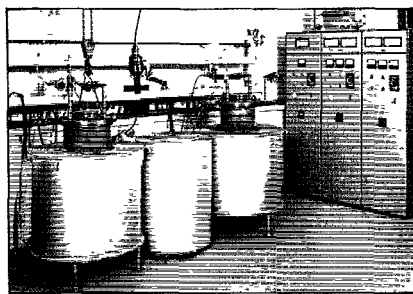
Figuur 4 H.F. gesoldeerde Al_2O_3 metaalverbindingen

Fig. 4 geeft een aantal keramiek-metaal verbindingen die HF gesoldeerd zijn. Er is hierbij uitgegaan van gemetalliseerd keramiek waarop in hoofdstuk 2:1 zal worden ingegaan.

1:2. Solderen in een oven onder atmosferische druk

Zoals reeds in de voorgaande paragraaf is vermeld, blijkt het hoogfrequent verhitten minder geschikt te zijn voor het solderen van grotere en niet symmetrische werkstukken.

Tevens is bij het solderen van een grotere massa van keramiek de kans op sprong door een te snelle verwarming groot. Hierdoor is het gewenst om een gedefinieerde opwarmingsnelheid te realiseren. Daarvoor kan van een speciale oven gebruik worden gemaakt waarin in een reducerend of neutraal gas gesoldeerd kan worden (fig. 5). Het soldeervat is hierbij



Figuur 5 Oveninstallatie voor het reducerend solderen

uitgevoerd in CrNi staal en verbonden met een vacuumleiding en diverse gasleidingen, zodat na enkele malen evacueren en spoelen met het te gebruiken gas,

een zuurstof- en watervrije atmosfeer verkregen wordt. Het toegevoerde gas wordt, indien het waterstofhoudend is, door een Pd catalysator gevoerd om zuurstof om te zetten in water en door met fosforpentoxide gevulde cilinders geleid om het te drogen waardoor een dauwpunt van $< -72^\circ C$ of lager bereikt

wordt. Dit lage dauwpunt is vooral noodzakelijk bij het solderen van CrNi staal. Enkele toepassingen van ovensolderen vindt men in de figuren 6-7-8 en 9. In fig. 6 zijn de Ni elektroden op de doorvoerpennen binnen de omhulling gesoldeerd met AgCu. H.F. verhitten zou in dit geval door de plaats van het solderen tot grote moeilijkheden geleid hebben. Fig. 7 toont een verbinding van CrNi stalen balgen met CrNi stalen flenzen van een diameter van $\varnothing 180$ mm, gesoldeerd met AuCuNi. H.F. verhitting zou in dit geval een zeer groot vermogen eisen. In fig. 8 ziet u een asymmetrisch werkstuk van Cu waarbij ongeveer 100 soldeernaden via 3 soldeerprocessen met AgCu gesoldeerd zijn. Er is gesoldeerd bij temperaturen van respectievelijk $860^\circ C$, $830^\circ C$ en $800^\circ C$. Tijdens het solderen bij $860^\circ C$ en $830^\circ C$ is zoveel Cu uit het basismateriaal in het eutectisch Ag-Cu opgelost dat de verbindingen hierbij gemaakt, vacuumdicht en gepositioneerd blijven bij de volgende processen van respectievelijk $830^\circ C$ en $800^\circ C$.

In fig. 9 zijn in een oven gesoldeerde keramiekmetaalverbindingen weergegeven die door hun afmeting, de grote massa van keramiek of de plaats van solderen moeilijk H.F. te solderen zijn.

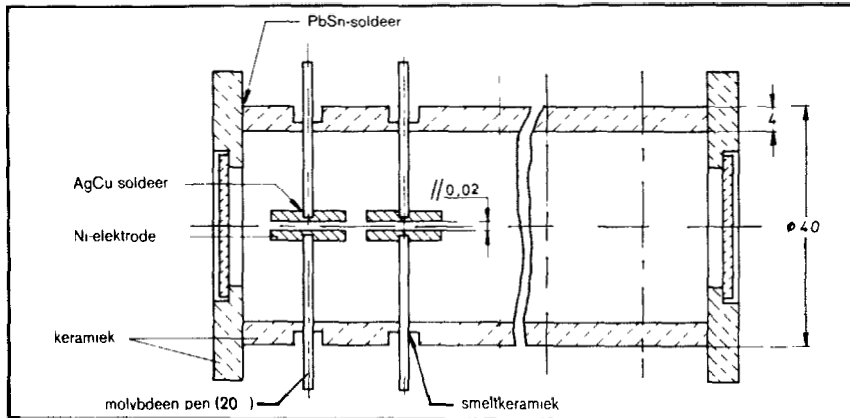
1:3. Vacuumsolderen

Vacuumsolderen kan men toepassen bij:

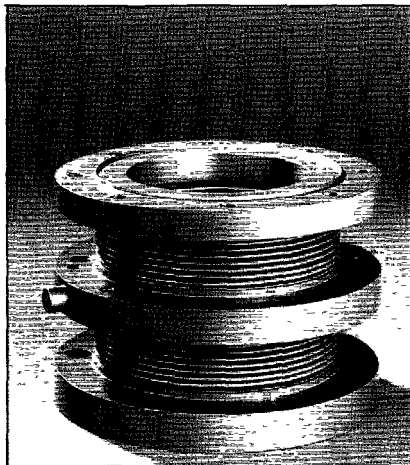
- Metalen zoals Ti, Ta, Nb en Cu (niet zuurstofvrij) die bij het solderen in een reducerende atmosfeer erg bros worden of de zgn. waterstofziekte vertonen
- Chromnikkelstaal, dat afhankelijk van de hoeveelheid toegevoegde componenten Nb en Ti, soms oxydatieverschijnselen vertoont bij het solderen in een reducerende atmosfeer.
- Verbindingen die geen gasinluitsels mogen hebben, zoals bij het solderen van grote vlakken (bijv. sputtertargets) waarbij gasinluitsels tussen trefplaat en koelsysteem desastreuze gevolgen kunnen hebben (2).
- Alle andere soldeernaden waarbij men er zeker van wil zijn dat er geen gasinluitsels aan de binnenzijde van de vacuumomhulling in de soldeernaad voorkomen.

Voor het solderen in vacuüm moet er nauwlettend op worden toegezien welke soldeersoorten die elementen met hoge dampspanningen bevatten, kunnen een vacuumoven dermate vervuilen dat de gebruikte elementen later als ongewenste verontreinigingen in andere soldeerverbindingen worden aangetroffen.

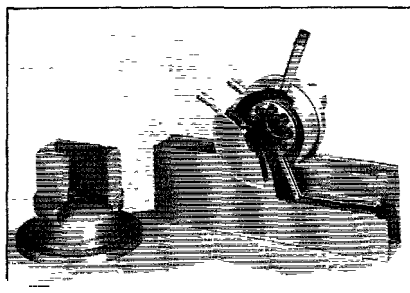
Een voorbeeld van een in vacuüm gesoldeerd product is weergegeven in fig. 10.



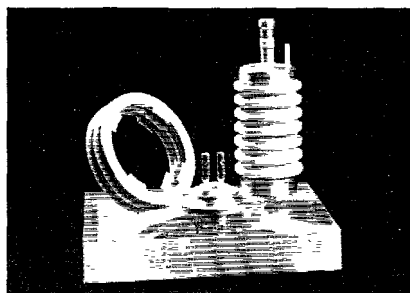
Figuur 6 Combinatie van smeltkeramiek en metaal-soldeerverbindingen



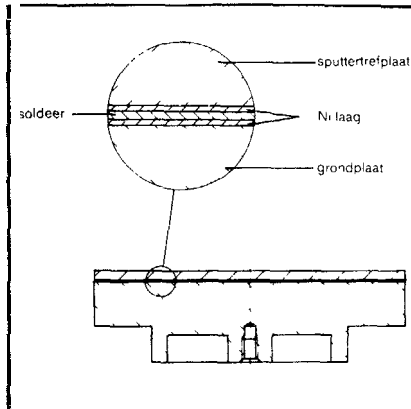
Figuur 7 CrNi stalen balgen met CrNi stalen flenzen gesoldeerd in H₂



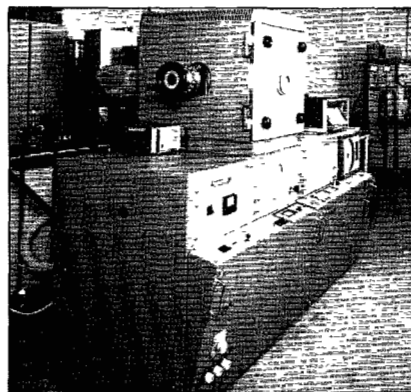
Figuur 8 Asymmetrisch werkstuk met 100 soldeernaden, gesoldeerd met AgCu op respectievelijk 860°C, 830°C en 800°C (afm ≈ 400 x 150 mm)



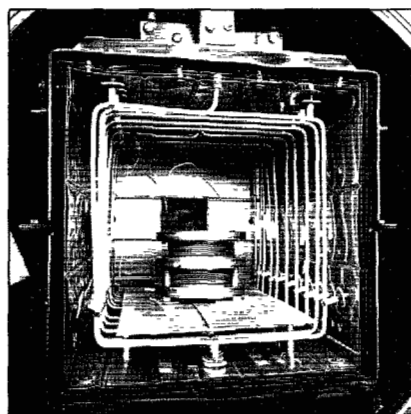
Figuur 9 Keramiek-metaalverbindingen van grote afmetingen (Ø 120 mm) of grote wanddikte (≈ 20 mm)



Figuur 10 Gesoldeerd sputtertarget op koelsysteem



Figuur 10a Vacuum soldeerininstallatie



Figuur 10b Inwendige van vacuum soldeeroven

Een sputtertarget is hierbij gesoldeerd op een koelplaat Fig 10a geeft een vacuumsoldeerininstallatie weer voor temperaturen tot 1600°C en drukken tot 10⁻⁵ torr* en fig 10b laat het inwendige van deze oven zien

2. Keramiek-metaal verbindingen

2:1. Metalliseren en solderen

Omdat men in de ultra-hoogvacuumtechniek in het algemeen gebruik maakt van Al₂O₃ keramiek met 96-98% zuiverheid zullen we ons hiertoe beperken. Waar verder over keramiek wordt gesproken wordt Al₂O₃ bedoeld. In die gevallen waar keramiek met een hoge zuiverheid geëist wordt, moet men andere metalliseringsmaterialen gebruiken dan hierna worden beschreven. (3) De methode van metalliseren en solderen is dezelfde als die nu besproken wordt.

Voorbehandeling van keramiek

Hoewel de laatste jaren de kwaliteit van het keramiek uiterst betrouwbaar is, verdient het toch aanbeveling om het uitgangsmateriaal op haarscheuren te controleren. Dit kan zeer eenvoudig visueel gebeuren, door het materiaal in inkt te dompelen en daarna te spoelen in water. Na het spoelen zal de inkt in eventueel aanwezige haarscheurtjes achterblijven. Voor het metalliseren wordt het keramiek zorgvuldig gereinigd.

Voor de metallisering van keramiek (96-98%) wordt over het algemeen een poedermengsel van 4 gewichtsdelen molybdeen en 1 deel mangaan gebruikt. Met nitrocellulose + butylacetaat maakt men van dit mengsel een dunne pasta die men met een penseel op de gewenste plaats op het keramiek aanbrengt.

Na drogen wordt de laag gedurende 45 minuten gestookt bij 1400°C in een reducerend gas (H₂/N₂). Als een nikkelhoudende solder gebruikt wordt, kan rechtstreeks op de ingestookte MoMn laag gesoldeerd worden. Nikkelhoudende solderen zijn echter over het algemeen niet erg ductiel, zodat meestal wordt overgegaan op AgCu (eutectisch) of zuiver Ag. In dit geval moet echter de ingestookte metalliseerlaag, om een goede bevochtiging te verkrijgen, worden voorzien van een electrochemisch aangebrachte nikkellaag (laagdikte ≈ 10 μm).

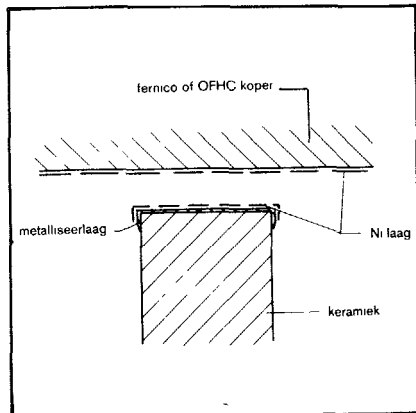
Voorbehandeling metaal

In het algemeen wordt het gemetalliseerde keramiek aan fernico gesoldeerd we-

* 1 torr = 133,322 Pascal

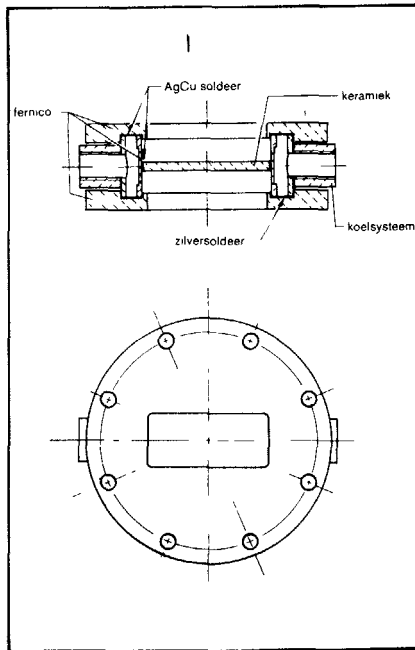
gens de geringe uitzettingsverschillen tussen ferrico en keramiek. Bij het gebruik van metalen die veel meer of minder uitzetten dan keramiek, moeten vaak speciale maatregelen getroffen worden. In de loop van dit artikel wordt hierop nog nader ingegaan. Het ferrico onderdeel ondergaat de volgende behandelingen:

- a. ruwen van het oppervlak door poederstralen,
 - b. stoken in reducerende atmosfeer bij 850°C gedurende 10 min.
 - c. afhankelijk van het te gebruiken soldeer, al dan niet galvanisch vernikkelen (zie voorbehandeling keramiek).
- In figuur 11 zijn de aldus behandelde delen nog eens schematisch weergegeven.

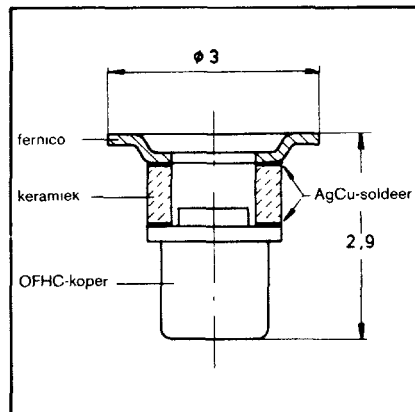


Figuur 11 Schematische weergave van voorbehandeld keramiek en metaal

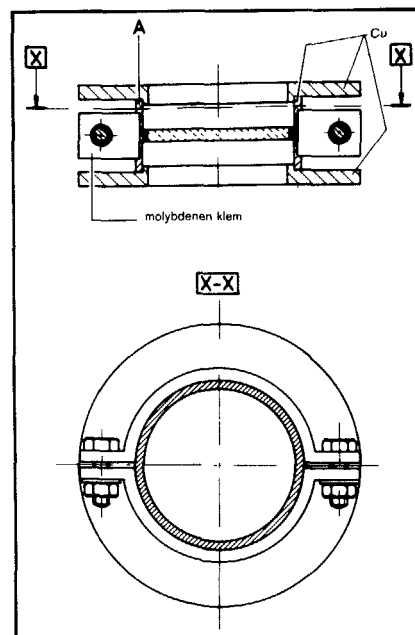
Bij het solderen verdient het aanbeveling om de metalen delen (ferrico) vanwege de iets grotere uitzetting dan keramiek aan de buitenzijde te plaatsen (fig. 12) waardoor na het afkoelen het keramiek op druk wordt belast. Naast de reeds genoemde keramiek-metaalverbindingen van fig. 4 en fig. 9 die respectievelijk H.F. en ovengesoldeerd zijn, zien we nog enkele voorbeelden in fig. 12-13 en 14. Bij het voorbeeld in fig. 12 is een keramiek venster van 90 mm diameter gesoldeerd in een ferrico cilinder. Tegelijk met het venster is de bovenflens gesoldeerd met AgCu ($T_s = 780^\circ\text{C}$). De andere soldeer-verbindingen zijn vooraf met Ag ($T_s = 960^\circ\text{C}$) gesoldeerd. Dezelfde systemen zijn ook uitgevoerd in Cu in plaats van ferrico. Wegens de grote uitzetting van Cu wordt hierbij een molybdeen hulpstuk rondom de cilinder A geplaatst (zie fig. 14) om de soldeertemperatuur (800°C) op de gewenste grootte te houden. Bij de genoemde Cu uitvoering is het koelsysteem achterwege gelaten. Het voorbeeld van fig. 13 toont een kopse verbinding die bij uitzettingsverschillen op afschuiving wordt



Figuur 12 Drukvenster



Figuur 13 Montagevoet (kopse verbinding)



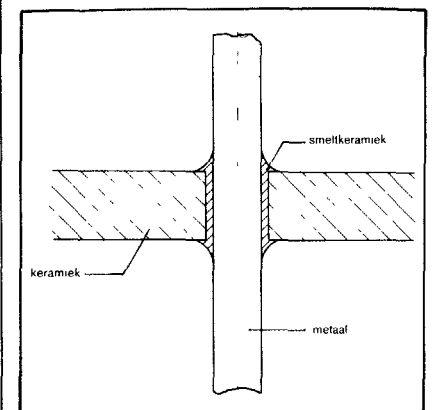
Figuur 14 Drukvenster in koperen omhulling

belast. Bij kopse verbindingen is een ductiel soldeer dan ook aan te bevelen. In fig. 9 is de meest links getoonde keramiek-metaalverbinding eveneens kops uitgevoerd. Het betreft hier een keramiek-ferrico verbinding gesoldeerd met Ag ($T_s = 960^\circ\text{C}$).

2.2. Verbinden met behulp van smeltkeramiek

Een smeltkeramiekverbinding wordt over het algemeen toegepast voor doorvoeren van pennen in keramiek en bij kleine omhullende keramiek-metaalverbindingen. Er zijn diverse soorten smeltkeramieken (4), deze worden verdund met nitrocellulose + butylacetaat, met behulp van een penseel op de gewenste plaats aangebracht. De voorbehandelingen van het metaal en de keramiek zijn gelijk aan die van gemetalliseerde verbindingen. De verbindingstemperatuur is 1300°C. Na het maken van de verbinding is herverhitting tot 850°C goed mogelijk. Dit betekent dat op andere plaatsen van het werkstuk nog met AgCu (800°C) gesoldeerd kan worden. Als doorvoermateriaal voor pendoorvoeren wordt in het algemeen molybdeen gebruikt. Tot pendiktes van 1,5 mm treden geen moeilijkheden op. Ook is het mogelijk om dunwandige molybdeen busjes in te smelten (wanddikte 0,1 tot 0,2 mm). Tot een buisdiameter van 4 mm zijn de resultaten gunstig gebleken. Naast de diameters van de pen of de diameter van de bus moet tevens in verband met uitzettingsverschillen tussen molybdeen en keramiek op de lengte van insmelten worden gelet.

Een insmeltlengte van 2 mm blijkt geschikt. Bij grotere wanddikte is het aan te bevelen om deze ter plaatse van de insmelting te reduceren tot 2 mm (fig. 6). Fig. 15 geeft een schematische weergave van een pendoorvoer. Enkele voorbeelden van met smeltkera-



Figuur 15 Schematische weergave van pendoorvoer met smeltkeramiek

mieken gemaakte verbindingen zijn weergegeven in fig. 16-17 en 18.

Fig 16 toont een aantal pendoorvoeren en daarnaast enige omsluitende buisverbindingen

Fig 17 geeft een combinatie van smeltkeramiek met een gemetalliseerde, gesoldeerde keramiek-metaal verbinding weer. In dit geval wordt de metalliseerlaag aangebracht vóór het maken van de smeltkeramiekverbinding.

Fig 18 geeft een verbinding voor het aansluiten van een thermocoax verwarmingskabel. Ook hierbij wordt na het maken van de verbinding met smeltkeramiek met AgCu (800°C) gesoldeerd, en wel om de kern, respectievelijk buitenmantel van de thermocoaxkabel met de 2 geïsoleerde bussen A en B te verbinden.

2:3. Thermo-compressie-verbindingen

De thermo-compressieverbinding is een techniek die vooral de laatste 5 jaar toepassing vindt.(5) In het algemeen werd deze methode van verbinden in eerste instantie gebruikt voor het verbinden van isolatoren, b.v. keramiek en glas. De laatste jaren echter wordt deze techniek ook toegepast voor het maken van keramiek-metaal verbindingen. Een goede vacuumdichte verbinding kan gemaakt worden op een wijze zoals schematisch is weergegeven in fig. 19. Hierbij moeten de volgende punten in acht worden genomen:

- voorbereiding keramiek (zie 1:1).
- voorbereiding van het verbindingsmateriaal: reduceren bij een temperatuur die afhankelijk is van het toegepaste metaal.

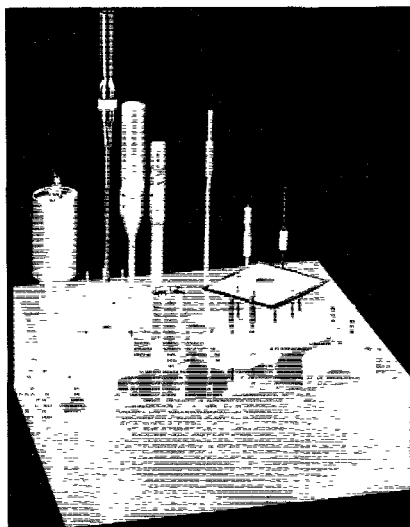
- verbindingstemperatuur : ca. 90% van het smeltpunt van het verbindingsmateriaal

- de vereiste druk tijdens het verbinden hangt sterk af van de hardheid en van de eventuele aanwezigheid van een oxydehuid op het tussenmateriaal. Deze druk (gemeten na deformatie van het tussenmateriaal ligt tussen 10 en 250 kg/cm²).
- atmosfeer . reducerend, neutraal gas of lucht afhankelijk van het verbindingsmateriaal.

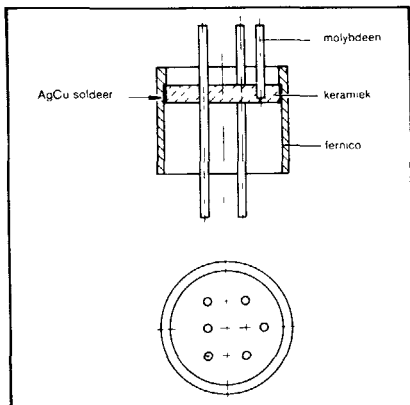
- verbindingstijd : over het algemeen wordt een tijd van 2 min. aangehouden maar het mag ook veel korter zijn.

Als tussenmateriaal wordt in veel gevallen Al gebruikt doch ook met Pb, Cu, Pt, Fe en Ni zijn reproduceerbaar vacuumdichte verbindingen te realiseren.

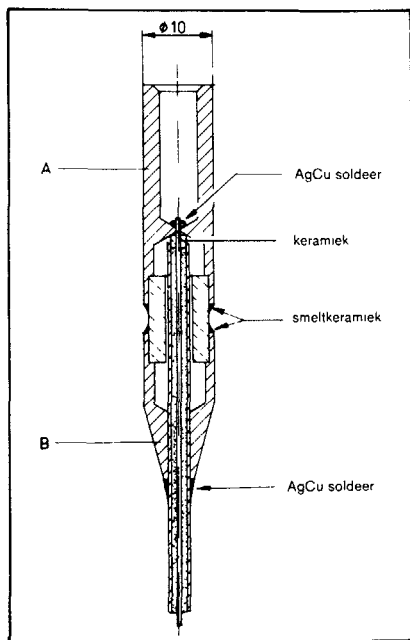
In fig. 20 wordt de opstelling voor het maken van deze verbindingen schematisch weergegeven en fig 21 geeft de opstelling in werkelijkheid weer. Enkele voorbeelden van deze verbinding zijn



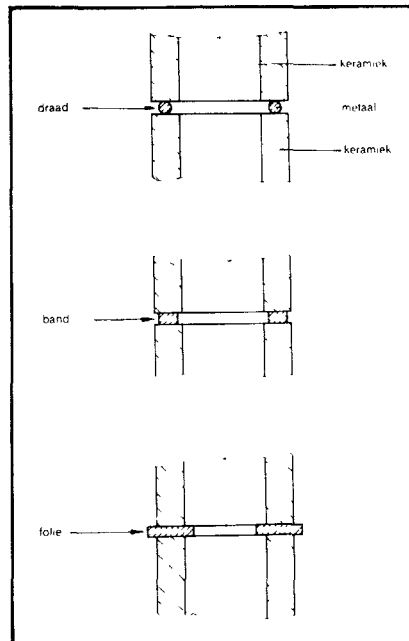
Figuur 16 Verbindingen met smeltkeramiek



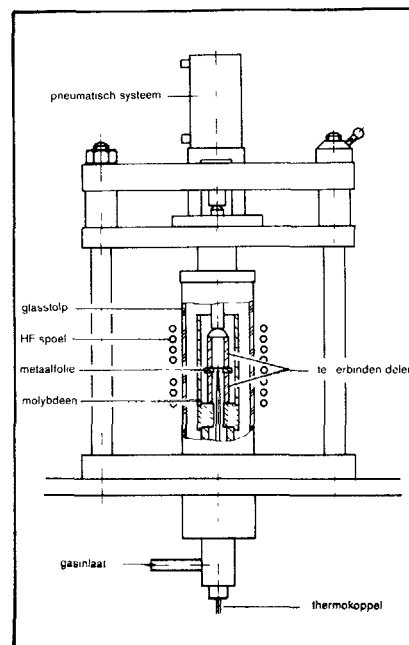
Figuur 17 Pendoorvoeren door middel van smeltkeramiek in combinatie met gesoldeerde metalliseerverbinding



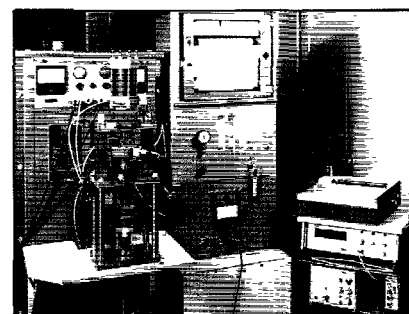
Figuur 18 Aansluitstuk thermocoax kabel



Figuur 19 Uitgangssituatie van thermo-compressieverbindingen



Figuur 20 Thermocompressie opstelling (schematisch)



Figuur 21 Thermocompressie opstelling

weergegeven in de figuren 22-23-24
 Fig 22 toont een geïsoleerde doorvoer.
 Hierbij zijn 2 metalen delen (aluminium)
 verbonden met een tussenliggende kera-
 miek isolatiering. De toegepaste druk be-
 droeg 90 kg/cm², de temperatuur
 590°C, de tijd kan worden gevarieerd
 tussen 2 minuten en 100 µsec waarbij va-
 cuumdichte verbindingen worden ver-
 kregen Fig. 23 toont een verbinding tus-
 sen saffier en kwarts via Al en in fig. 24 is
 een verbinding van een kwarts venster
 via aluminium aan fernico weergegeven.
 Via een dunwandige fernico bus, gelast
 in een CrNi-staal flens, kan deze verbin-
 ding ondanks de grote uitzettingsver-
 schillen tussen fernico en kwarts tempe-
 ratuurschommelingen van 20-250°C
 goed weerstaan.

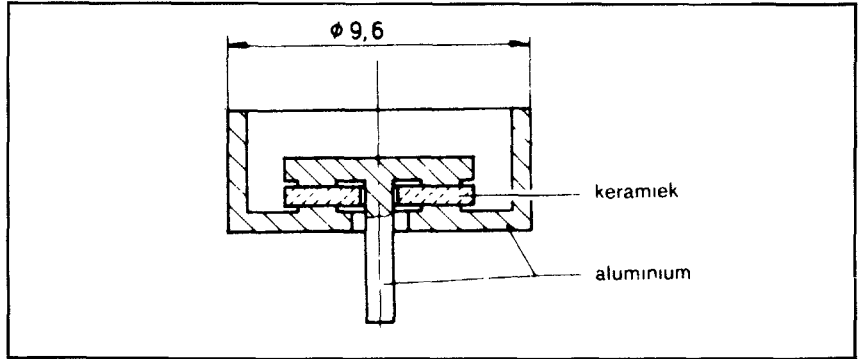
3. Combinatie van technieken

In fig. 25 is een mogelijkheid van combi-
 natie van de verschillende besproken
 technieken aangegeven

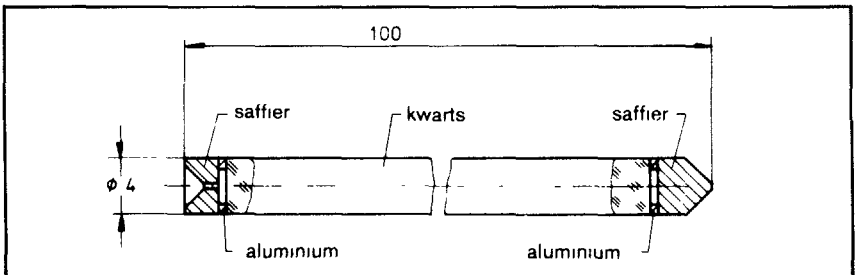
Men ziet hierbij achtereenvolgens van
 beneden naar boven een argon arc las
 van een CrNi stalen flens naar een CrNi
 stalen bus Deze CrNi stalen bus is bij de
 overgang naar Al vernikkeld en door
 middel van een Cu folie (eut CuAl) ver-
 bonden Hierna ziet men twee keer een
 argon arc gelaste verbinding van Al-Al.
 We gaan verder met een thermo-com-
 pressie verbinding Al-keramiek waarop
 weer een metallische laag is aangebracht
 om een fernico bus te kunnen solderen
 voor het mogelijk maken van een argon-
 arc las naar de CrNiSt aankoppelflens
 Voor het verkrijgen van een kleine boring
 in ø 10 mm keramiek zijn 2 keramiek buis-
 jes d m.v. smeltkeramiek over de gehele
 lengte met elkaar verbonden.

Referenties

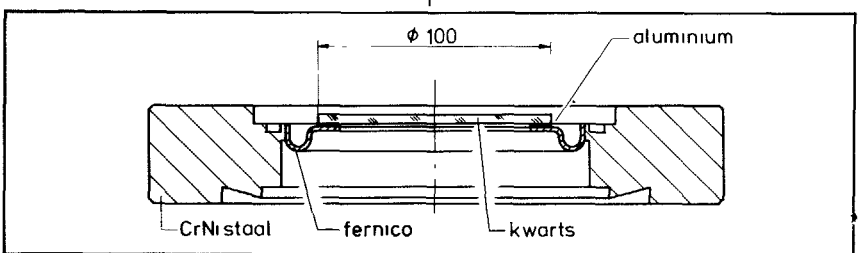
- 1 J T Klomp, Solderen in vacuüm en water-
 stofatmosfeer, Ned Tijdschrift voor Va-
 cuümtechniek 10 (1972) no 4, Juli/Augus-
 tus, pag 49-53.
- 2 J van Esdonk, J F.M Janssen, Joining a
 sputtering target and a backing plate Re-
 search and Development, Jan 1975, pag 41-
 44
- 3 J T Klomp, The use of ceramics in valves,
 Special publication no. 48, 1965 Brit Cera-
 mic Res. Association, Editor P Popper
4. J.T Klomp and Th Botden, Sealing pure alu-
 mina ceramics to metals, Ceramic Bulletin,
 Vol. 49, no 2, 1970, page 204-211
- 5 J T Klomp, Solid state bonding of metals to
 ceramics. Science of Ceramics No. 5, Swe-
 dish Institute for Silicate Research 1970, Edi-
 tors C Brosset and E Knopp



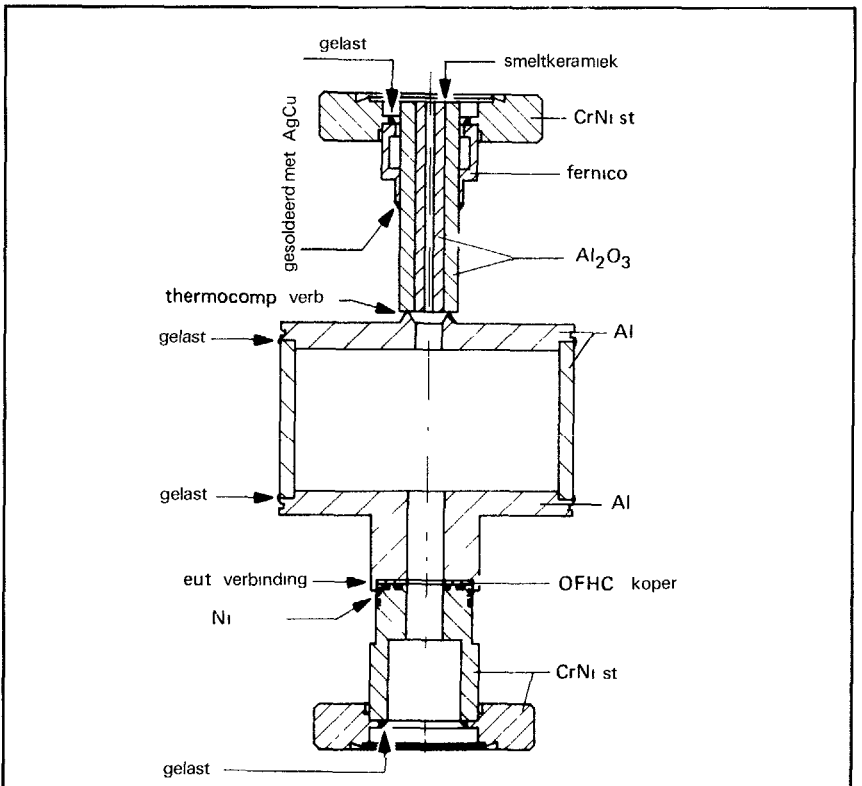
Figuur 22 Geïsoleerde doorvoer



Figuur 23 Manipulatorpen



Figuur 24 Kwarts-fernico verbinding via aluminium



Figuur 25 Combinatie van technieken