

Активная пайка вакуумно-плотных металлокерамических корпусов фотоэлектронных приборов

Л. М. Балясный, Ю. Н. Гордиенко, Ю. К. Грузевич, Н. М. Недосека, В. М. Шулаев

В данной работе рассматриваются различные технологии активной пайки металлокерамических корпусов для вакуумных фотоэлектронных приборов. Представлены результаты экспериментальных исследований по групповой активной пайке металлокерамических корпусов на основе титаносодержащего припоя, проводимой в автоматической высоковакуумной промышленной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН. Подбор технологических параметров активной пайки позволяет получить высококачественные металлокерамические корпуса, соответствующие требованиям конструкторской документации по вакуумной плотности, термомеханической прочности, низкому уровню газовой выделению, высокой чистоты поверхностей керамики и металла, а также геометрическим размерам.

Ключевые слова: металлокерамический корпус, активная пайка, высоковакуумная промышленная электропечь.

Ссылка: Балясный Л. М., Гордиенко Ю. Н., Грузевич Ю. К., Недосека Н. М., Шулаев В. М. // Прикладная физика. 2018. № 6. С. 104.

Reference: L. M. Balyasny, Yu. N. Gordienko, Yu. K. Gruzevich, N. M. Nedoseka, and V. M. Sulaev, Prikl. Fiz., No. 6, 104 (2018).

Введение

Технологии активной пайки металлокерамических корпусов (МКК) для вакуумных фотоэлектронных приборов (ФЭП) разработаны достаточно давно [1–3] и получили широкое распространение. Однако, несмотря на продолжительную историю практического применения МКК и непрерывно ведущиеся научные исследования по подбору согласованных материалов по коэффициентам термического расширения и улучшения условий сма-

чивания поверхности корундовой керамики активным припоем, например, на основе титаносодержащих припоев, работы по оптимизации технологического цикла активной пайки не прекращаются [4].

Широко используемая пайка металлизированной керамики достаточно хорошо освоена промышленностью, однако на сегодняшний день она считается очень сложной, трудоемкой и дорогостоящей, причём, как следствие, и низкотехнологичной [2, 5].

В настоящее время процесс пайки МКК вакуумного фотоэлектронного прибора проводится в водородных печах типа СГН-2.4-2/13-И2 [2] медным припоем по металлизированным керамическим кольцам из высокоглиноземистой керамики ВК-94-1 или ВК-95 и коваровым деталям. Однако и технологический процесс, и качество применяемых материалов не обеспечивают получения бездефектных МКК.

Первая проблема традиционной технологии связана с использованием водорода. Осушенный водород в качестве среды для пайки является традиционным из-за своих защитно-восстановительных свойств, обеспечивающих высокую чистоту процесса. Однако процесс пайки в водороде обладает рядом недостатков, которые устраняются при использовании вакуумных электропечей, а именно:

Балясный Лев Михайлович¹, главный конструктор.
 Гордиенко Юрий Николаевич, зам. технического директора, к.ф.-м.н.
 Грузевич Юрий Кириллович^{1,2}, зам. ген. директора по научной работе, профессор, к.т.н.
 Недосека Николай Михайлович¹, вед. инженер.
 Шулаев Владимир Михайлович³, зам. директора, к.ф.-м.н.
¹ ОАО «НПО Геофизика-НВ». Россия, 107076, Москва, ул. Матросская Тишина, 23, стр. 2.
 E-mail: yukg@mail.ru
² МГТУ им. Н. Э. Баумана. Россия, 105005, Москва, ул. 2-я Бауманская, 5, стр. 1.
³ ООО «НПП «НИТТИН». Россия, 308013, г. Белгород, ул. Макаренко, 27.
 E-mail: nittin.ru@gmail.com

Статья поступила в редакцию 2 августа 2018 г.

– водород, даже самой высокой степени очистки ОСЧ марки «А» требует дополнительной системы очистки от паров воды и кислорода до уровня точки росы $-30...-50$ °С, причем для паров допустимое воды остаточное давление – 2 ррм, а для кислорода – 0,2 ррм, что приблизительно соответствует парциальному давлению воды 10^{-1} Па и кислорода 10^{-3} Па в баллоне (6000 л водорода при давлении 150 атм), в то время как в вакууме 10^{-4} Па (в вакуумной печи) давление паров воды и кислорода не выше 10^{-7} Па, то есть вакуум является более чистой средой для проведения технологических процессов, чем водород, если не требуется использовать его восстановительные свойства;

– при наличии смотрового окна в вакуумных печах легче подбирать режим пайки, что особенно важно в нашем случае, т. е. когда много швов, которые нужно пропаять при большой нагрузке (не менее 10 сборочных единиц);

– в результате пайки в вакууме поверхность керамики и металла остается блестящей без восстановления керамики водородом под слоем металлизации и следов окисления металла из-за повышенной влажности водорода;

– водород при использовании в колпаковых печах на выходе из печи сжигают, при этом расход составляет примерно 1 баллон на два процесса, что при цене баллона 12000 руб. составляет 6000 руб. на процесс;

– организация водородного участка требует наличия специального помещения, которое нужно проектировать, строить и согласовывать со специальными органами.

На поверхность керамических колец наносится металлизация, состоящая из смеси порошков молибдена и марганца с добавлением гидроксида титана, которую для обеспечения прочности сцепления с керамикой вначале вжигают во влажном водороде при температуре 1350 °С [2]. Хорошая адгезия металлизированного слоя к поверхности керамики обеспечивается за счет наличия в ней значительного количества стеклофазы (до 6 %). Однако в процессе вжигания металлизации ухудшается плоскостность керамических колец, так как при такой высокой температуре происходит размягчение стеклофазы и, вследствие этого, коробление колец. Использование керамики без стеклофазы или с ее минимальным содержанием невозможно из-за большого процента брака при металлизации.

Отметим, что к новым промышленным МКК в составе ФЭП предъявляется ряд высоких требований:

– вакуумная плотность (на пределе чувствительности гелиевого масс-спектрометрического

течеискателя) – 4×10^{-11} л×мм рт.ст./с, а также низкий уровень газовой выделенности без присутствия паров масел, так как наличие углеводородов в вакуумном объеме ФЭП приводит к деградации фотокатода;

– термомеханическая прочность – МКК должен выдерживать без потери вакуумной плотности три цикла термоудара от 550 °С до комнатной температуры на воздухе;

– параллельность и плоскостность МКК должна быть не хуже 0,05–0,07, а желательно и лучше;

– на поверхностях металлических и керамических деталей должны отсутствовать следы окислов и других загрязнений;

– после пайки МКК должны иметь высокую чистоту поверхностей керамики и металла.

Поэтому возникла необходимость в замене материалов стандартных МКК применительно к разработке квалифицированного цикла активной пайки [3], проводимой в безмаслянной вакуумной электропечи.

Известен другой способ пайки МКК, который связан с применением активных припоев в виде лент, фольг или паст [6, 8–10]. На российский рынок поставляются припои на основе Cu-Ag-Ti зарубежных торговых марок, которые хорошо смачивают корунд. Однако сложность контроля за составом припоя в процессе цикла пайки, который протекает за короткое время, ведет к неконтролируемому образованию избыточных интерметаллических соединений и приводит к растрескиванию паяного шва и, как следствие, к разгерметизации электровакуумных приборов. Припои, изготовленные в виде аморфных лент, плохо формуруются и к тому же имеют высокую цену. Применение припоев в виде паст имеет конструктивные ограничения, что требует дополнительных операций нанесения (печать, шелкография и т. д.).

Альтернативой вышеуказанным способам является метод пайки активными припоями, которые формируются в процессе растворения титана при контакте металлического кольца с расплавом припоя Ag-Cu. Расплав, легированный титаном (Ag-Cu-Ti), активно смачивает поверхность корундовой керамики. Однако данный метод не получил столь широкого распространения как два предыдущих способа активной пайки, несмотря на хорошие механические и вакуумные свойства титана. Это связано с тем, что отсутствуют точные данные о влиянии концентрации титана, вакуумных условий, температуры и времени процесса на физико-механические свойства МКК.

Поэтому целью данной работы явилось выяснение факторов, способствующих оптимизации

технологии групповой активной пайки на промышленных прототипах МКК для сверхвысоковакуумных фотоэлектронных приборов (электронно-оптических преобразователей (ЭОП) II+, III, III+ и последующих поколений, фотоприемных модулей (ФПМ) на основе ЭОП, ФЭУ и др.) припоем, который формируется в процессе растворения титана в сплаве серебра с медью.

Исследуемые образцы и методика экспериментов

Эксперименты по групповой активной пайке МКК на основе титаносодержащего припоя проводились в автоматической высоковакуумной промышленной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН, основные параметры и характеристики, а также подробное описание её конструкции дано в работе [7]. Запись параметров процесса в память контроллера происходит в автоматическом режиме. Вывод всей информации в виде цветных графиков и таблиц осуществляется цветным принтером через компьютер, подключаемый к электропечи. Данная электропечь в настоящее время эксплуатируется на ОАО «НПО «Геофизика-НВ», где проводились эксперименты по активной пайке.

Исходные детали поступали на сборку в форме колец. Наружный диаметр керамических колец составлял 30,6 мм, внутренний диаметр 26,8 мм, толщина 1,2 и 3,0 мм. Металлическое кольцо по внутреннему и внешнему диаметру сов-

падало с керамическим кольцом, толщина составляла 0,3 мм.

Конструктивно МКК представляют собой набор соосно расположенных и чередующихся кольцевых деталей из керамики и колец из титанового сплава. Сборка скреплялась фиксатором. В качестве исходных материалов для создания МКК использовалась алюмооксидная керамика марки ВК-100-2 (далее по тексту – керамика) и сплав титана ВТ-1-0 (далее по тексту – титан), а также припой ПСр-72.

Исследования микроструктуры и элементного состава велись на шлифах уже готовых паяных соединений МКК. Микроструктура паяной зоны изучалась в растровом электронном микроскопе модели JSM-6000 фирмы JEOL (Япония). Элементный состав определялся с помощью микрорентгеноспектрального анализатора.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Один из температурных режимов активной пайки МКК в вакууме припоем ПСр-72 приведен на рис. 1.

На стадии подбора оптимальных технологических параметров процесса активной пайки было проведено 16 экспериментов. Во всех случаях наблюдалось хорошее смачивание поверхности металлического кольца из сплава ВТ-1-0 припоем ПСр-72 после его расплавления. В составе МКК имеется паяный шов двух титановых колец припоем ПСр-72. На рис. 2. показан паяный шов двух титановых колец в увеличенном виде.

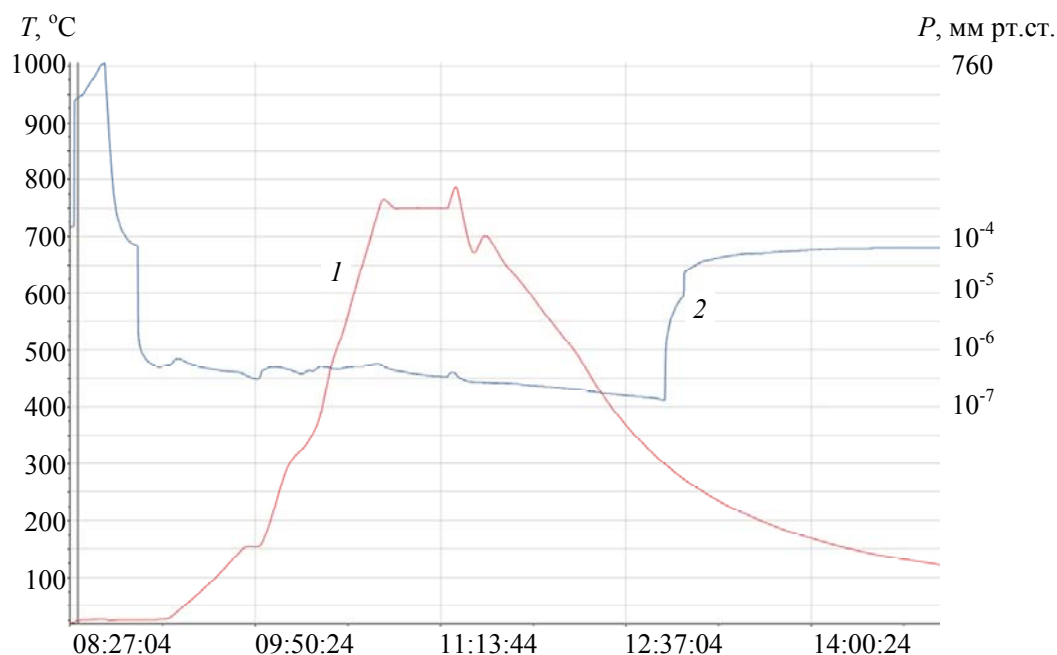


Рис. 1. Температурный режим пайки металлокерамического корпуса в вакууме припоем ПСр-72В: 1 – изменение температуры (°C) во времени; 2 – изменение давления (мм рт.ст.) во времени.

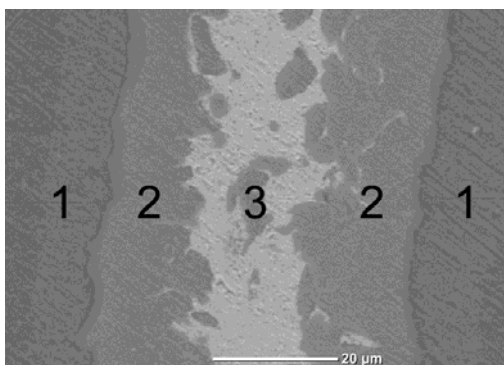


Рис. 2. Пайка двух титановых колец. Слева направо: титан (1) – переходная зона (2) – припой (3) – переходная зона (2) – титан (1).

Между двумя поверхностями металлических колец формируются две переходные зоны, обогащенные титаном с затвердевшим припоем посредине. Точно такая же переходная зона в месте контакта с титановым кольцом наблюдается в случае пайки металлокерамического корпуса, что продемонстрировано на рис. 3.

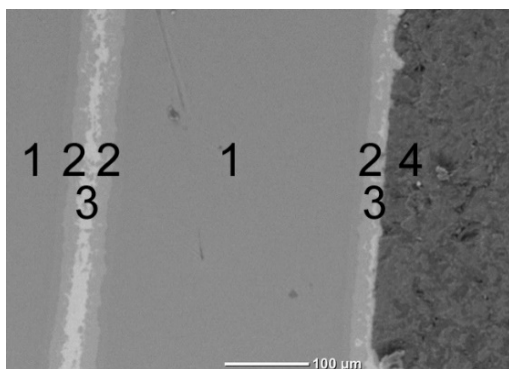


Рис. 3. Пайка колец титана+титана и керамики. Слева направо: титан (1) – переходная зона (2) – припой (3) – переходная зона (2) – титан (1) – переходная зона (2) – припой (3) – керамика (4). Левая часть рисунка соответствует пайке двух титановых колец рис. 2.

Керамика хорошо смачивается активным припоем состава Ag-Cu-Ti только при достижении определенных концентраций титана в расплаве припоя. Когда концентрация титана в расплаве

ниже определенного уровня, титан начинает взаимодействовать с керамикой по границам зерен. Поэтому чем выше дисперсность структуры керамики, тем активнее титан из расплава взаимодействует с керамикой [3]. Однако при достижении высоких концентраций титана в расплаве порядка 30 % титан активно замещает кислород и алюминий из кристаллической решетки зерен керамики с образованием легко выявляемой в микроскопе переходной зоны обеспечивающей хорошую адгезию между керамикой и затвердевшим расплавом (см. рис. 3).

На рис. 4 представлено распределение концентрации элементов по ширине паяного шва, полученного на РЭМ типа JCM 6000 фирмы JEOL (Япония). На поле рисунка показано: слева – титан, справа – керамика. Обращает на себя внимание сильное расслоение компонентов припоя ПСр-72 в присутствии титана в затвердевшей паяной зоне. Медь имеет большее химическое сродство к титану, чем серебро. Поэтому зона, приближенная к титановому кольцу, обогащается медью. Такое же обогащение медью происходит около зоны титанированной керамики. В середину паяного шва выдавливается серебро. Из керамики выделяется в заметных количествах кислород, замещаемый титаном в кристаллической решетке керамики. Кислород диффундирует через расплав от поверхности керамики к поверхности титанового кольца. Такое поведение кислорода обусловлено низкой химической активностью по отношению к серебру и меди в расплавленном состоянии, а также высоким сродством к титану. Алюминий, который замещается титаном в кристаллической решетке керамики, связывается титаном на межфазной границе «расплав–керамика». Таким образом, процесс реальной пайки во времени является необычайно сложным. Это является основной причиной трудностей по внешнему контролю за процессом пайки в горячем состоянии и обеспечения воспроизводимости от процесса к процессу. Поэтому вакуумная электропечь должна обеспечивать высокую прецизионность при поддержании параметров технологического цикла пайки.

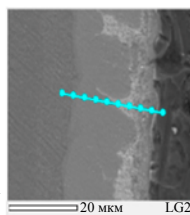
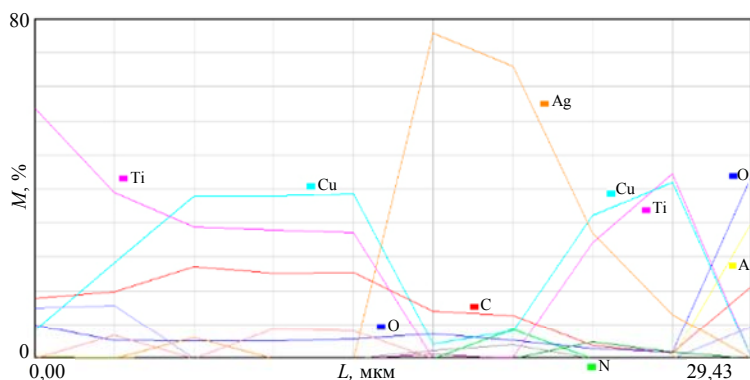


Рис. 4. Шлиф соединения «титан – припой ПСр-72 – керамика ВК-100-2». Слева – направо точками показаны места микрорентгеновского анализа содержания компонентов материалов в шве.

В составе переходной зоны (слой 2 на рис. 3) не должно образовываться хрупкое интерметаллическое соединение $TiAlCu$ или его количество должно быть минимальным [4]. С этой целью в программе управления прецизионной печью подбирают время выдержки при пайке.

Таким образом, в результате проведенных экспериментов путем подбора технологических параметров получены высококачественные МКК, соответствующие приведенным ранее требованиям конструкторской документации по вакуумной плотности, термомеханической прочности, низкому уровню газовой выделению, высокой чистоты поверхностей керамики и металла, геометрическим размерам.

На рис. 5 приведен внешний вид нового промышленного прототипа МКК для ЭОП III⁺ поколения, спаянного активной пайкой в вакууме. При этом плоскостность и параллельность МКК в готовой конструкции составляла порядка 0.02, что лучше МКК, полученных по альтернативной технологии.



Рис. 5. Внешний вид МКК для ЭОП III⁺ поколения.

Заключение

Так как обычно подбор оптимальных режимов активной пайки ведется чисто эмпирически, причём для условий конкретного производства, то оказалось, что существенным фактором, обеспечивающим высокое качество металлокерамических корпусов, является технологическое оборудование. Высокая воспроизводимость технологических режимов возможна только в автоматической вакуумной электропечи без вмешательства

оператора, в первую очередь, это относится к длительности процесса пайки при температуре выдержки. В связи с тем, что титан обладает геттерными свойствами, необходимо обеспечить низкое давление остаточных газов, желательно не выше 1×10^{-5} Па. Сильное влияние температуры на формирование паяного шва определяет величину однородности температурного поля в рабочем пространстве электропечи не хуже ± 2 °С, а точность поддержания температуры не более $\pm 0,1$ °С. Должна быть сведена к минимуму тепловая инерция горячей зоны, чтобы обеспечить необходимое охлаждение после завершения процесса пайки.

Конструктивное исполнение вакуумных электропечей периодического действия особой роли не играет. Они могут быть камерными, шахтными, колпаковыми, элеваторными. Однако в зависимости от конкретных условий активной пайки могут иметь место определенные предпочтения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ерошев В. К. Металлокерамические вакуумноплотные конструкции. – М.: Энергия, 1970.
2. Батыгин В. Н., Метелкин И. И., Решетников А. М. Вакуумно-плотная керамика и её спай с металлами / под ред. Н. Д. Девяткова. – М.: Энергия, 1973.
3. Амелина О. М., Нестеров С. Ф. // Наноиндустрия. 2010. № 5. С. 40.
4. Костин А. М., Лабарткава А. В., Мартыненко В. А. // Металлофизика и новейшие технологии. 2014. Т. 36. № 6. С. 815.
5. Справочник по пайке / под ред. И. Е. Петрунина. – М.: Машиностроение, 2003.
6. Majed Ali, Knowles K. M., Mallinson P. M., Fernie J. A. // Philosophical Magazine. 2017. Vol. 97. No. 10. P. 718.
7. Антонович П. В. // Оборудование и инструмент для профессионалов. 2017. № 5. С. 72.
8. Справочный сайт / Про сварку. Раздел «Активная пайка керамики с металлами», часть 1.
9. Чижовой С. Ю., Сальникова Д. Б. Патент РФ № 2455263 от 10.07.2012 г. «Способ получения герметичного металлокерамического спая с помощью компенсирующего элемента».
10. Калинин Б. А. и др. / Тезисы докладов 4-й Межотраслевой конференции по реакторному материаловедению. Днепропетровград. 16–19 мая 1995. С. 176–177.

Features of the technological cycle for the active soldering of metal ceramic housing of vacuum photoelectronic devices and technical requirements to the modern equipment for its realization

L. M. Balyasny¹, Yu. N. Gordienko¹, Yu. K. Gruzevich^{1,2}, N. M. Nedoseka¹, and V. M. Sulaev³

¹GEOPHIZIKA-NV Research and Production Association, Joint Stock Company
Bld. 2, 23 Matrosskaya Tishina str., Moscow, 107076, Russia
E-mail: yukg@mail.ru

²Bauman Moscow State Technical University
2-nd Baumanskaya str., Moscow, 105005, Russia

³NITTIN Scientific Production Enterprise, Ltd.
27 Makarenko str., Belgorod, 308013, Russia
E-mail: nittin.ru@gmail.com

Received August 2, 2018

Various technologies of the active soldering of metal ceramic housing for the vacuum photo electronic devices are considered. Results of experimental researches along the group active soldering of ceramic-metal housing on a basis of titan containing solder, conducting into the automatic high vacuum industrial electric oven (model «SNVE-2.4.2/13-IOP-NITTIN») are submitted. Selection of technological parameters of the active soldering allows to receive the high-quality ceramic-metal housing appropriate to requirements of the design documentation along vacuum density, thermo mechanical durability, a low level of gas evolution, high cleanliness of surfaces of ceramics and metal, and also to the geometrical sizes.

Keywords: ceramic-metal housing, active soldering, high vacuum electric oven.

REFERENCES

1. V. K. Eroshev, *Metal Ceramic Vacuum Dense Constructions*. (Energy, Moscow, 1970) [in Russian].
2. V. N. Batygin, I. I. Metelkin, and A. M. Reshetnikov, *Vacuum Dense Ceramics and Its Solders with Metals*. (Energy, Moscow, 1973) [in Russian].
3. O. M. Amelina and S. F. Nesterov, *Nanoindustry*, No. 5, 40 (2010).
4. A. M. Kostin, A. V. Labartkava, and V. A. Martynenko, *Metallofizika i Sovremennye Tekhnologii* **36** (6), 815 (2014).
5. *Soldering Handbook*. (Mashinostroenie, Moscow, 2003) [in Russian].
6. Ali Majed, K. M. Knowles, P. M. Mallinson, and J. A. Fernie, *Philosophical Magazine* **97** (10), 718 (2017).
7. P. V. Antonovich, *Oborudovanie i Instrumenty dlya Professionalov*, No. 5, 72 (2017).
8. *Active brazing of ceramics with metals, part I* (Reference site / About welding)
9. S. Y. Chizhova and D. B. Salnikov, Patent RF No. 2455263, 2012.
10. B. A. Kalin et al., in *Proc. the 4th Interbranch Conference on Reactor Materials Science*. (Dimitrovgrad. May 16–19, 1995). P. 176–177.