

Литература

1. Амиров И.И., Морозов О.В., Кальнов В.А., Лукичев В.Ф., Орликовский А.А. Ключевые процессы технологии микросистемной техники: плазмохимические процессы глубокого анизотропного травления кремния, Нанотехнологии и наноматериалы, №4(66) июль-август, стр. 8-13.
2. Гущин О.П., Валеев А.С., Чамов А.А., Мицын Н.Г., Долгополов В.М., Одинокоев В.В., Немировский В.Э., Иракин П.А. Разработка оборудования и исследование технологии глубокого травления кремния // Электронная техника. Серия 3. Микроэлектроника. 2015. Вып.3 (159). С. 50 – 54.
3. Данила А.В., Долгополов В.М., Иракин П.А., Немировский В.Э., Одинокоев В.В., Павлов Г.Я. // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы. 2015. Вып. 5 (239). С. 42 – 48.
4. Одинокоев В.В., Панфилов Ю.П. Выбор типа вакуумного нанотехнологического оборудования по критерию заданной производительности // Наноинженерия. 2011. №11. С. 7 – 18.

Обеспечение квалифицированного цикла активной пайки металллокерамических узлов твердыми припоями в инновационной высоковакуумной камерной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН

*В.М. Шулаев, Д.А. Оковитый, М.Б. Аскретков, **Ю.К. Грузевич, **Ю.Н. Гордиенко, **Л.М. Баясный, **Н.М. Недосека*
Белгород, ООО «НПП «НИТТИН», ул. Макаренко, 27;
***Москва, ОАО «НПО Геофизика-НВ», ул. Матросская Тишина, д. 23, стр. 2*
E-mail: nittin.ru@gmail.com

Сформулированы требования к разработке и изготовлению промышленной инновационной высоковакуумной камерной электропечи сопротивления модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН для обеспечения квалифицированного цикла активной пайки металллокерамических корпусов (МКК) вакуумных фотоэлектронных приборов (ФЭП). Новый образец промышленной электропечи продемонстрировал существенные преимущества перед циклом пайки МКК в среде водорода, а также исключил операции нанесения и высокотемпературного вжигания металлизации в случае активной пайки в вакууме.

Providing the competent cycle of metal ceramics active brazing by means of innovative high-vacuum batch electric furnace produced by NITTIN company. V.M. Shulayev, D.A.Okovityi, M.B. Askryotkov, Yu.K. Gruzevich, Yu.N. Gordienko, L.M. Balyasnyi, N.M.Nedoseka. The requirements for development and manufacturing the industrial innovative high vacuum batch type electric furnace to provide the competent cycle of metal-ceramic embodiments (MCE) active brazing for vacuum photoelectronic devices (PED) have been formulated. The new sample of industrial electric furnace demonstrated essential advantages compared to MCE brazing cycle in hydrogen environment and also excluded the coating deposition and high-temperature firing on metallization in case of the active brazing in vacuum.

Введение. В настоящее время процесс пайки МКК вакуумного фотоэлектронного прибора проводится в двухколпаковой водородной печи типа СГН-2.4-2/13-И2 [1] 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:

- водород, даже самой высокой степени очистки ОСЧ марки «А», требует дополнительной системы очистки от паров воды и кислорода до уровня точки росы $-30...-50\text{ }^{\circ}\text{C} - 2\text{ ppm}$ и кислорода $- 0,2\text{ ppm}$, 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;

- водород обладает высокой растворимостью в материалах МКК при высоких температурах, в особенности, при пайке, когда существует расплавленный металл, растворимость водорода в котором еще выше, а при остывании МКК после пайки присутствует опасность «водородной болезни» (растрескивания материала шва), поэтому МКК требуют длительного времени обезгаживания на дальнейших операциях (напыление, облуживание, сборка и откачка ФЭП);

- водород при использовании в колпаковых печах на выходе из печи сжигают, при этом расход составляет примерно 1 баллон на два процесса, что при нынешней цене баллона 12 000 руб. составляет 6 000 руб. на процесс;

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

Вторая проблема обусловлена применяемыми материалами в традиционном МКК. Конструктивно метало-керамические корпуса представляют собой набор соосно расположенных чередующихся кольцевых деталей из керамики (ВК-94-1) и прецизионного ферроникелевого сплава (29НК), имеющих близкий между собой температурный коэффициент линейного расширения. Детали корпуса между собой по торцевым плоским поверхностям спаяны медью, что таким образом, предполагает ведение режима термообработки при высоких ($\geq 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$) температурах, и что, в свою очередь накладывает соответствующие требования на используемое оборудование и материалы.

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°C [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) - $4 \times 10^{-11}\text{ л}\cdot\text{мм рт.ст./с}$, а также низкий уровень газовой выделенности;

- термомеханическая прочность – МКК должен выдерживать без потери вакуумной плотности три цикла термоудара от 550°C 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 инновационной вакуумной электропечи.

Цель работы состояла в проектировании (по ГОСТ 2.103-2013 Единая система конструкторской документации. Стадии разработки.) и изготовлении инновационной автоматической вакуумной электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН (далее по тексту - Электропечь), которая обеспечивает квалифицированный высокотехнологичный процесс активной пайки новых промышленных МКК в составе ФЭП.

1. Разработка и изготовление вакуумной Электропечи согласно новым требованиям, представленным в Таблице. Кроме того, вакуумная Электропечь должна иметь:

- моноблочный несущий каркас, позволяющий существенно уменьшить габариты Электропечи (ширина*длина*высота = 1500*1500*1900 мм);
- высоковакуумную систему откачки (включает вакуумную камеру и откачной высоковакуумный пост с безмасляной системой откачки), с давлением остаточных газов не более $1,33 \cdot 10^{-5}$ Па ($1 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст.);
- нагревательный модуль цельнометаллической конструкции с высокой однородностью температурного поля (± 2 °С) и высокой точностью поддержания температуры ($\pm 0,1$ °С) и низкой тепловой инерцией при температурах пайки;
- обеспечить визуальный контроль за состоянием рабочего пространства с садкой;
- замкнутую систему водяного охлаждения с чиллером, входящую в габариты Электропечи, кроме конденсатора;
- автономную пневмосистему, для управления пневмоприводами;
- систему электропитания, включающую печной трансформатор;
- автоматическую систему управления, осуществляющую непрерывный контроль паяльного цикла;
- систему безопасности, которая исключает переход Электропечи в нештатный режим работы.

Таблица. Основные технические характеристики электропечи термического обезгаживания и пайки модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН.

Наименование параметра	Номинальные значения
Номинальная температура, °С	1300
Предельное значение вакуума в Электропечи после предварительного обезгаживания нагревательного модуля в холодном состоянии, Па (мм рт.ст.), не более	$1,33 \cdot 10^{-5}$ Па ($1 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст.)
Габариты рабочего пространства, мм,	
ширина	200
глубина	400
высота	200
Масса садки с технологической оснасткой, кг	30
Внешние габаритные размеры Электропечи, мм, не более:	
ширина	1500
длина	1500
высота	1900
Среда в рабочем пространстве: — при нагреве и выдержке; — при охлаждении	вакуум вакуум/инертный газ
Установленная мощность, кВт, не более	49
в т. ч. нагревательного модуля камеры, не более	35
Равномерность температуры в рабочем пространстве в установившемся режиме в пределах температур 600–1300 °С, не более	± 2
Точность поддержания температуры, °С, не более	$\pm 0,1$
Количество независимых зон нагрева	1
Время откачки, мин, не более	45
Масса Электропечи, кг, не более	1200

Электропечь - полностью автономна. При вводе в эксплуатацию она подключается к сетевому напряжению и подсоединяется к заземляющему контуру. Главной отличительной особенностью Электропечи для активной пайки в вакууме является безмасляная откачная система с остаточным давлением не более $1 \cdot 10^{-5}$ Па, которая позволяет исключить наличие углеводородов в остаточной атмосфере рабочего пространства и, следовательно, обеспечить их отсутствие в объеме ФЭП, что, в свою очередь, определяет уровень основных параметров изделия.

Поиск в Интернете электропечи для групповой вакуумной активной пайки МКК для ФЭП, по совокупности вышеуказанных требований, на сайтах отечественных и зарубежных производителей показал, что такое типоразмерное исполнение на рынке отсутствует.

Инновационная вакуумная Электропечь модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН была разработана, изготовлена и введена в промышленную эксплуатацию в январе 2018 г. Внешний вид Электропечи представлен на рис. 1. Подробное описание конструкции Электропечи приведено в работе [4].



Буквенно-цифровая маркировка Электропечи:

С – вид нагрева – сопротивлением;

Н – основной конструктивный признак – камерная;

В – характер среды в рабочем пространстве – вакуум;

Э – теплоизоляция – экранно-вакуумная;

2 – ширина рабочего пространства, дм; (200 мм)

4 – длина рабочего пространства, дм; (400 мм)

2 – высота рабочего пространства, дм; (200 мм)

13 – номинальная температура, °С, условно уменьшенная в 100 раз;

ИОП – исполнение для обезгаживания и вакуумной пайки;

НИТТИН – торговая марка российского производителя Электропечи.

Рис. 1. Новая Электропечь на месте эксплуатации.

2. Результаты вакуумной пайки опытных образцов МКК из керамики ВК-94-1. На рис. 2. представлен температурный режим пайки ПСр-72В. Для обезгаживания сборок и устранения температурного градиента при температуре 750°C проводилась выдержка в течение 10 мин. После расплавления припоя в швах, которое наблюдается через смотровое окно, устанавливалось время пайки, которое составляло 30 с.

Необходимость такого времени пайки обусловлена двумя факторами:

- увеличение времени выдержки более 30 с приводит к растеканию припоя по поверхности металла и браку;

- длительная выдержка припоя в расплавленном состоянии в вакууме более 30 с приводит также к распылению припоя на керамические детали корпуса (оснастка экранирует керамику для устранения попадания на неё припоя).

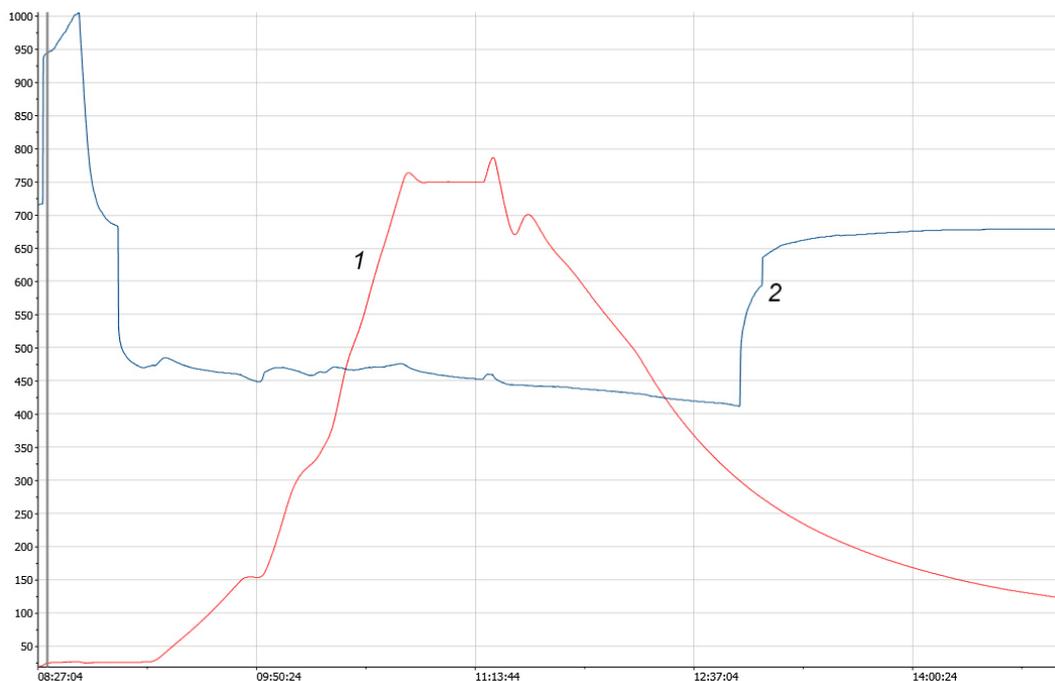


Рис. 2 Температурный режим пайки металлокерамического корпуса в вакууме припоем ПСр-72В (1 – изменение температуры во времени; 2 – изменение давления).

На стадии подбора параметров процесса и оснастки (в основном по температуре и времени выдержки) было спаяно 16 МКК. В итоге на 3-х МКК в результате пайки образовались трещины по керамике (см. рис. 3 – микрошлиф соединения ковар-керамика ВК94-1 с трещиной по керамике в зоне шва), на 2-х выплеск меди, на некоторых значительный, что привело к сплавлению соседних коваровых колец 2-х узлов со смещением колец из-за использования оснастки с плохой центровкой деталей, 3 корпуса забракованы по непараллельности.



Рис. 3. Паяный шов ковар – ВК-94-1 с трещиной (обведена овалом) в верхней части по керамике (фото с электронного микроскопа JEOL 6000), увеличение 2000^x

После доработки оснастки и корректировки режима из 10-ти спаянных МКК были получены 9 годных МКК по всем параметрам.

Испытания на многократный термоудар 3-х МКК показали вакуумную плотность после испытания. Однако несмотря на положительные результаты по вакуумной пайке известной конструкции МКК из традиционных материалов процесс вакуумной пайки является многоступенчатым из-за наличия операций нанесения и вжигания металлизации, а также ухудшения плоскостности керамических колец из-за коробления, по причине размягчения стеклофазы. В этой связи были опробованы другие материалы: керамика ВК-100-2, содержащая Al_2O_3 99,8 %, и использование сплава титана марки ВТ-1-0 в качестве активного металла.

3. Оптимизированный процесс вакуумной пайки с использованием активного металла на промышленных прототипах МКК. Для устранения недостатков традиционной технологии пайки в среде водорода, был применен альтернативный способ пайки [3] – активная пайка без металлизации керамики в вакууме с использованием активного металла – титана марки ВТ-1-0 в форме колец вместо сплава 29НК. Вместо керамики ВК-94-1 были использованы керамические кольца из вакуум-плотного материала ВК-100-2 с содержанием Al_2O_3 99,8 % свойства которой представлены в работе [5]. Глубокий и безмасляный вакуум в данном процессе пайки позволили использовать активный металл – титан. Процесс пайки в этом случае стал одноступенчатым.

На основе этих материалов были получены новые промышленные МКК для ФЭП соответствующие требованиям конструкторской документации по внешнему виду, геометрическим размерам и вакуумной плотности (Рис. 4). Плоскостность и параллельность деталей новых МКК в готовой конструкции составляют порядка 0,02, что лучше, чем в стандартном МКК.



Рис. 4. Внешний вид нового промышленного прототипа МКК, спаянного активной пайкой в вакууме.

Результаты исследования микро- и макрошлифов в паянном соединении нового МКК, показавших надежность паянных швов вследствие диффузии элементов, входящих в состав припоя в материал керамических колец из ВК-100-2 (показаны на рис. 5).

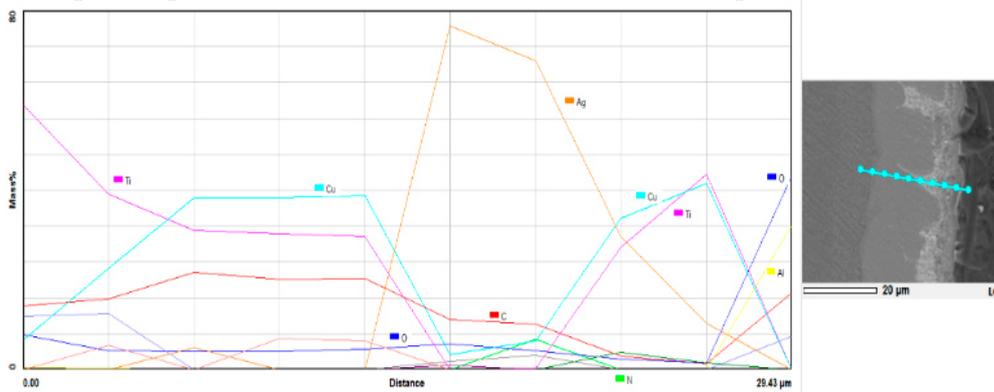


Рис. 5. Шлиф соединения титан – припой ПСР-72 – керамика ВК-100-2 на РЭМ (слева – направо точками показаны места микрорентгеновского анализа содержания компонентов материалов в шве). На графике показано распределение компонентов соединения по шву.

Обсуждение морфологии, микроструктуры и фазового состава паяного шва, в силу достаточно сложного распределения компонентов выходит за рамки данной работы. Однако не смотря на сложную эволюцию и многофакторную природу паяного соединения удалось добиться полной воспроизводимости цикла пайки и обеспечить надежность паяного шва при использовании новой Электropечи, что идеально подходит к производству МКК, претендующему на экономичность и гибкость. Были сведены к минимуму искажения в геометрии МКК в силу тщательно контролируемых скоростей нагрева и охлаждения, а также температуры изотермической выдержки в процессе цикла вакуумной пайки.

Выводы:

Разработан, изготовлен и введен в промышленную эксплуатацию образец инновационной высоковакуумной камерной электropечи сопротивления модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН для обеспечения квалифицированного цикла активной пайки металлокерамических корпусов (МКК) вакуумных фотоэлектронных приборов (ФЭП).

Пайка металлокерамических корпусов по металлизированной керамике в вакууме обладает рядом преимуществ перед пайкой в водороде, хотя и является многоступенчатым процессом, а при использовании активного титана, когда появляется возможность исключить процесс нанесения и высокотемпературного вжигания металлизации, эти преимущества многократно возрастают, а сам процесс становится одноступенчатым.

Новая Электропечь обеспечивает проведение качественной активной пайки с получением бездефектных МКК (вакуумная плотность, термомеханическая прочность, низкий уровень газовыделения, высокая чистота поверхностей керамики и металла). При активной пайке с использованием титана без металлизации МКК имеют более высокую точность и воспроизводимость размеров.

Внедрение в промышленность описанного процесса активной пайки в производство вакуумных фотоэлектронных приборов с использованием современной инновационной высоковакуумной камерной Электропечи модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН с безмасляной системой откачки позволит значительно повысить их качество и надежность.

Литература

1. Рубинчик Л.Е. Водородные электрические печи. М.: Энергия, 1970. – 104 с.
2. Ерошев В.К. Металлокерамические вакуумноплотные конструкции. М.: Энергия, 1970. – 160 с.
3. Батыгин В.Н., Метелкин И.И., Решетников А.М. Вакуумно-плотная керамика и её спаи с металлами. Под ред. Н.Д. Девяткова. М.: Энергия, 1973. – 408 с.
4. Антонович П.В. Инновационная высоковакуумная камерная электропечь сопротивления модели СНВЭ-2.4.2/13-ИОП-НИТТИН для электронной промышленности. Журнал Оборудование и инструмент для профессионалов. № 5, 2017. – С. 72-74.
5. Амелина О., Нестеров С. Вакуум-плотная корундовая керамика на основе ультрадисперсных порошков. Наноиндустрия. № 5. 2010. – С. 40-41.

Перспективы совместной разработки вакуумного оборудования МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика»

*С.П. Бычков, Л.Л. Колесник, Ю.В. Панфилов,
*Ю.М. Сарapulов, *М.С. Сиротский
Москва, МГТУ им Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская, 5,
*Брянск, АО НПО «Спецэлектромеханика», ул. Карачижская, 79
E-mail: bychkov@bmstu.ru.*

Представлены модульная вакуумно-термическая и малогабаритная вакуумная напылительная установки с блоками питания, разработанные в МГТУ им. Н.Э. Баумана и изготовленные в АО НПО «Спецэлектромеханика».

Prospects of BMSTU and SEMGROUP common research and development of vacuum equipment. S.P. Bychkov, L.L. Kolesnik, Y.V. Panfilov, Y.M. Sarapulov, M.S. Sirotsky. Vacuum thermal module tool and thin film deposition vacuum small gage coater with power supply were developed by Bauman Moscow State Technical University and manufactured by JSC “SPU SEMGROUP”.

Введение

Актуальность данной работы заключается, по нашему мнению, в имеющейся потребности у отечественных предприятий и высших учебных заведений в не дорогих и легко перена-