

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

②

N° 82 05112

⑤④ Procédé de réalisation d'un joint hermétique pour gyroscope à laser, joint réalisé et gyroscope ainsi équipé.

⑤① Classification internationale (Int. Cl. ³). F 16 J 15/08; G 01 C 19/64.

②② Date de dépôt..... 25 mars 1982.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : *Grande-Bretagne, 26 mars 1981, n° 81 09608.*

④① Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 39 du 1-10-1982.

⑦① Déposant : Société dite : SPERRY LTD, résidant en Grande-Bretagne.

⑦② Invention de : Michael John Woolley.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Cabinet Simonnot,
49, rue de Provence, 75442 Paris Cedex 09.

La présente invention concerne un procédé de réalisation d'un joint entre deux éléments, ainsi qu'un joint réalisé par mise en oeuvre d'un tel procédé. Elle concerne en particulier mais non exclusivement la formation d'un joint entre un élément métallique et un élément d'une matière vitrocéramique à coefficient extrêmement faible de dilatation (c'est-à-dire entre des éléments ayant des coefficients de dilatation qui diffèrent beaucoup) utilisé dans la construction d'un gyroscope à laser à cavité d'une seule pièce.

Les joints verre-métal classiques mettent en oeuvre des techniques bien établies qui ont été utilisées dans les industries des tubes électroniques et physiques associées, pendant de nombreuses années. Les techniques disponibles peuvent être adaptées ou appliquées de manière qu'elles satisfassent à la part des critères imposés par des applications particulières, par exemple l'herméticité, la résistance aux vibrations et à la température, et une contamination minimale de l'atmosphère formée par le gaz placé à l'intérieur.

Les deux joints utilisés le plus couramment sont d'une part des joints adaptés ou à fusion directe et d'autre part des joints non adaptés. Dans les deux cas, le terme "adaptation" se rapporte à la compatibilité des coefficients de dilatation thermique des matières à raccorder.

Dans le cas d'un joint adapté ou à fusion directe, une technique couramment utilisée repose sur l'aptitude de certains verres et certaines matières vitrocéramiques à "mouiller" des surfaces métalliques spécialement préparées dans des conditions réglées de chauffage. Dans le cas d'un joint formé par fusion directe, des exemples de matières qui peuvent être utilisées sont des verres de type borosilicate et des alliages nickel-fer-cobalt, par exemple de la série "Nylo", "Telcoseal" et "Kovar". Les métaux sont traités, avant leur soudage, afin qu'ils forment une couche d'oxyde réglée avec précision destinée à diffuser en partie dans le verre lorsque les deux éléments sont mis en contact et chauffés avec application d'une faible pression.

Un autre joint adapté est du type à soudure métallique. Ce joint met en oeuvre le dépôt d'un film métallique (par exemple de nickel formé par dépôt chimique) sur un élément de verre, et de soudage ultérieur de l'élément métallique sur le film déposé. Ce dernier doit présenter une excellente adhérence à l'élément de verre et ne doit pas être attaqué chimiquement par la soudure et/ou le flux choisis.

Contrairement au joint adapté, le joint non adapté peut être utilisé lorsque deux éléments ayant des coefficients de dilatation thermique différents doivent être raccordés. Des joints de ce type sont habituellement réalisés par interposition d'un certain nombre de verres ayant des coefficients différents de dilatation thermique, formant une progression dans le joint entre les éléments de métal et de verre. Un joint métallique soudé peut aussi être utilisé le cas échéant dans une technique de soudage non adapté.

Il faut noter que les techniques précitées, à l'exception du joint soudé par un métal, mettent en oeuvre le ramollissement et la déformation du verre, à l'aide soit d'un chalumeau de protection de verre, soit d'un chauffage par induction (le cas échéant), soit d'un chauffage au four.

On peut aussi réaliser des joints d'une matière vitrocéramique et d'un métal lorsque des traversées électriques étanches doivent être réalisées, c'est-à-dire lorsqu'une tige métallique doit être fixée de façon hermétique dans une ouverture formée dans une plaque isolante de support, la tige dépassant des deux surfaces de la plaque. Un exemple de joint d'une matière vitrocéramique et d'un métal de ce type met en oeuvre une ébauche de matière vitrocéramique qui entoure et supporte la broche de la traversée et qui assure aussi l'isolement électrique entre la broche et la plaque métallique externe de support. Après une préparation et un montage soigné des éléments, l'ensemble est chauffé à une température qui suffit habituellement au ramollissement de l'ébauche de matière vitrocéramique, et

l'ensemble est refroidi dans des conditions réglées afin qu'il forme le type voulu de joint.

L'invention a été mise au point pour la fixation d'électrodes d'alliage d'aluminium sur des blocs usinés
5 avec précision d'une matière vitrocéramique à coefficient de dilatation extrêmement faible, utilisés dans la fabrication des gyroscopes à laser à cavité en une seule pièce.

Un gyroscope à laser met en oeuvre les propriétés de la lumière d'un laser pour la mesure de la différence
10 de fréquences entre deux faisceaux se propageant en sens inverses dans une cavité annulaire optiquement fermée, habituellement de forme triangulaire ou carrée. Un gyroscope à laser à cavité d'une seule pièce a une cavité usinée dans un seul bloc (habituellement appelé "monobloc") d'une
15 matière qui possède des propriétés convenables.

Ce monobloc doit avoir des caractéristiques

(i) permettant la fermeture optique de la cavité du laser par fixation de miroirs convenables, et

(ii) fermant un trajet symétrique de décharge dans
20 un gaz à l'intérieur de la cavité de manière que, lorsque la cavité est remplie d'un gaz ou d'un mélange gazeux (par exemple des isotopes de l'hélium et du néon à des pressions partielles prédéterminées), une décharge électrique puisse être déclenchée et entretenue dans le gaz à l'aide d'élec-
25 trodes convenablement disposées.

L'une des nombreuses caractéristiques nécessaires pour que les propriétés du gyroscope soient optimales est le maintien de la longueur de la boucle ou du trajet de la cavité à une valeur aussi constante que possible, dans
30 une plage prédéterminée de températures.

Cette caractéristique est habituellement obtenue

(i) par sélection de la matière du monobloc du gyroscope afin qu'elle possède le coefficient de dilatation thermique le plus faible possible, rendant minimales les variations
35 de longueur du trajet avec la température, et (ii) par compensation des variations qui se présentent par construction d'un ou plusieurs miroirs du laser, sous forme d'un dia-

phragme flexible dont le déplacement axial peut être réglé avec précision et efficacement de manière que la cavité du laser soit accordée.

Une matière qui satisfait au critère de coefficient de dilatation extrêmement faible nécessaire pour le monobloc est la matière vitrocéramique connue sous la marque de fabrique "Zerodur". Cette matière, lors de l'usinage, de la rectification et du polissage, se comporte comme un verre classique, mais elle ne peut pas être manipulée ou ramollie dans une flamme tant que sa structure et ses propriétés risquent d'être perturbées. Son coefficient de dilatation entre 0 et 50°C est par exemple de $0 \pm 0,15 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (coefficient de dilatation en volume) et de $0 \pm 0,05 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (coefficient de dilatation linéaire). Les matières qui conviennent pour les électrodes d'un gyroscope à laser à cavité en une seule pièce sont les alliages d'aluminium des types L44 et L65 des normes britanniques. Le coefficient de dilatation de ces alliages, à 20°C, est de l'ordre de $23 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. Le rapport des coefficients de dilatation de ces alliages et de la matière "Zerodur" est de 153/1 et 460/1 respectivement à 20°C.

Les critères auxquels doivent satisfaire les joints d'un gyroscope à laser à cavité en une seule pièce sont les suivants :

- (i) posséder de bonnes propriétés de formation de joints hermétiques,
- (ii) ne pas contaminer le mélange gazeux hélium-néon utilisé pour le remplissage,
- (iii) supporter les conditions nécessaires avec une marge convenable de sécurité,
- (iv) convenir aux techniques de montage dans des supports le cas échéant,
- (v) pouvoir être répétées et formés de façon reproductible avec des rendements élevés,
- (vi) ne pas avoir d'effet sur le profil externe usiné du bloc vitrocéramique, et
- (vii) n'exercer aucune contrainte résiduelle sur

le bloc de matière vitrocéramique lorsque le joint est terminé.

Comme aucun ramollissement ou aucune déformation de la matière vitrocéramique n'est possible sans détérioration physique du monobloc, affectant les autres caractéristiques de la cavité ou faisant disparaître les propriétés de dilatation extrêmement faibles de la matière, aucune des techniques classiques précitées de soudage verre-métal ne peut être appliquée à la fixation des électrodes sur la matière vitrocéramique.

On ne peut pas non plus considérer sérieusement l'utilisation d'adhésifs ou de flux étant donné le risque de contamination du mélange gazeux hélium-néon par des hydrocarbures et les pertes correspondantes de propriétés et de durée du gyroscope terminé.

En conséquence, une technique spéciale est nécessaire afin qu'elle assure la conservation des propriétés de la matière vitrocéramique tout en donnant toutes les caractéristiques nécessaires au joint.

L'invention concerne de façon générale un procédé de réalisation d'un joint formé entre deux éléments, ce procédé comprenant l'application d'une couche d'un premier métal à l'un des éléments, l'application d'une couche du premier métal ou d'un second métal différent du premier sur l'autre des éléments, la disposition d'un métal supplémentaire entre les couches, et l'application d'une pression destinée à comprimer le métal supplémentaire entre les couches et ainsi à former un joint entre le métal supplémentaire et chacune des couches. Ce procédé général peut ne pas satisfaire à tous les critères très sévères fixés dans les joints pour les gyroscopes à laser, mais peut très bien convenir dans des applications moins stricts dans lesquelles un joint efficace doit être formé entre deux éléments qui ne peuvent pas ou ne doivent pas être ramollis par chauffage ou qui ne doivent pas être déformés.

Dans le cas particulier des joints des gyroscopes à laser annulaire, on constate expérimentalement qu'on obtient

les meilleurs résultats lorsque le premier métal est l'or (qui est appliqué commodément par dépôt sous vide sur l'électrode d'alliage d'aluminium et le bloc de matière vitrocéramique formant les éléments respectifs) et lorsque le métal
5 supplémentaire est l'indium. Une diffusion des deux métaux se manifeste et forme une liaison robuste et un joint hermétique excellent entre l'indium et l'or. D'autres métaux présentant une telle propriété de diffusion peuvent être utiles pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention.
10 En particulier, le premier et/ou le second métal peuvent être le platine ou le palladium, et le métal supplémentaire peut être l'aluminium (de préférence de pureté élevée).

L'invention concerne aussi un joint réalisé par mise en oeuvre du procédé de l'invention.

15 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront mieux de la description qui va suivre, faite en référence au dessin annexé sur lequel :

les figures 1a et 1b représentent la réalisation préliminaire d'un joint torique d'indium utilisé pour la
20 formation d'un joint selon l'invention ;

la figure 2 représente les différentes parties du joint avant le raccordement ; et

la figure 3 représente le joint terminé.

Comme l'indiquent les figures 2 et 3, le joint
25 selon l'invention est réalisé entre deux éléments qui sont respectivement sous forme d'une électrode 1 d'alliage d'aluminium et d'un monobloc 2 d'une matière vitrocéramique, ayant un trou 3 d'accès sur lequel l'électrode doit être placée de façon étanche. L'électrode 1 doit être soudée
30 sur ce monobloc 2 dans une étape de la fabrication d'un gyroscope à laser à cavité en une seule pièce. Ce monobloc 2 est formé de la matière précitée "Zerodur" et il est percé parallèlement à une surface 4 de montage afin qu'un passage 5 soit formé. Ce dernier, avec d'autres pas-
35 sages analogues percés dans le bloc, forment une cavité continue dans laquelle les faisceaux laser tournant en sens inverses se propagent. L'électrode 1 est représentée schéma-

tiquement sous forme d'un bloc ayant une surface plate tournée vers la surface 4 de montage du monobloc 2. L'électrode 1 peut être une anode ou une cathode, et l'invention convient à la fixation étanche d'une ou plusieurs anodes et de la cathode sur le monobloc vitrocéramique 2 du gyroscope à laser.

La surface de montage 4 ou chaque surface de montage du monobloc 2 est polie optiquement afin qu'elle soit transparente, avec une planéité de $\lambda/2$ par exemple.

10 La face d'étanchéité de l'électrode 1 est usinée afin que sa rugosité superficielle soit de l'ordre de $0,8 \mu\text{m}$ et qu'elle soit dépourvue de défauts superficiels. Ces caractéristiques de la surface d'étanchéité de la surface 4 de montage et de l'électrode 1 sont celles qu'on a utilisées pour la

15 formation de joints satisfaisants, mais elles ne sont pas primordiales pour la production de tels joints. Cependant, des précautions doivent être prises pendant la préparation des surfaces d'étanchéité afin que des irrégularités excessives de la surface, des rayures ou d'autres défauts soient évitées.

Le monobloc 2 et l'électrode 1 d'alliage d'aluminium sont soigneusement nettoyés par mise en oeuvre de techniques assurant l'enlèvement de toutes contaminations organiques et minérales des surfaces interne et externe. Chaque

25 élément 1 ou 2 est revêtu d'or par dépôt sous vide, par exemple sous forme d'une couche annulaire fermée 6 ou 7. La couche 7 entoure le trou d'accès 3 auquel elle est concentrique alors que la couche 6 a la même dimension que la couche 7 et recouvre directement celle-ci lorsque l'élément

30 1 est placé dans la position voulue sur l'élément 2. Il est essentiel que l'adhérence de l'or évaporé des couches 6 et 7 aux éléments 1 et 2 soit optimale.

Sur les figures 1a et 1b, un joint torique d'indium est formé d'un fil très pur d'indium 8 qui a été nettoyé

35 (les impuretés métalliques sont présentes par exemple à raison de moins de 15 ppm) par découpe des extrémités du fil 8 en direction inclinée et raccordement des extrémités

coupées par un joint 9 à recouvrement (figure 1b). Le diamètre du joint torique 10 résultant (figure 2) est choisi afin que le joint torique se trouve au milieu de chaque couche annulaire d'or déposée 6 ou 7.

5 Les deux éléments 1 et 2 revêtus d'or sont mis en contact afin que la bague 10 d'indium soit disposée entre les deux couches d'or 6 et 7. Une force dont l'axe d'application (repéré par la référence 11) est réglé avec précision afin qu'il soit perpendiculaire aux surfaces revêtues d'or
10 des éléments 1 et 2, est appliquée de manière que le joint torique d'indium 10 soit comprimé uniformément entre les couches d'or 6 et 7 à température ambiante.

Un joint satisfaisant nécessite un contact intime entre l'or pur et l'indium pur. Comme l'or ne forme pas
15 d'oxyde stable, la formation d'une surface d'or pur, sans impureté, ne pose pas de problème. Le dépôt sous vide constitue un procédé convenable et réglable satisfaisant à cet effet. Cependant, l'indium forme rapidement une couche d'oxyde et c'est cette couche qui doit être retirée afin que
20 l'indium pur soit exposé. Lors de l'application de la force de compression au joint torique 10 d'indium, l'indium métallique pur est écrasé et chassé en fait de sa couche d'oxyde et, étant donné la faiblesse de sa dureté intrinsèque, il s'écoule sur les couches d'or 6 et 7 en assurant un contact
25 entre des métaux purs.

Lorsque cette étape a été atteinte, il n'y a aucune barrière empêchant la diffusion entre l'or et l'indium et la formation d'une liaison à chaque interface indium-or.

L'effet d'une force de 10^4 Pa appliquée à un joint
30 torique de 19 mm de diamètre formé d'un film d'indium de 0,5 mm de diamètre est la mise de ce joint torique sous forme d'un anneau plat 12 (figure 3) ayant la forme d'une rondelle dont la largeur est d'environ 3 mm et l'épaisseur de 0,075 mm.

35 A ce moment, le joint hermétique résultant formé entre les éléments 1 et 2 a un débit de fuite d'indium inférieur à 5.10^{-11} torr.l/s, déterminé à l'aide d'un réflec-

tomètre de masse à hélium. Cependant, une autre étape est nécessaire à l'optimisation de la résistance mécanique du joint. Après la suppression de la force de compression, la résistance mécanique du joint est optimisée par chauffage à 140°C (c'est-à-dire à une température légèrement inférieure à la température de fusion de l'indium) pendant 12 h environ afin que la diffusion or-indium soit favorisée. L'effet catalytique d'une température élevée sur le processus de diffusion or-indium est inversement proportionnel au temps nécessaire à l'optimisation du joint. Le cycle de traitement thermique peut donc être exécuté à toute température qui ne risque pas de mettre en danger l'intégrité du joint. A la fin du traitement thermique, on peut observer des signes visibles de diffusion entre l'or et l'indium par observation de la région du joint à travers le bloc vitrocéramique 2.

Des essais réalisés sur de nombreux joints exécutés suivant la technique précitée montrent qu'ils peuvent satisfaire aux critères fixés pour les gyroscopes à laser à cavité en une seule pièce, indiqués précédemment car,

(i) leur herméticité vis-à-vis de l'hélium est meilleure que $5 \cdot 10^{-11}$ torr.l/s,

(ii) ils ne contaminent pas le mélange hélium-néon qui remplit la cavité du gyroscope à laser puisque les matières utilisées ont des tensions de vapeur pratiquement insignifiantes jusqu'à des températures de 140°C, des exemples de ces valeurs étant :

or 10^{-11} torr à 642°C

aluminium 10^{-11} torr à 368°C

alliage d'aluminium 10^{-11} torr à 540°C

(iii) ils présentent une caractéristique suffisamment élevée de résistance mécanique (cassure du joint entre l'électrode et le monobloc lors de l'application d'une force de pelage) pour que le facteur de sécurité soit supérieur à 50/1, par rapport à la limite nécessaire de résistance dans le temps,

(iv) malgré la grande différence des coefficients

de dilatation thermique de la matière vitrocéramique et de l'alliage d'aluminium, les joints résistent à des températures variant entre -40°C et $+130^{\circ}\text{C}$, sans dégradation des caractéristiques de résistance mécanique ou de fuite, 5 comme l'indiquent des essais effectués ensuite à température ambiante,

(v) ils ne nécessitent aucun ramollissement de l'une quelconque des matières impliquées dans le joint et, comme la température la plus élevée qui est nécessaire est 10 inférieure à la température de fusion de l'indium (157°C), cette technique se révèle idéale lors de l'utilisation de dispositifs de montage relativement simples qui permettent la réalisation répétée de joints, avec une expérience et un temps minimaux,

(vi) ils donnent des rendements de joints terminés, satisfaisant aux critères mécanique et d'herméticité, qui 15 dépassent 95 %,

(vii) comme aucune déformation notable de la matière "Zerodur" n'a lieu, ils conservent le profil externe du 20 monobloc et permettent ainsi la pleine utilisation de la précision obtenue par usinage, et

(viii) ils ne présentent pas de modification des contraintes appliquées dans le monobloc après la fin des joints, comme l'indiquent les principes et les techniques 25 de la photoélasticité.

En outre, le procédé décrit de formation de joints est utilisé de façon satisfaisante pour la fixation d'éléments d'acier inoxydable et d'alliage nickel-fer (connu sous le nom "Invar") sur des matières vitrocéramiques à faible 30 coefficient de dilatation, mais il convient aussi à la plupart des matières vitreuses (telles que les verres d'optique, d'autres matières vitrocéramiques et la silice fondue) et à la plupart des métaux.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de réalisation d'un joint entre deux éléments, caractérisé en ce qu'il comprend l'application d'une couche (6) d'un premier métal à l'un des éléments (1), l'ap-
5 plication d'une couche (7) du premier métal ou d'un second métal différent du premier sur l'autre (2) des éléments, la disposition d'un métal supplémentaire (10) entre les couches (6, 7) et l'application d'une force destinée à com-
primer le métal supplémentaire entre les couches et à former
10 ainsi un joint étanche entre le métal supplémentaire et chacune des couches.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, après l'application de la force, le joint est chauffé et maintenu à une température élevée qui est infé-
15 rieure à la température de fusion du métal supplémentaire (10) afin que la diffusion du métal supplémentaire et du premier métal, ou la diffusion du métal supplémentaire et du premier et du second métal, soit facilitée.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2,
20 caractérisé en ce que les couches (6, 7) sont appliquées sur les éléments respectifs (1, 2) par dépôt sous vide.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le premier métal est l'or, le platine ou le palladium, et il est appliqué sous
25 forme desdites couches (6, 7) sur les deux éléments (1, 2).
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le métal supplémentaire est l'indium ou l'aluminium.
- 30 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le métal supplémentaire (10), après compression entre les couches (6, 7) est mis sous forme d'un anneau, et le joint résultant a une forme annulaire.
- 35 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'anneau est formé à l'aide d'un tronçon de fil du métal supplémentaire (10) dont les extrémités sont découpées

et sont raccordées par un joint à recouvrement, l'ensemble formant un anneau.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les éléments (1, 2) sont
5 formés respectivement d'un métal et d'une matière de type vitreux.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que les éléments (1, 2) sont formés respectivement
10 d'un alliage d'aluminium et d'une matière vitrocéramique ayant un faible coefficient de dilatation thermique.

10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'un des éléments (1, 2) est formé d'acier inoxydable ou d'un alliage nickel-fer ayant un faible coefficient de dilatation thermique, et l'autre élément est une
15 matière vitrocéramique ayant aussi un faible coefficient de dilatation thermique.

11. Joint, caractérisé en ce qu'il est réalisé par mise en oeuvre d'un procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes.

20 12. Joint formé entre un premier élément (1) d'alliage d'aluminium et un second élément (2) d'une matière vitrocéramique, caractérisé en ce qu'il est formé par une première couche (6) d'or appliquée sur le premier élément (1), par une seconde couche (7) d'or appliquée sur le second élément (2) et d'une couche intermédiaire (10) d'indium placée entre les couches (6, 7) d'or, une diffusion
25 ayant eu lieu entre l'indium et l'or à chacune des deux interfaces or-indium.

13. Gyroscope à laser annulaire, caractérisé en ce
30 qu'il comporte une électrode d'alliage d'aluminium soudée sur un bloc vitrocéramique par un joint selon l'une des revendications 11 et 12.

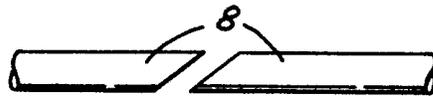


FIG. 1a

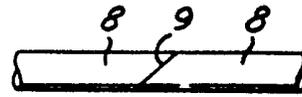


FIG. 1b

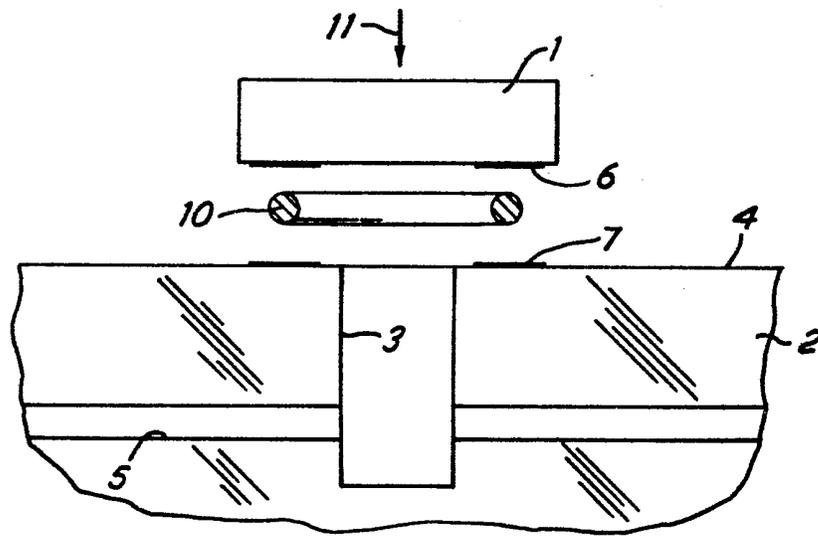


FIG. 2

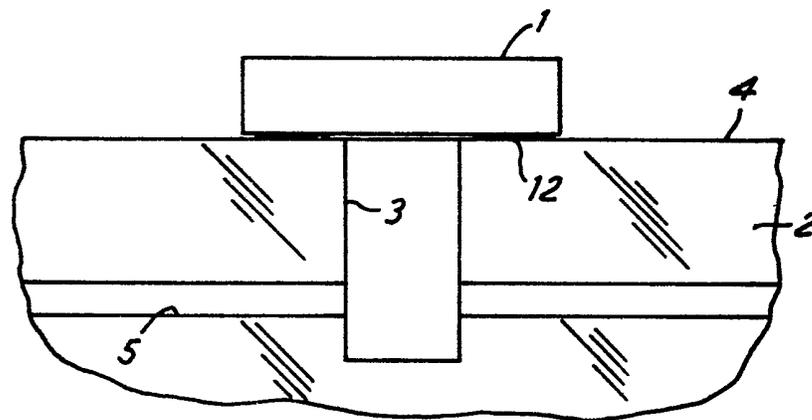


FIG. 3