

SPOJI STEKLA S KOVINO V VAKUUMSKI TEHNIKI

Alenka Šventner-Kosmos in Smiljan Jerič, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61111 Ljubljana

GLASS TO METAL SEALS IN VACUUM TECHNIQUE

ABSTRACT

The glass to metal seal enables vacuum tight permanent seal. A bond between glass and metal is formed by interaction on the contact surface, and can be direct or formed by an oxide layer. According to the grade of the matching between the expansion of the metal and glass, the matched and unmatched seals are known. Matching between the expansion of metal and glass avoids stresses in the seal. Stresses in seals are influenced also by the cooling rate from working conditions to the room temperature. Glass to metal seals, working techniques, and properties of matched and unmatched seals are presented.

POVZETEK

Ena od možnosti za permanentno spajanje v vakuumski tehniki je spoj med steklom in kovino. Ta vez je posledica interakcije na kontaktni površini in je lahko direktna ali pa poteka preko oksida. Glede na stopnjo ujemanja temperaturnih raztezkov kovine in stekla poznamo usklajene in neusklajene spoje. Ujemanje temperaturnih raztezkov prepreči napetosti v spoju. Na napetosti vpliva tudi hitrost ohlajanja s temperature izdelave spoja na sobno temperaturo. V članku je podan pregled spojev stekla s kovino, naštetih so postopki izdelave in opisane značilnosti usklajenih in neusklajenih spojev.

1 UVOD

Vakuumski sistemi so pogosto sestavljeni iz različnih komponent, ki se razlikujejo po materialu in obliki. Komponente med seboj povežemo z ustreznimi vakuumskimi spoji. Glede na trajnost lahko spoje delimo na /1/:

- trajne (permanentne)
- semipermanentne
- razstavljive

K permanentnim spojem spadajo tudi spoji stekla s kovino.

2 Spoji stekla s kovino

Spoje stekla in zlate folije so poznali že stari Egipčani /2/. Prvi vakuumsko tesni spoji platinske žice in mehkega stekla so se pojavili na začetku 19. stoletja. Bili so osnova za razvoj Edisonove žarnice, prvih elektronk, tudi rentgenskih. Uporaba spoja se je razširila v industriji žarnic, elektronk, polprevodniških elementov in vakuumskih naprav. Platino so zamenjale druge kovine, največkrat posebne vrste jekel (FeNi, FeNiCo, FeNiCr) v kombinaciji z ustreznimi stekli.

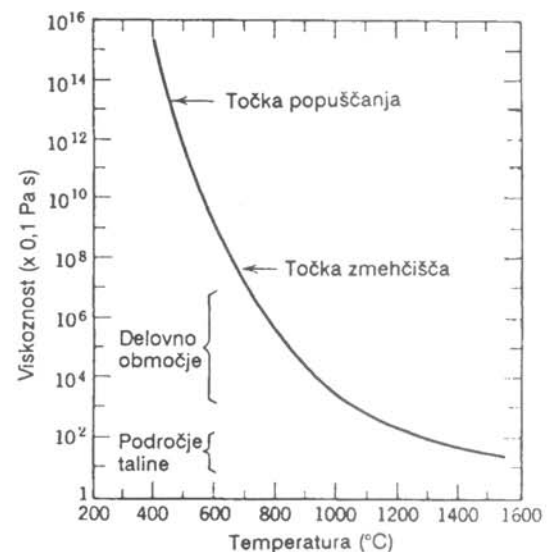
Da bi dobili vakuumsko tesen spoj stekla s kovino, morajo biti izpolnjeni naslednji pogoji /1/:

1. Dobra adhezija med kovinsko površino in steklom
2. Temperaturna razteznostna koeficienta stekla in kovine se morata ujemat, ali pa moramo uporabiti plastične in elastične lastnosti nekaterih kovin

3. Kontrolirati moramo proces hlajenja, da čimbolj zmanjšamo napetosti v spoju
4. Izbrati moramo obliko spoja, ki zagotavlja minimalne in nenevarno orientirane napetosti

Dobro vez med steklom in kovino dobimo samo, če na kontaktni površini pride do interakcije. Marsikje ta mehanizem še ni teoretično razložen. Eksperimentalni rezultati potrjujejo, da je adhezija stekla s kovino posledica direktne vezi ali pa vezi preko oksida.

Pri direktni vezi stekla s kovino nimamo vmesne prehodne plasti. Tak spoj je lahko vakuumsko tesen, vendar vez navadno ni močna. Spoji stekla s kovino so mehansko trdnjši, če je med njima plast oksida. Slednja vsebuje mešanico nižjih oksidov na površini kovine do višjih, ki se topijo v steklu. Zanesljivost spoja določa debelina (100-1000 Å) in vrsta oksida ter enakomernost plasti.

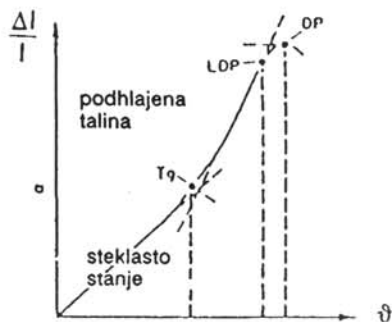


Slika 1. Temperaturna odvisnost viskoznosti pri trdem steklu /3/

3 Ekspanzijsko ujemanje

Glede na ujemanje temperaturnih raztezkov stekla in kovine razlikujemo:

- a) **usklajene spoje:** sestavljeni so iz komponent, ki imajo enake toplotne raztezke
- b) **neusklajene spoje:** različne raztezke kompenziramo s plastično deformacijo kovine ali z velikimi tlačnimi napetostmi, ki delujejo na steklo.



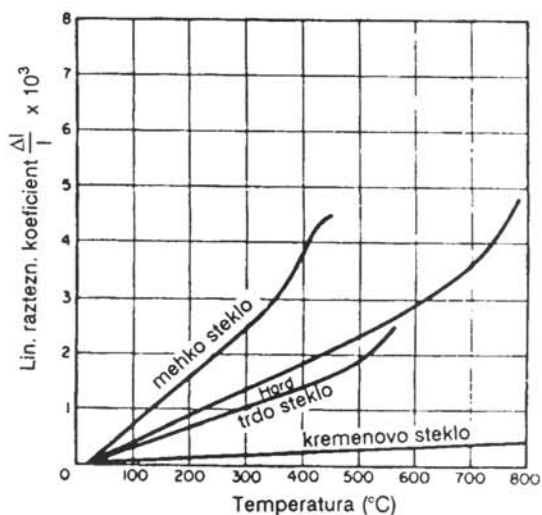
Slika 2. Relativni temperaturni raztezek stekla, T_g , DP in LDP [1]

T_g temp. prehoda iz stanja podhlajene tekočine v steklasto stanje

LDP, DP deformacijska temp.

$\Delta l/l = \alpha \cdot T$ relativni raztezek

$\Delta l/l \cdot 1/\Delta T =$ termični razt. coef

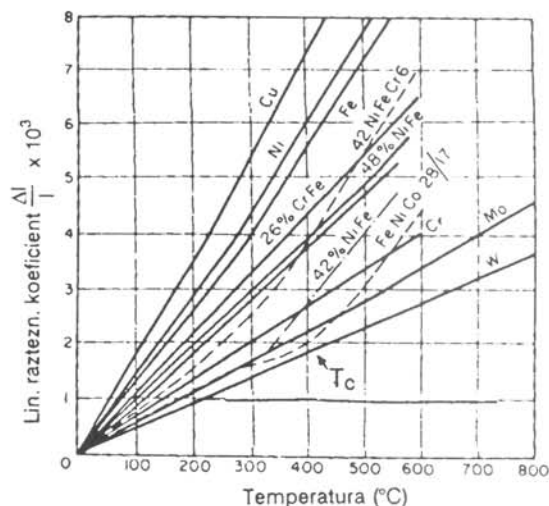


Slika 3. Raztezek mehkih, trdih in kremenovega stekla v odvisnosti od temperature [1]

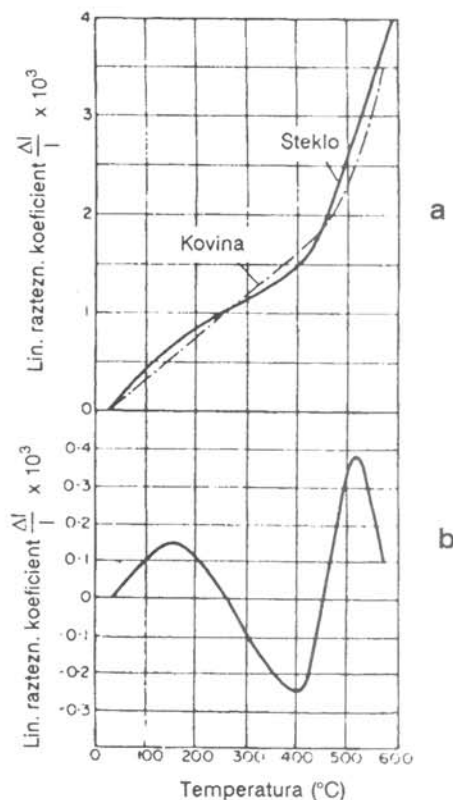
Mehka stekla: temperaturni razteznostni koeficient $> 60 \cdot 10^{-7} K$

Trda stekla: temperaturni razteznostni koeficient $< 60 \cdot 10^{-7} K$ [4]

V posameznih primerih kovino pred spajanjem s steklom prevlečemo s plastjo druge kovine, da dobimo spoje z bolj usklajenimi raztezki. Na sliki 1 je prikazana temperaturna odvisnost viskoznosti za trdo steklo, ki je ena od osnov za oblikovanje stekla [3]. V področju taline je viskoznost 5-50 Pa.s, v delovnem območju pa je večja: 10^3 - 10^7 Pa.s, v območju popuščanja je še večja: $10^{11,5}$ - $10^{12,5}$ Pa.s. Viskoznost je primarna lastnost, ki določa temperaturno območje obdelave in popuščanja notranjih napetosti stekla. Praktične operativne točke določimo z merjenjem viskoznosti (slika 1). Najbolj pogosto definiramo točko popuščanja: to je temperatura, pri kateri se notranja napetost bistveno zmanjša v 15 minutah (ekvivalentna viskoznost je $10^{12,6}$ Pa.s) in točko zmečičišča, ki je pri viskoznosti $10^{6,6}$ Pa.s.



Slika 4. Termični raztezki kovin in zlitin, uporabnih za spoje s steklom [1] (T_c - Curiejeva temp., t.j. temp. prehoda iz feromagnetnega v paramagnetno stanje)



Slika 5. a) Precej dobro usklajeni dilataciji za steklo in kovino omogočata spoj, b) Razlike v raztezkih med gradnikoma spoja [1]

Pri termičnih raztezkih kovin in stekel ne primerjamo le posameznih vrednosti, ampak celotno dilatacijsko karakteristiko. Do upogibne točke T (transformacijska temp.) je raztezek stekel linearno odvisen od temperature (sliki 2 in 3).

Pri višjih temperaturah raztezek narašča hitreje. Pri čistih kovinah razteznost s temperaturo linearno narašča, pri nekaterih zlitinah je do upogibne točke linearen (T_c Curiejeva temp.), nad njo pa narašča hitreje (slika 4).

Potek razlike med raztezki kovine in stekla najbolje predstavimo s krivuljami (slika 5), ki jih dobimo iz dilatacijskih. Različen potek raztezkov povzroča napetosti in njihovo prehajanje iz tlačnih v natezne med ohlajanjem od temperature spajanja na sobno temperaturo; za steklo je najbolje, da je ves čas tlačno obremenjeno.

4 Kontrola ohlajanja, popuščanje

Hitrost ohlajanja zelo vpliva na trdnost spoja stekla s kovino. Pri visokih temperaturah relativno nizka viskoznost stekla ne omogoča razvoja napetosti. Pri hlajenju viskoznost močno naraste in ne more priti do izravnanja napetosti, nastalih zaradi razlik v skrčkih posameznih delov. Posledica so napetosti, ki med ohlajanjem spremenijo vrsto in velikost. Take prehodne napetosti so lahko velike, vendar ne smejo presežati meje, pri kateri steklo počni ali pa popusti vez med steklom in kovino. Končne napetosti v spoju morajo biti tlačne in čim manjše.

Tabela 1: Pogoji popuščanja spojev steklo-kovina /1/

tip stekla	debelina (mm)	t* (min)	hitrosti hlajenja
trda stekla	< 3	10	od 600°C max. 15°C/min (za perfektno popuščanje 1°C/min.)
	3-12	10-20	3°C/min do 300°C, nato naravno hlajenje
mehka stekla	< 2	10	od 500°C 10 - 15°C/min
	2-10	10-20	3°C/min do 250°C, nato naravno hlajenje

* zadrževalni čas pri temperaturi popuščanja

Mehka stekla:

- soda-apno-silikatna stekla
- Pb-alkalno-silikatna stekla

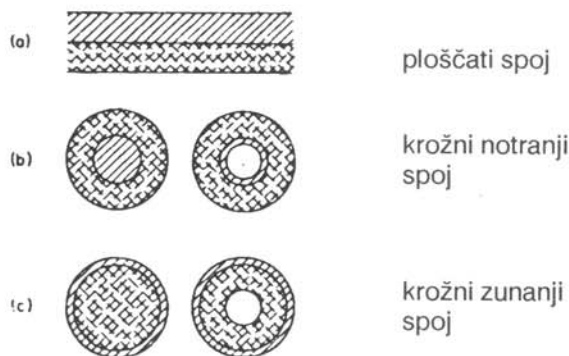
Trda stekla:

- Al-borosilikatna
- borosilikatna /5/

5 Oblike spojev

Oblika lahko odločilno vpliva na lastnosti spoja. Osnovne geometrijske oblike so: a) ploščati spoj, b) krožni notranji spoj, c) krožni zunanji spoj (slika 6). Celoten spoj je sestavljen iz enega ali več takih elementov.

Pri ploščatem spoju (a) je kontaktna površina med steklom in kovino ravnina. Notranji spoj (b) ima kovino znotraj stekla, zunanji (c) pa zunaj.



Slika 6. Osnovne oblike spojev stekla s kovino /1/

6 Izdelava spoja

Postopki pri izdelavi spoja steklo-kovina obsegajo:

- pripravo kovinskih delov (oblikovanje, čiščenje, razplinjevanje, oksidacija)
- pripravo steklenih delov (rezanje, oblikovanje, čiščenje)
- spajanje kovine s steklom
- dokončanje spoja (čiščenje).

Material za kovinske dele oblikujemo in končno mehansko (peskanje) ter kemično obdelamo površino. Kovinske dele razplinimo v vakuumu ali v vodiku, da spoj ne vsebuje mehurčkov.

Da bi dobili močno vez in tesen spoj, mora največ kovin imeti oksidirano površino. V ta namen kovinske dele segrejemo v plamenu gorilnika, v peči ali z električnim gretjem. Temperaturo, čase segrevanja in atmosfero izberemo za vsak primer posebej.

Koristno je, če spoj izdelamo v dveh stopnjah: najprej oksidiramo kovino, nato pa naredimo spoj. To storimo posebno pri kovinah, kjer je hitrost oksidacije kritična in jo težko kontroliramo.

Da bi se izognili vključkom v spoju, moramo steklene dele pred spajanjem zadovoljivo očistiti. Ostanke anorganskih materialov na steklu ne zgorijo v plamenu, ampak ostanejo vgrajeni v njem. To lahko povzroči lokalne napetosti v spoju.

Za segrevanje kovinskih in steklenih delov med spajanjem, predgretjem in popuščanjem uporabljamo plamenske ali električne postopke.

Plamenske tehnike uporabljamo pri ročno izdelanih spojih in pri spojih z visoko stopnjo avtomatizacije pri obdelavi. Električno uporabno gretje lahko uporabljamo le v primerih, kjer oblika kovine omogoča enakomerno gretje. Uporabljamo tudi indukcijsko gretje, pri katerem kovinski del segreje tudi steklo. Ko postane mehko, se oblikuje s pihanjem, centrifugalno ali z gravitacijo.

7 Neuskklajeni spoji

Pri spajanju kovin in stekel, ki imajo preveč različne raztezne koeficiente za kvaliteten usklajen spoj, lahko uporabimo specialne tehnike. Napetosti, ki se razvijejo v ekspanzijsko neuskklajenih spojih, zmanjšamo bodisi z deformacijo (elastično ali plastično) kovine ali pa tako, da so vse nastale napetosti v steklu tlačne (kompresijske). Prva vrsta spojev so Housekeeperjevi, druga pa tlačni.

7.1 Housekeeperjevi spoji

Naredimo jih lahko s katerokoli vrsto stekla, če le materiali ustrezajo naslednjim pogojem:

1. Raztezek kovinskega dela mora biti večji od razteška stekla, kar omogoča tlačne napetosti na površino steklo-kovina.
2. Kovina mora biti dovolj mehka in tanka, da se lahko plastično deformira in tako sledi dimenzijskim spremembam med ohlajanjem spoja.
3. Kovina mora tvoriti močno vez s steklom.
4. Oblika in dimenzije spoja morajo biti zasnovane tako, da zagotavljajo veliko kontaktno površino med kovino in steklom. Izogibati se moramo nateznim napetostim v kateremkoli delu spoja.

Kovine, ki ustrezajo tem pogojem so baker, platina, jeklo in molibden.

7.2 Tlačni spoji stekla s kovinami

Slabo ujemanje med raztezkoma stekla in kovine lahko v nekaterih primerih premostimo z oblikovanjem spoja, ki na steklo deluje samo s tlačnimi silami. Različni tlačni spoji so predstavljeni na sliki 7.

Poznamo naslednje kombinacije tlačnih spojev stekla s kovino /2/:

1. Temperaturni raztezni koeficient α_1 zunanega kovinskega obroča ali dela ohišja je enak koeficientu stekla α_2 (ta dva tvorita usklajen spoj) in je večji od koeficienta prevodnice α_3 :

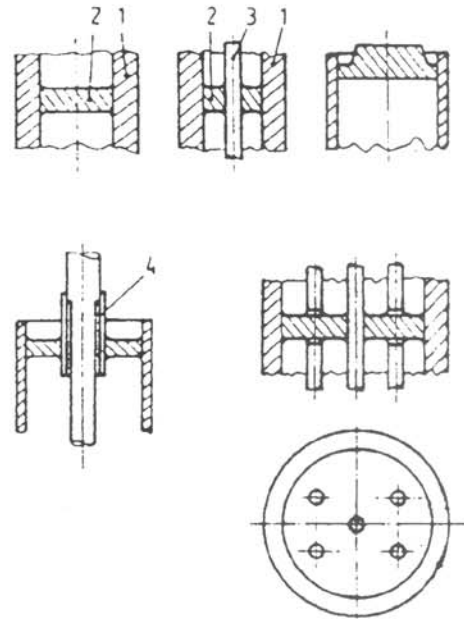
$$\alpha_1 = \alpha_2 > \alpha_3$$

2. Temperaturni raztezni koeficient zunanega kovinskega obroča ali dela ohišja α_1 je večji od koeficienta stekla α_2 , ki pa je enak koeficientu prevodnice α_3 . Prevodnica in steklo tvorita usklajen spoj:

$$\alpha_1 > \alpha_2 = \alpha_3$$

3. Temperaturni raztezni koeficient obroča ali ohišja α_1 je enak koeficientu prevodnice α_3 , vendar večji od koeficienta stekla α_2 :

$$\alpha_1 = \alpha_3 > \alpha_2$$



Slika 7. Shematski prikaz različnih oblik tlačnih spojev (1 - zunanji kovinski obroč, 2 - steklo, 3 - prevodnica, 4 - kovinska cev) /2/

Tehnologijo izdelave tlačnih spojev stekla s kovino smo pri razvoju in proizvodnji subminiaturnih hermetičnih relejev, tenziometrov in prevodnic osvojili tudi na IEVT. Taki spoji so mehansko odporni. Prenesejo velike tokovne obremenitve in temperaturne šoke, vendar le, kadar je temperaturna obremenitev usmerjena od prevodnice navzven. Kadar ta pogoj ni izpolnjen, se pojavijo razpoke ob prevodnici in pride do porušitve spoja.

8 Sklep

Spoji stekla s kovino so ena od možnosti za permanentno spajanje komponent v vakuumski tehniki. Pri izdelavi takega spoja moramo med drugim upoštevati stopnjo usklajenosti toplotnih raztezkov obeh gradnikov. Glede na to razlikujemo usklajene in neuskklajene spoje. Poskrbeti moramo za primerno popuščanje in obliko spojev.

9 Literatura

- /1/ A. Roth, Vacuum Sealing Techniques, Pergamon Press, Oxford, 1966
- /2/ M. Jenko, Zbornik predavanj simpozija o elektronskih sestavnih delih na materialih, SD-86, Otočec 1986, 327-330
- /3/ W. D. Kingery, Introduction to Ceramics, John Wiley and Sons, New York, London, Sidney, 1967, 572-573
- /4/ Zbornik predavanj: Osnove vakuumske tehnike, urednik dr. J. Gasperič, založilo DVTS, Ljubljana 1984
- /5/ W. H. Kohl, Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1967, 10