

## Glas-Metall-Verbindungen, eine Technologie, die keine Kompromisse verträgt

von Ingo Schmerda Teil 2 des Artikels aus den VDG N 03-2012

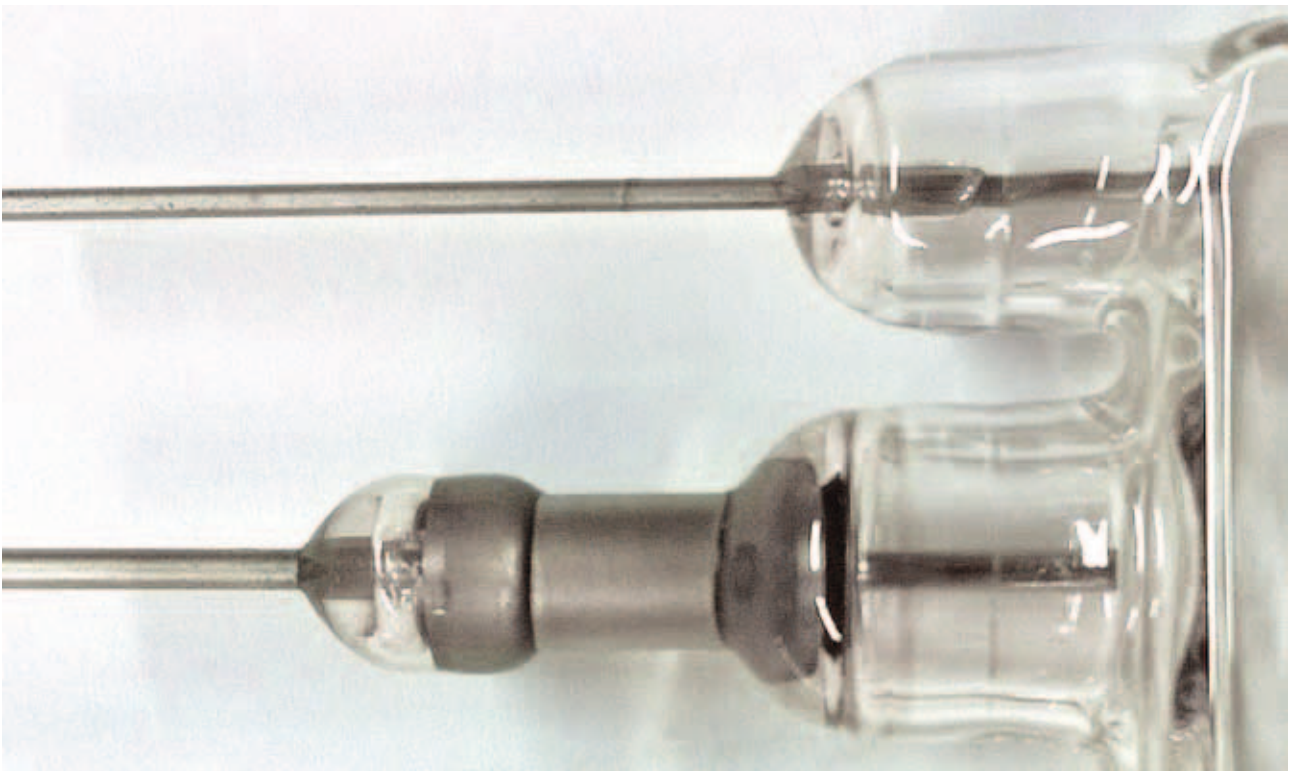
### Verschiedene Arten bzw. Herstellungsweisen von Glas-Metall-Verschmelzungen (GMV)

#### 1. Draht- oder Stiftverglasung

Ein Draht oder Stift wird in der Flamme oxidiert und anschließend kommt eine Glashülse darüber. Diese wird langsam fest geschmolzen, von links nach rechts, und zwar so, dass die Luft langsam entweichen kann. Dabei neigt die Glashülse dazu kürzer zu werden. Dies lässt sich vermeiden, indem man die Hülse rechts vorher kurz anheftet. Die Farbe des Metalls soll idealerweise mausgrau sein. Wird es schwarz, so hat sich nicht genügend Oxid aus dem Metall herausgelöst. Oftmals hilft es dann, das Glas nochmal richtig durchzuschmelzen, dies kann mehr Oxid herauslösen. Einige Erfahrung gehört dazu, reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen. Das so entstandene Teil kann nun als Stromdurchführung, beispielsweise für eine Röhre, dienen. Kommt die Kombination Glasart 8250 mit der Metallart Vacon 10 zum Einsatz, kann sogar die ganze Röhre aus diesem Glas bestehen. Dieses Verfahren erspart Schachtelhalme und ist recht praktikabel. Beide Materialien sind gut zu bekommen. 8250 ist ein Glas von Schott, Vacon 10 hingegen kann man von der englischen Firma Goodfellow beziehen. Aus mehreren solcher verglasten Metallstifte kann, kreisförmig angeordnet, entweder mit Hochfrequenz oder mit einer Pressform, mit zusätzlichem Glas in Glasring- oder Stabform, eine mehrpolige Stromdurchführung hergestellt werden.

#### 2. Glasrohr-Metallrohr-Anglasung

Soll ein Glasrohr mit einem Metallrohr verbunden werden, so wird das Metallrohr an einem Ende angeschärft. Beim Glasrohr verstärkt man idealerweise die Wanddicke etwas und treibt leicht auf. Anschließend wird das Metallrohr mit scharfer kleiner Brauseflamme erhitzt und dann, bei größeren Durchmessern an der Drehbank, an das Glasrohr herangefahren und weiter in die Wand des Glasrohres hineingeschoben. Dabei muss das Metall richtig glühen. Ist die gewünschte Position des Metalls erreicht, geht man mit der Flamme sofort auf das Glas, um alles richtig zu verschmelzen und zu verarbeiten. Außerdem lösen sich hierbei noch die, für die Haltbarkeit notwendigen Oxide aus dem Metall. Wird das Metall zu stark erhitzt, verbrennt es und blättert ab. Die Glaswand muss das Metallrohrende außen und innen umschließen. Die Farbe des Metalls sollte nach Abkühlung wieder mausgrau sein.



Kombinierte Glasrohr-Metallrohr-Anglasung und Stiftverglasung

### 3. Arbeiten mit Hochfrequenz

Das Prinzip eines Mikrowellenherdes ist allgemein bekannt. Die Moleküle des Eisens werden durch die Mikrowellen so stark in Schwingung versetzt, dass es heiß wird. Zunehmende Wärme ist nichts anderes als höhere Schwingung der Moleküle, umgekehrt bedeutet abnehmende Wärme geringere Schwingung der Moleküle. Am absoluten Tiefpunkt, bei  $-273^{\circ}\text{C}$ , schwingt nichts mehr. Wo nichts mehr schwingt, kann es deswegen auch in der Temperatur nicht mehr tiefer gehen. Nach einem ähnlichen Prinzip funktioniert die Hochfrequenztechnik bei GMV. Mit Hilfe einer Hochfrequenzspule aus Kupfer, welche das herzustellende Werkstück an dem zu erhitzenden Metall umschließt, wird das Metall induktiv erhitzt. Dabei geraten die Moleküle des Metalls dermaßen in Schwingung, dass es zur Rotglut kommt. Durch diesen Effekt wird das anliegende Glas heiß genug, dass es mit dem Metall eine exzellente Verbindung eingeht. Ein großer Vorteil dieser Methode ist die hohe Präzision. Beim Verschmelzen wird nichts bewegt, somit lassen sich die Einzelteile sehr gut mit Vorrichtungen, Lehren oder Formen genau in der gewünschten Position fixieren. Die Funktionsweise des Verfahrens ist an gewisse Bedingungen gebunden: Entweder muss das zu verschmelzende Metall magnetisch sein, oder die Schwingung muß auf ein kreisförmiges oder kreisähnliches Metallteil wirken. Eine andere Arbeitsweise benötigt Formen aus Graphit (z.B. für präzise geformte Stromdurchführungen). Graphit ist bei hoher Spannung ein elektrischer Leiter, deswegen funktioniert es auch hiermit.

### 4. Quetschung bzw. Sonderform einer Glasrohr-Metallrohr-Anglasung

Eine Möglichkeit, eine GMV herzustellen, ohne dass Ausdehnungskoeffizient und -kurve übereinstimmen, also mit völlig gegensätzlichen thermischen Eigenschaften, besteht darin, dass man z.B. Molybdänfolie verwendet und diese in Quarzglas einquetscht. Hier stimmen die Ausdehnungskoeffizienten nicht überein, es hält aber trotzdem. Der Grund liegt in der geringen Dicke der Folie. Die Masse, die ausreichen würde, sich beim Abkühlen wesentlich zusammenzuziehen bzw. gegen die deutlich größere Masse Glas mechanisch etwas zu bewirken, reicht nicht aus. Das Metall hat aber genügend Flexibilität, den Ausdehnungsunterschied auszugleichen. Etwas Ähnliches lässt sich bei einer Glasrohr-Metallrohr-Anglasung erreichen. In diesem Fall wird die Wandstärke des Metallrohres hauchdünn angeschärft, so dass hier auch fast eine Art Folie entsteht, die sich den thermischen Eigenschaften des Glases anpassen kann, wie bei der oben beschriebenen Quetschung.

## **Verschiedene Gläser und Metalle**

Die schon erwähnte Kombination der Materialien Glas 8250 mit dem Einschmelzmetall Vacon 10 ist für viele Anwendungen, vor allem im Röhrenbau, hervorragend geeignet. Vacon 10 mit der Zusammensetzung Fe 54%, Ni 28% und Co 18% ist auch magnetisch, läßt sich deswegen sehr gut mit Hochfrequenz erhitzen. Außerdem ist es ausgezeichnet mechanisch zu bearbeiten. Das Glas 8250 lässt sich ebenfalls mit Molybdän mit Drahtstärken bis 2 mm verbinden. Spezialanwendungen benötigen andere Kombinationen, darauf wird im Folgenden eingegangen. Einige spezielle Einschmelzlegierungen, meist auf der Grundlage von Nickel-Eisen, Nickel-Eisen-Chrom, Eisen-Chrom oder Eisen-Nickel-Kobalt basierend, sind durch ihre Markenzeichen bekannt, wie beispielsweise Kovar, Vacon, Vacovit oder Nilo-K. Andere Legierungen gibt es reichlich, für eigene Spezialanwendungen von Firmen beispielsweise. In Tabelle 1 erkennt man am Ausdehnungskoeffizienten von 9,2 (AR = 9,0), dass Vacovit 485 die geeignete Legierung für AR-Glas ist.

Die Manteleinschmelzdrähte in der Tabelle 1 sind so aufgebaut, dass die Seele bzw. der Kern der Drähte aus einer Speziallegierung besteht, diese sind hinsichtlich ihrer thermischen Wärmeausdehnung bestimmten Einschmelzgläsern angeglichen. Der Mantel dieser Drähte besteht aber aus Metallen, die sehr gut an Gläsern haften und sich mit diesen äußerst haltbar und fest verbinden lassen. Mantelmetalle dieser Art sind Platin und Kupfer. Platindraht kann man auch gut in Borosilikatglas 3.3 einschmelzen. Allerdings muß man mit der Flamme vorsichtig sein: Sie darf nicht zu heiß (über  $1772^{\circ}\text{C}$ ) eingestellt werden, sonst schmilzt der Draht. Diese Verschmelzung ist jedoch nur gasdicht, nicht vakuumdicht. Dünne Drähte werden erst mit einer Perle aus einem kurzen Stück Kapillarrohr umschmolzen, bevor das Ganze in ein Glasrohr eingeschmolzen wird.

Tabelle1: Einschmelzlegierungen und Manteldrahnten

Bezeichnung	$\Lambda_{20-100}$ $\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\Lambda_{20-500}$ $\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	Zusammensetzung in %
Vacon 10	5,9	6	Ni 28, Co 18, Fe 54
Vacon 12	5,7	5,9	Ni 29, Co 17, Fe 54
Vacovit 426	6,9	11,4	Ni 42, Cr 6, Fe 52
Vacovit 485	9,2	11,3	Ni 48, Cr 5, Fe 47
Vacovit 540	10,6	10,8	Ni 54, Fe 46
Vacovit 509	9,1	9,7	Ni 49, Cr 1, Fe 50
Nilo K	5,8	6	Ni 19, Co 17, Fe 54
Kovar	5,8	6	Ni 28, Co 18, Fe 54
Pt-Mantel	9	k. A.	Kern: Ni 48, Fe 52; Mantel: Pt
Cu-Mantel	k. A.	Radial 9,0 Axial 6,3	Kern: Ni 42, Fe 58; Mantel: Cu

$\Lambda$  = thermischer Langenausdehnungskoeffizient im Temperaturbereich

Unter Einschmelzglasern versteht man, im Gegensatz zu den normalen Gerate- und Apparateglasern, all die Glassorten, in die bestimmte Metalle oder Legierungen weitgehend spannungsarm eingeschmolzen werden konnen. Diese Formulierung ist allerdings nicht so starr, dass sie keine Ausnahmen zulasst. Im Gegenteil, es gibt eine ganze Reihe ausgesprochener Gerateglaser, die sich ohne Verwendung eines Einschmelz- oder Zwischenglases sehr haltbar mit bestimmten Metallen oder Legierungen verschmelzen lassen. Die Moglichkeiten einer direkten Einschmelzung von Metall in ein Gerateglas sind allerdings besonders bei starken Metallteilen sehr begrenzt. Es konnen also meist nur dunne Drahnte eingeschmolzen werden.

Die Einschmelzglaser sind meist fur ein ganz bestimmtes Einschmelzmetall hergestellt. Bei der Entwicklung wurde besonderer Wert auf einen konstanten Ausdehnungsverlauf gelegt. Neben der Konstanz des Ausdehnungskoeffizienten sollen derartige Glaser eine moglichst groe elektrische Isolationsfahigkeit besitzen, da sie in den meisten Fallen als Isolierung bei Stromdurchfuhungen verwendet werden. Sie sollen sich gut in der Flamme verarbeiten lassen und ausreichend chemisch bestandig sein, um auch Anforderungen im Laboratorium zu erfullen.

Tabelle 2: Einschmelzmetalle

Bezeichnung	$\Lambda_{20-100}$ $\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\Lambda_{20-500}$ $\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	Schmelzpunkt °C
Platin	9,1	9,5	1772
Palladium	11,9	12,7	1556
Kupfer	16,5	18,5	1083
Reineisen	12,5	14	1530
Molybdan	5,5	5,7	2630
Wolfram	4,4	4,6	3450
Gold	14,2	k. A.	1063

Die Einschmelzgläser lassen sich in verschiedene Ausdehnungsstufen gruppieren. Angefangen von den Metallen mit extrem niedrigen Ausdehnungen, ergeben sich folgende Gruppen:

- a) Wolframeinschmelzgläser mit einem mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa  $3,9 - 4,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- b) Molybdäneinschmelzgläser mit einem mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa  $4,5 - 5,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- c) Nickel-Eisen-Kobalt-Einschmelzgläser mit einem mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa  $4,8 - 6,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- d) Platin-Nickel-Eisen-Chrom, Eisen-Chrom und Nickel-Eisen-Einschmelzgläser mit einem mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa  $8,5 - 10,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- e) Kupfer -und Platinmanteldraht-Einschmelzgläser mit einem mittleren thermischen Ausdehnungs-koeffizienten von etwa  $9,1 - 10,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- d) Eiseneinschmelzgläser mit einem mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten von etwa  $11,0 - 13,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Neben den reinen Einschmelzgläsern gibt es noch eine Anzahl sogenannter Übergangsgläser. Sie haben die Aufgabe, Ausdehnungsunterschiede zwischen dem Metalleinschmelzglas und dem Geräteglas auszugleichen. Reine Einschmelzgläser werden in der Regel nur als Wickelgläser in Stabform oder aber als Röhrengläser in kleinen Abmessungen geliefert. Das Glasteil muss also immer aus einem, dem Ausdehnungskoeffizienten naheliegenden Geräteglas hergestellt werden. Der Übergang vom Einschmelzglas zum Geräteglas kann daher, je nach Ausdehnungsunterschied, direkt erfolgen, oder es muss bei einem größeren Ausdehnungsunterschied ein Zwischenglas verwendet werden. Um unnötig große Spannungen an den Übergangszonen zu vermeiden, soll die Ausdehnungsabstufung möglichst klein sein.

Bei der Zusammenstellung einer Verschmelzkombination ist es in jedem Fall sinnvoll, in dem durch das Einschmelzmetall gegebenen Ausdehnungsbereich zu bleiben. Das heißt, man wird beispielsweise bei der Einschmelzung von Wolfram (Ausdehnungskoeffizient ca.  $4,4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) keinen abnormal großen Übergang machen, sondern man wird ein, dem Ausdehnungskoeffizienten naheliegendes Geräteglas, wie Borosilikatglas 3.3 wählen. Für Gläser mit einem verhältnismäßig großen thermischen Ausdehnungskoeffizienten wird man aber ein Einschmelzmetall wählen, das diesen Gläsern etwa entspricht. Für normale Gläser dieser Art kommen Einschmelzmetalle wie Platin, Platinmanteldrähte oder Nickel-Eisen-Legierungen in Betracht.

## Wolframeinschmelzung

Wolfram ist ein schwierig zu bearbeitendes und kaum lötbare Metall. Es hat jedoch den großen Vorteil, dass es in Drahtstärken bis zu 3mm direkt in Borosilikatglas 3.3 eingeschmolzen werden kann. Die Verglasung des Wolframs kann in all diesen Fällen durch Perlenwickeln oder durch Überfangen mit Hilfe eines Röhrchens vorgenommen werden. Beide Methoden sind bei der Wolframverglasung gleich gut.

Für das Einschmelzen massiver Wolframteile oder für die Anglasung von Wolframrohren müssen hingegen ausgesprochene Wolframeinschmelzgläser verwendet werden. Für Wickeleinschmelzungen oder für eine Rohranglasung sind speziell die weicheren Wolframeinschmelzgläser, etwa in der Art des Einschmelzglas 8448 von SCHOTT sehr zweckmäßig. Der Übergang vom jeweiligen Einschmelzglas zum eigentlichen Geräteglas (Borosilikatglas 3.3) kann in der Regel immer direkt, ohne Zwischenglas, erfolgen. Die Voroxidation des jeweiligen Wolframteiles und die Einschmelztechnik sind einwandfrei, wenn das in Glas eingebettete Wolframteil orangerot bis rehbraun erscheint. Zeigt sich das eingeschmolzene Metall jedoch wesentlich dunkler, so war die Oxidation zu stark oder die Metalloberfläche nicht absolut sauber.

Wofür wird dieser Aufwand betrieben und warum wird daraus eine solche Wissenschaft gemacht? Könnte man nicht auf den einen oder anderen Arbeitsschritt bei der Vorbehandlung der Metalle verzichten? Man kann sicher hier und da etwas weglassen, z.B. das Wasserstoffglühen oder das Sandstrahlen, dies schlägt sich jedoch auf jeden Fall in der Qualität der Röhre bzw. ihrer Lebensdauer nieder.

Das Wissen um die zuvor behandelten Themen und ihre konsequente Einhaltung ist eine der Voraussetzungen für ein wirklich gutes und lange haltbares Vakuum in einer Röhre.