

# DESENVOLVIMENTO DE VIDROS SOLDA PARA CONFEÇÃO DE JUNÇÕES METAL-VIDRO

Maria Silvia Gorski e Wanderley de Lima  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - CNEN/SP

## RESUMO

*Desenvolveu-se vidros solda na forma de pó para confecção de junções metal-vidro, utilizados em componentes eletro-eletrônicos que normalmente, são submetidos à alto-vácuo e tratamentos térmicos. Os metais e vidros usados nessas junções possuem coeficientes médios de expansão térmica que variam de  $(9,0 \text{ à } 10,8) \cdot 10^{-6} / K$ . Boas aderências foram obtidas com os vidros solda com expansão térmica cerca de  $(0,5 \text{ à } 1,0) \cdot 10^{-6} / K$  menor do que a dos materiais envolvidos nas junções. Os melhores resultados para testes de estanqueidade e tratamentos térmicos apresentaram coeficientes médios estimados em  $(9,4; 8,3 \text{ e } 8,5) \cdot 10^{-6} / K$ , temperaturas de amolecimento de  $395 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $430 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $480 \text{ }^\circ\text{C}$  e de solda em  $420 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $480 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $520 \text{ }^\circ\text{C}$ .*

## INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de vidros solda para junções vidro-metal começou há algumas décadas, com a confecção de válvulas para rádios, tendo sido amplamente explorada em componentes para aplicações elétricas [1].

O objetivo deste trabalho é apresentar alguns resultados de vidros solda desenvolvidos no IPEN, que foram utilizados na confecção de detectores halogenados do tipo Geiger-Muller [2]. Descreve-se as composições dos vidros solda e o procedimento técnico envolvido no processo de soldagem.

**Considerações:** A fluidez necessária para a junção entre duas superfícies depende do ajuste entre as partes, do tipo de vidro solda e do tempo de solda. Porisso, a viscosidade e a expansão térmica do vidro solda são duas propriedades importantes a serem consideradas.

As conexões com vidros solda possuem viscosidades entre  $10^4$  e  $10^6$  dPas no intervalo de temperatura de  $400 \text{ à } 700 \text{ }^\circ\text{C}$ , de acordo com suas expansões térmicas. Como resultado, as temperaturas de transformação que limitam as temperaturas operacionais das conexões são obtidas em um intervalo entre  $300 \text{ e } 500 \text{ }^\circ\text{C}$  [3]. A soldagem realizada em baixas temperaturas, que correspondem à mínima viscosidade, exige um tempo grande para que o fluxo da solda seja suficiente para se obter uma boa conexão.

Para conexões mecanicamente estáveis e herméticas, é necessário que os coeficientes de expansão térmica das partes envolvidas na junção sejam compatíveis e a expansão térmica do

vidro solda seja cerca de  $0,5 \text{ a } 1,0 \cdot 10^{-6} / K$  menor do que as partes a serem soldadas.

A interdependência entre temperatura de solda e expansão térmica, implica que a temperatura de solda aumenta com a diminuição do coeficiente de expansão, ou seja, quanto menor o coeficiente de expansão do material, maior a temperatura de solda necessária. Geralmente esta interdependência pode ser avaliada pela equação aproximada:

$$T \approx 900 - 50 \alpha \quad (1)$$

onde T é a temperatura de solda esperada em  $^\circ\text{C}$  e  $\alpha$  o coeficiente de expansão térmica em unidades de  $10^{-6} / K$ .

No caso de vidros duros, por exemplo, o DURAN tipo 8330 (SCHOTT), que possui  $\alpha \approx 3 \cdot 10^{-6} / K$ , a temperatura de solda estimada é de  $750 \text{ }^\circ\text{C}$ . Neste caso, costuma-se utilizar vidros compostos para abaixar essa temperatura que pode ocasionar deformações na conexão, durante o processo de solda.

Os vidros utilizados neste trabalho são do tipo alcalino, com baixos pontos de amolecimento e coeficientes de expansão de  $9,0 \cdot 10^{-6} / K$  e  $9,8 \cdot 10^{-6} / K$  para o intervalo de  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $375 \text{ }^\circ\text{C}$ . Os metais são aços com coeficientes de expansão compatíveis com os do vidro. No caso, utilizou-se aço AISI tipo 446, que possui alto teor de cromo e AISI tipo 420 com revestimento de cromo ou níquel, para evitar o ataque dos halogênios, presentes nos detectores.

Os vidros solda são compostos basicamente de  $\text{PbO}$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZnO}$

[4]. A variação dos teores destes elementos modificam a expansão térmica e a temperatura de amolecimento.

## METODOLOGIA

O procedimento experimental adotado consistiu das seguintes etapas:

- pesagem dos materiais na forma de pó.
- homogenização em um almofariz de ágata.
- fusão em um cadinho de platina, sob maçarico de gás/oxigênio em capela de exaustão.
- esfriamento da solda sob choque térmico, em água à temperatura ambiente.
- lavagem em água deionizada e acetona PA.
- secagem em estufa à aproximadamente 100°C.
- trituração do vidro solda em almofariz de ágata.
- seleção da granulação em peneira de 400 mesh.
- armazenagem do pó de vidro solda à seco.

Tratamento químico das partes a serem soldadas: para a decapagem do aço, após o desengraxe das peças com detergente e água em ultrassom, utilizou-se duas soluções químicas; uma diluição de HCl (4%) com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (4%) em água por 15 minutos e outra solução de HF (2%) com HNO<sub>3</sub> (12%) em água por cerca de 10 à 15 minutos. O vidro alcalino foi lavado em HNO<sub>3</sub> diluído em água. Ambas as peças foram lavadas em água deionizada e secadas em estufa.

As regiões das peças de aço a serem soldadas foram ligeiramente oxidadas (marrom) em torno de 450°C para permitir a boa aderência do vidro solda.

Aplicou-se, com auxílio de uma espátula, o vidro solda na forma de uma pasta do pó com metanol. Uniu-se as peças de aço e vidro, que foram colocadas em um forno mufla à temperatura ambiente. Elevou-se a temperatura à 100°C. Manteve-se esta temperatura por 30 minutos para a evaporação do solvente. Aumentou-se a temperatura para 300°C por 30 minutos e à temperatura de solda por 1 hora.

O resfriamento foi feito lentamente para evitar choques térmicos nas junções. A velocidade de aquecimento ficou em torno de 10° C/minuto e a de resfriamento em 2,5°C/minuto.

Variou-se a composição percentual dos elementos que compõe os vidros solda, com o objetivo de se verificar a qualidade da solda. As temperaturas de amolecimento e de solda foram medidas com auxílio de um termopar tipo Alumel-Cromel.

## RESULTADOS

As junções vidro-metal confeccionadas com os vidros solda desenvolvidos foram utilizadas na confecção de detectores halogenados tipo Geiger Muller, com janela de mica. Estes detectores foram submetidos à alto vácuo e tratamentos térmicos até 350°C sem problemas de estanqueidade. As conexões não acusaram ataque químico dos halogênios Br e I que foram usados como "quenching" nos detectores.

Dentre as várias composições desenvolvidas, três são apresentadas na tabela 1 com as respectivas temperaturas de amolecimento e solda decorrentes. Estes materiais forneceram bons resultados para os tipos de junções vidro-metal utilizados nos detectores.

Verificou-se que pequenas reduções de PbO provocam diminuição do coeficiente de expansão e aumento das temperaturas de amolecimento e de solda. A substituição parcial do PbO por ZnO com reduções de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub> mantem as temperaturas de amolecimento e de solda baixas, porém quantidades maiores que 5% de ZnO provocaram uma tendência à vitrificação da solda.

Verificou-se também que os revestimentos de Ni e Cr do aço AISI tipo 420 não interferiram no processo de solda.

Tabela 1. Composição Percentual Molecular dos Vidros Solda

PbO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO	Coefic. de Exp. Térm. •10 <sup>-6</sup> /K [4]	Temp.de Amolec. °C	Temp. de Solda °C
80	4	4	12	-	9,4	395	420
72	7	14	7	-	8,5	480	520
72	2,5	2,5	18	5	8,3	430	480

## REFERÊNCIAS

- [1] ALMA, G.; PRAKKE, F., News Series of Small Radio Valves. Phillips Tech. Rev., v. 8, n.10, p. 289-95, 1946.
- [2] GORSKI, M. S.; BRUZINGA, W.A., Projeto e Construção de Detectores Metálicos Halogenados tipo Geiger - Muller com Janela de Mica. Publicação IPEN 315, setembro, 1990.
- [3] BOLETIM INFORMATIVO n° 4823/2e, SCHOTT.
- [4] DALTON, R. H., Solder Glass Sealing. J. Amer. Ceram. Soc., v. 39, n.3, p. 109 - 112, 1956.

## SUMMARY

*This work describes the development of solder glasses for glass to metal joints to be used in electrical and electronic devices that would comply with vacuum and thermal treatments appliances. The glasses and metal used in such process have thermal expansion in the range  $(9.0 \text{ to } 10.8) \cdot 10^{-6} /K$ . Solder glasses wich have thermal expansion of  $(0.5 \text{ to } 1.0) \cdot 10^{-6} /K$  less than the materials showed good soldering results. The best results in leak and thermal treatmnt tests were obtained with solder glasses with thermal expansion coefficients of  $(9.4; 8.3 \text{ and } 8.5) \cdot 10^{-6} /K$ , softening points of  $(395; 430 \text{ and } 480) ^\circ C$  and soldering temperatures of  $(420; 480 \text{ and } 520) ^\circ C$ , respectively.*