

ジュメット線-ガラス封着体中の応力

岸 井 貴

(東京芝浦電気株式会社 管球工業部)

Stresses in Dumet-to-Glass Seals

By Tōru KISHII

(Lamp and Tube Manufacturing Department, Tokyo Shibaura Electric Company)

Dr. Takagi proposed a theory, which seems to be almost satisfactory, of dumet-to-glass sealing. But on application to practical manufacturing, there were difficulties, i. e., equivalent setting point was unknown, material-constants to be employed in the theory were uncertain, and its reliability and limitation were not confirmed by experimental works. Moreover, few useful characteristics of dumet wires and glasses were found in literatures.

In this paper, dumet wires of diameter of 1.0 mm and of copper ratios of 22% or 31% and three kinds of glasses of considerably different characteristics were employed as samples, and their thermal expansion and annealing points of glasses were measured. Radial, tangential or axial stresses in glass and their changes with temperature were observed photo-elastically with the dumet-to-glass cylindrical seals made of these samples. Agreement between the theory and experimental results were rather good and annealing points could be taken as the equivalent setting points for practical purposes.

Suitable combination of dumet wire and glass for good sealing were also discussed theoretically along with testing methods for dumet-to-glass seals.

緒 言

ジュメット線は電球、蛍光灯、電子管等の導入線として広く用いられるが、その封着に関する理論が提出されたのは最近のことである¹⁾²⁾。封着体中の常温における応力は Hull and Burger,³⁾ 水池⁴⁾ の結果が発表されているが、前者は当時適切な理論がなかったため、測定結果の解釈を誤ったことが指摘された¹⁾。そうして技術者は封入に関する問題を経験に頼って処理する外ない状態であった¹⁾。理論提出後も、実用されるガラスやジュメット線の特性、例えば徐冷点、膨脹係数等の値の発表が少く、あるいは見掛の固着温度を求める実験がなされていないため、代入すべき物質常数が不明であって実際への応用が困難であった。また封着体の構造上計算が複雑であることは、実験的裏付けがないことと相俟って技術者の理論への信頼を少くしたように見受けられる。

本報は2種のジュメット線と3種のガラスとを試料としそれらの特性を測定した後、これらから円筒形封着体を作って、ガラス中の応力とその温度変化を測定し、これらを理論と比較したものである。

I. 試 料

実験に用いたジュメット線とガラスとの特性を Table 1 に掲げた。銅比は (銅の重量)/(ジュメット

線の重量)を表わす。

Table 1 Some characteristics of dumet wires and glasses

	nominal size(mm)	copper ratio(%)			
dumet 22	1.0	22.1			
dumet 31	1.0	30.6			
	principal use	annealing point(°C)	softening point(°C)	photo-elastic constant (m μ -cm/kg)	
B glass	bulb for lamp and vacuum tube	510	671	2.4	
S glass	stem for vacuum tube	447	630	2.7	
P glass	stem for vacuum tube	437	613	3.0	
B glass	Corning code 0080 type soda-lime-magnesia glass				
S-glass	Corning code 8160 type barium-lead-potash-soda glass				
P-glass	Corning code 0120 type lead-potash-soda glass				

Table 2 Some characteristics of two Corning glasses¹⁴⁾¹⁷⁾

	principal use	annealing point (°C)	softening point (°C)	photo-elastic constant (m μ -cm/kg)
Corning code 0080 (G-8)	lamp bulb	510 (514)*	696	2.5 ¹⁹⁾
Corning code 0120 (G-12)	lamp tubing	433 (433)*	630	

*: measured by the author.

II. ガラスの徐冷点

長さ 10 cm または 20 cm, 直径 0.5~0.7 mm で
 一樣なガラス棒の上下を石英ガラス製ハンガーで支
 え、銅心を有する中に吊し、10g~1kg の荷重を
 加えて測定温度に 1~8 hrs 保持し、できるだけ平衡
 に近い粘性係数の値を求めた(糸引き延し法)結果を
 Fig. 1 に示す。軟化温度⁶⁾も粘性係数が $10^{10.65}$ ポイ
 ズになる温度として打点してある。 $10^{12.4}$ ポイズに
 なる温度を徐冷点 (Annealing point) として Table 1
 に掲げた。これは 1954 年⁷⁾ 以前に用いられた徐冷
 点¹³⁾ に相当する。なお B ガラス, P ガラスとそれ
 ぞれ同じ用途に使われる Corning 0080 および 0120 ガ
 ラスについて、装置の較正, ガラス相互の比較のため
 に測定し、徐冷点を文献値^{7,14)} と比べると Table 2 の程
 度に一致した。

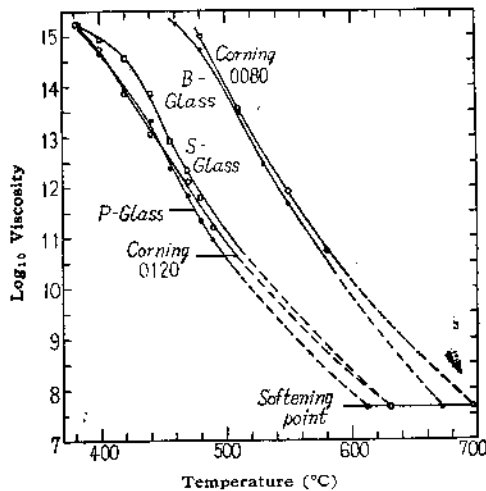


Fig. 1 Viscosity vs. temperature relations of several glasses measured by fiber elongation method after stabilization of maximum 8 hrs.

III. ガラスの熱膨脹

加熱時のガラスの熱膨脹は、外径 6.5~8 mm 内径
 約 1.5 mm の肉厚管を長さ約 3.5 mm に切り、両端
 面にそれぞれ 3 頂点を作り干渉膨脹計の試料として測
 定した。加熱速度は 3°C/min とした。冷却時のそれは
 肉厚管からバーナー細工で長さ 50 mm, 直径 2.5 mm
 位の試料を作り、斜め型製の石英ガラス製示差膨脹計
 と光の干渉を利用した指示計¹²⁾ とを組合わせて測定し
 した。測定圧は約 30 g, 冷却速度は高温の場合 3°C/min
 低温では炉の自然冷却にまかせた。加熱時と冷却時
 では、徐冷点とそれより約 150°C 低い温度との間で
 やや異なる (Fig. 2)。冷却時の値を Table 3 に掲げた。

IV. 心金, 銅, ジュメット線の熱膨脹

ジュメット線の半径方向への熱膨脹は前報告¹²⁾ の方

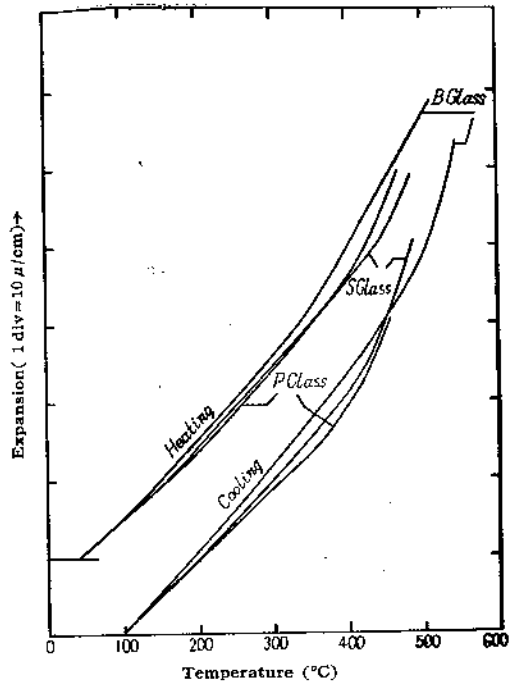


Fig. 2 Thermal expansion curves of glasses. Heating and cooling spreads near their annealing ranges were 3°C/min.

Table 3 Thermal expansion of core metals, vacuum melted copper and glasses (μ/cm)

temperature °C	100	150	200	250	300	350	400	440	500	530
core metal of dumet 22 (heating)	0.0	2.6	5.0	7.6	10.2	14.3	20.7	26.4	36.2*	
core metal of dumet 31 (heating)	0.0	2.7	5.3	7.5	10.0	12.9	18.7	24.6	33.5*	
core metal of dumet 31 (cooling)	0.0	2.9	5.4	8.0	10.5	13.5	18.8	25.1		
vacuum melted copper # (heating)	0.0	9.1	17.8	26.8	35.9	45.3	54.8	62.6	76.4*	
B glass (cooling)	0.0	5.2	10.4	15.7	21.4	27.2	33.0	38.4	48.1	53.3
S glass (cooling)	0.0	4.5	9.6	14.7	19.7	25.2	30.8	37.6		
P glass (cooling)	0.0	4.8	9.4	14.0	18.9	23.2	29.3	36.1		

*: quoted from the authors previous paper.¹²⁾
 *: extrapolated value.

法で測定し Fig. 3 に示した。*印は試料の長さを
 15 mm とした場合で他は 8 mm とした。また an と
 記したものは測定前に水素ガス中で約 550°C に加熱
 焼鈍したもの、他は処理しなかったものである。

軸方向の膨脹は試料とあまり隙間を作らずに嵌合す
 る石英ガラス管 Q₂ を用いて Fig. 4 のような示差膨
 脹計を作り、指示計と組合わせ測定圧を加えて測定し
 た。これは加熱中試料がわん曲するのを防ぐためであ
 る。結果を Fig. 5 に掲げた。Fig. 3,5 の実線は銅

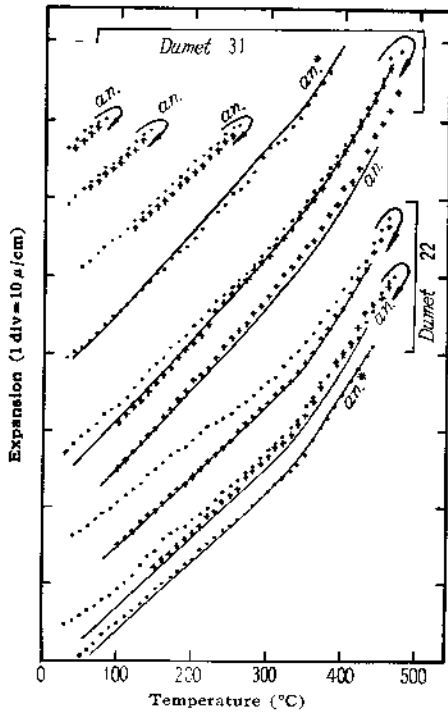


Fig. 3 Radial expansion of dumet wires. Full lines indicate expansion curves calculated by assuming that yield strength of copper is zero.

*: sample length 15 mm, others 8 mm.
 an: annealed, others as received
 ·: heating
 +: cooling

の降伏強度 P_0 を零として計算された膨脹曲線、すなわち軸方向は $k_1 r$ 、半径方向は $k_1 r + (3/2)(1 - a^2/b^2)(k_2 - k_1)r$ を示す¹⁾²⁾。ただし r は温度差、 k は平均膨脹係数で 1, 2 はそれぞれ心金、銅線の値であることを示す添字、 a, b はそれぞれ心金、銅線の半径である。

(Fig. 6 参照) 心金の膨脹は加熱時と冷却時ではほぼ同じであった。ジュメット線の軸方向の膨脹は銅の強度を考慮すれば理論と一致する。半径方向の膨脹は理論値より小さい傾向を示すものもあり、加熱に続いて冷却し履歴曲線を描かせるとループの廻転方向は予想と逆である。これらの原因については前報²⁾の推測以上には与えられない。心金および銅の膨脹を Table 3 に掲げた。

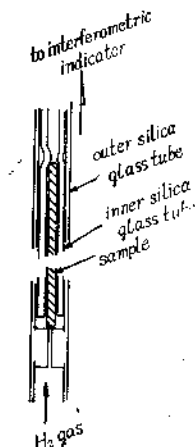


Fig. 4 Method of holding sample for measuring axial expansion of dumet wires and core metals by dilatometer made of silica glass

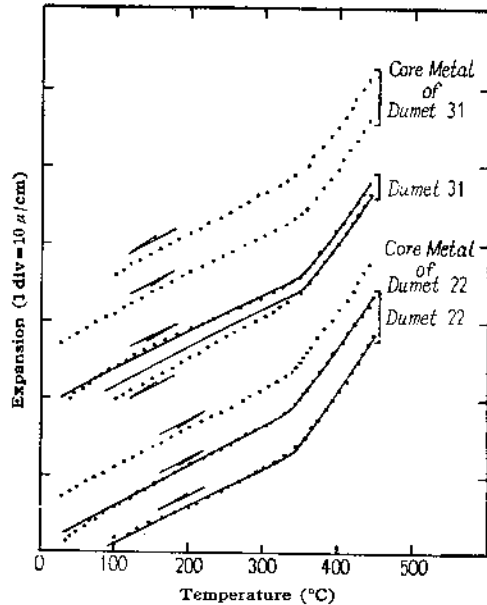


Fig. 5 Axial expansion of dumet wires and core metals. Full lines indicate expansion curves calculated by assuming that yield strength of copper is zero. All were annealed before measurement.

V. 封着体中の応力

肉厚ガラス管中に長さ 15 mm のジュメット線を封入してなました。この両端面を磨いて長さ 20 mm とし銅心を有する筒中におき、(Fig. 7 a) のように軸から 1.5 mm の所を、軸に平行に通過する偏光のレターデーションをバビネの補正器で測定し、その温度変化を求めた。ジュメット線はガラスに包まれているので磨いてもクラックは発生しなかった。また加熱、冷却速度はガラスの膨脹測定時と同じにした。次に封着体の側面を僅か磨き、(Fig. 7 b) のようにジュメット線すれすれに通過する偏光のレターデーションの温度変化を測定した。

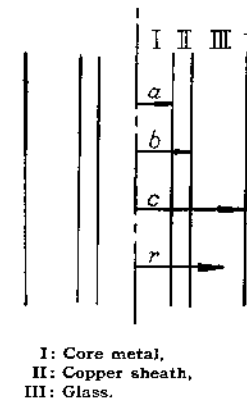


Fig. 6 Construction of dumet-to-glass cylindrical seal.

円筒形封着体のガラス中の応力は次式で表わされる¹⁾⁴⁾。

$$\left. \begin{aligned} \text{半径方向: } P_r &= A_3(1 - c^2/r^2) \\ \text{切線方向: } P_\theta &= A_3(1 + c^2/r^2) \\ \text{軸方向: } P_z &= C_3 \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (1)$$

ただし r は軸からの距離、 c は封着体の半径、 3 なる添字はガラスについての値であることを示す (Fig.

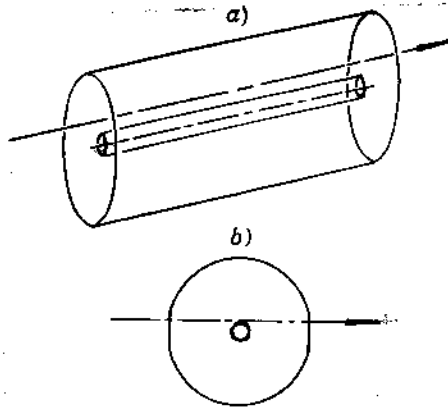


Fig. 7 Methods for measuring radial-tangential a) and axial b) stresses in dumet-to-glass cylindrical seal by polarized light.

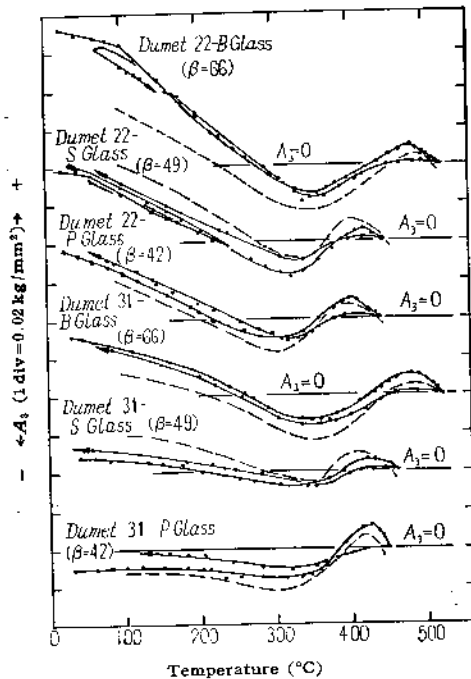


Fig. 8 Changes of coefficients A_3 with temperature for various dumet-to-glass cylindrical seals.

6) また応力は正の時張力, 負の時圧縮力である。したがって Fig. 7 a) の場合レーターデーションは

$$R_{r0} = BI(P_0 - P_r) = BI A_3 (2c^2/r^2) \dots (2)$$

B は光弾性常数, l は光路の長さで 15 mm とした。また $r=1.5$ mm である。式 (2) から A_3 を計算し Fig. 8 に示した。Fig. 7 b) の場合, 側面を磨いたこと, 光が中心を通過しないことによる小補正を無視すれば, レターデーションは P_z のみで定まり¹⁾

$$R_z = B(2c)P_z = 2BcC_3 \dots (3)$$

であるから, C_3 が計算できて結果は Fig. 9 のようになる。 $\beta=c^2/b^2$ である。

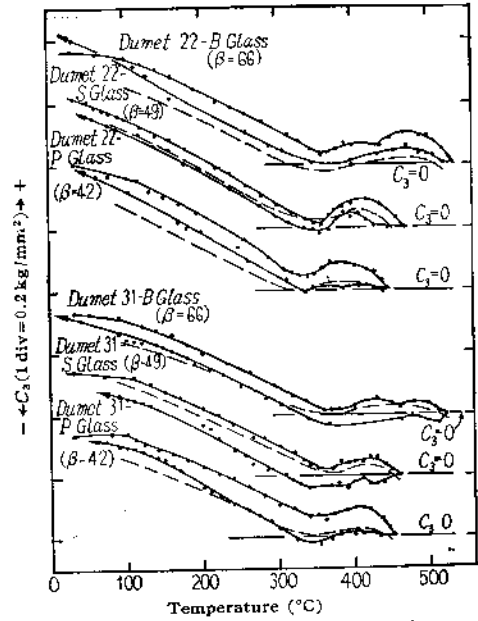


Fig. 9 Changes of coefficients C_3 with temperature for various dumet-to-glass cylindrical seals.

VI. 高木による封着理論の概要¹⁾

温度 T_0 において封着体の心金, 銅被, ガラスのいずれにも応力が存在しない初期状態を仮定する。温度変化 τ を与えた時, 心金とガラスは弾性的に, 銅は塑性的 (降伏強度 P_0) に変形するとすれば, 温度 $T_0 + \tau$ における A_3, C_3 は三者間の膨脹差の函数として次式で表わされる。

$$\begin{aligned} A_3 &= A_3' \delta_{31} + A_3'' \delta_{32} + J_A (\delta_{31}, \delta_{32}) \\ C_3 &= C_3' \delta_{31} + C_3'' \delta_{32} + J_C (\delta_{31}, \delta_{32}) \end{aligned} \dots (4)$$

$$\delta_{31} = (k_3 - k_1)\tau, \delta_{32} = (k_3 - k_2)\tau$$

また

$$A_3' = \alpha \left\{ \frac{2(1-\beta)(1+\sigma_1)}{E_1} + \frac{-3\alpha + 1 - 2\sigma_2}{E_3} \right\} / d$$

$$A_3'' = 3(1-\alpha) \left(\frac{1-\beta}{E_1} - \frac{\alpha}{E_3} \right) / d$$

$$C_3' = 2\alpha \left\{ \frac{(1-\beta)(1+\sigma_1)}{E_1} - \frac{1-2\sigma_3 + (1+\sigma_3)\beta + 2\alpha\sigma_3}{E_3} \right\} / d$$

$$C_3'' = 3(1-\alpha) \left[\frac{(1-\beta)\{\alpha(1-2\sigma_1) - 1\}}{E_1} + \frac{2\alpha\sigma_2}{E_3} \right] / d$$

$$d = \frac{2}{E_1^2} \alpha(1-\beta)^2(1-2\sigma_1)(1+\sigma_1)$$

$$+ \frac{1-\beta}{E_1 E_3} [\alpha(1-2\sigma_1)\{-3\alpha + 2(1-2\sigma_2)\}]$$

$$- 3(1-2\sigma_2) - 2\beta(1+\sigma_3)]$$

$$+ \frac{2\alpha}{E_3^2} (1+\sigma_3)(1-2\sigma_2 + \beta)$$

$\alpha = a^2/b^2, \beta = c^2/b^2$ で E はヤング率, σ はポアソン比を表わす。

また

$$J_A = \frac{P_1}{E_1 d} \left[\frac{(1-\beta)(1+\sigma_1)(1-2\sigma_1)2\alpha}{E_1} + \frac{\alpha(1-2\sigma_1)\{-3\alpha+2(1-\sigma_3)\} - (1-2\sigma_3)}{E_3} \right] + \frac{P_2}{E_1 E_3 d} \{1-2\sigma_3 - \alpha(1-2\sigma_1)\}$$

$$J_C = \frac{2P_1}{E_1 E_3 d} [(1-\alpha)(1-2\sigma_1)\{1-2\sigma_3 + (1+\sigma_3)\beta\} + (1-2\sigma_1)(1-3\alpha)\alpha\sigma_3] + \frac{2P_2}{E_1 d} \left\{ \frac{\alpha(1-\beta)(1-2\sigma_1)(1+\sigma_1)}{E_1} - \frac{\alpha\sigma_3(1-2\sigma_1) + 1-2\sigma_3 + (1+\sigma_3)\beta}{E_3} \right\}$$

P_1, P_2 は銅の降伏強度 P_0 に比例し

$$P_1 = P_0 (\sinh^{-1} \zeta_a - \sinh^{-1} \zeta_b) / \sqrt{3}$$

$$P_2 = \frac{P_0}{2} \left\{ \frac{1}{\sqrt{3}} (\sinh^{-1} \zeta_a - \sinh^{-1} \zeta_b) + \sqrt{\alpha^2 + \zeta_b^2} - \sqrt{1 + \zeta_b^2} \right\}$$

ζ_a および ζ_b は

$$\zeta = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{C_2}{k_2 r - e_x} \frac{1}{r^2}$$

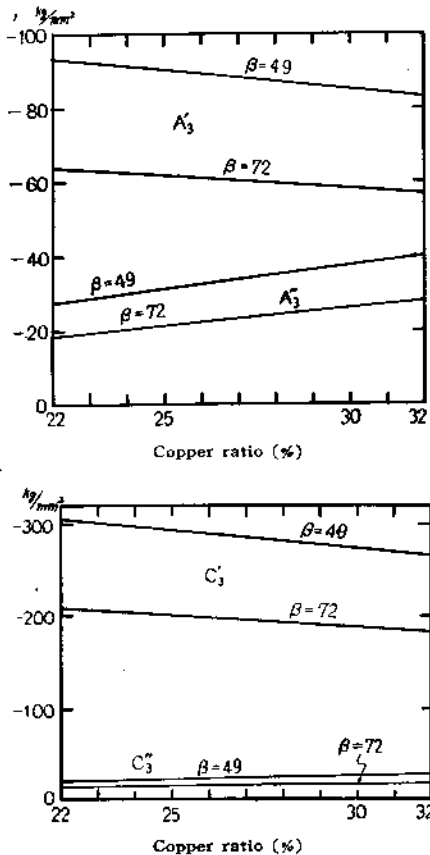


Fig. 10 Changes of coefficients A_3', A_3'', C_3' and C_3'' with copper ratio.

において $r=a$ および $r=b$ とした値である。 e_x は封着体の軸方向への伸びで、ガラスが厚ければ $k_2 r$ に近い。 C_2 は A_3, C_3, δ_{32} 等の函数なので、結局 J_A, J_C は逐次近似計算で求めなければならない。 Hull and Burger によって使用された値は $E_1=1.5 \times 10^4$ kg/mm², $E_3=0.65 \times 10^4$ kg/mm² $\sigma_1=\sigma_3=0.31$ である。 α と銅比との間には

$$(\rho_2/\rho_1)\{(1/\alpha)-1\}=D/(100-D)$$

D : 銅比% ρ : 密度

の関係がある。

A_3', \dots, C_3'' と銅比との関係を Fig. 10 に示す。 また P_0 が一定ならば J_A, J_C は δ が少し大きくなると一定値に近づき余り変化しない。 以上の式は複雑であるが $\beta \gg 1$ とすればかなり簡単に計算でき、 A_3', \dots, C_3'' は β に反比例するとみなされる。

なおこれらは銅が塑性流動を起すことを仮定しているので、そうでない場合、例えば冷却されて来た試料を加熱に転じた当初、またはその逆の場合の小温度範囲には適用できない。 また銅の強度とガラスの粘性流動を共に考慮した場合もまだ計算されるに至っていない。

VII. 理論との比較

封着体をガラスの徐冷点のやや上から冷却する場合、前記理論で仮定された初期状態は実現されないと考えられるし、また銅補正項 J_A, J_C も計算されていない。 しかしこの場合も J_A, J_C は δ が少し大きくなれば変化が少いと予想され、さらにガラスが固化した後は式 (4) にしたがって A_3, C_3 が変化するのであるから、 A_3 の温度変化は $A_3' \delta_{31} + A_3'' \delta_{32}$ のそれと同じで C_3 でも同様である。 仮に T_0 として徐冷点を取り Table 1 の値を用いて式 (4) の J_A, J_C を省いたものを計算すると、 Fig. 8, 9 の点線のようになる。 計算値は実測値の温度変化を比較的よく近似する。 A_3 には差がやや大きいものがあるが、これは次の理由による。 すなわち $A_3' \delta_{31}, A_3'' \delta_{32}$ の絶対値は A_3 の数倍で、それらの差が A_3 になるから、 A_3', A_3'' を計算するに用いた物質常数が温度変化をも考慮した精密なものでないと、 A_3 の計算誤差が大きくなる。 C_3 では $C_3' \delta_{31} \gg C_3'' \delta_{32}$ なので計算精度はよい。

A_3, C_3 の温度変化は Fig. 11 に図式的に例示したようになると予想される。 例えば Dumet 22-S ガラス封着体を常温付近へ冷却した時の J_A, J_C を概算するとそれぞれ -0.006 g/mm², $+0.003$ kg/mm² 位になる。 ただし $P_0=20$ kg/mm² とした。 これらの絶対値や符号は測定結果と余りよく合わない。 これもやはり、 A_3, C_3 自身、とくに A_3 が δ_{31}, δ_{32} によっても敏感に変わるから、ガラスの熱履歴や、加熱時、冷却

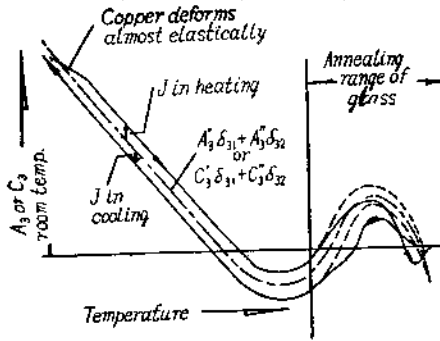


Fig. 11 Schematic representation of changes of stresses in dumet-to-glass cylindrical seals with temperature. cf. Redston and Stanworth⁵⁾

時によってその膨脹曲線が異なることや、封着体内に不可避的に生ずる温度分布のため、見掛の膨脹が変ることの影響を受けたものと思われる。徐冷域における変化は Redston and Stanworth⁵⁾ によって論じられた過程が起っているとみなし得る。

Martin⁶⁾ は封着体中の応力がガラスと金属との膨脹差に比例する場合に見掛の固着温度 (equivalent setting point) を定義した。しかしジュメット線-ガラス封着体では、式 (4) は δ_{31}, δ_{32} の一次函数でないから、彼の定義をそのままあてはめられない。もし何等かの方法で定義したとしてもその実験的決定には A_3', \dots, C_3' , J_A, J_C 等の精密な計算が前提となる。彼はまた、徐冷域において温度と膨脹差とが直線的関係にある場合に、見掛の固着温度が徐冷点付近にあることを導いたが、 $A_3'\delta_{31} + A_3'\delta_{32}$ 等は徐冷域で温度と直線関係になくこの結論は利用できない。ここでは以上の事柄には立入らず、Fig. 8, 9 を参照して次の結論を出すに止める。すなわち徐冷点を見掛の固着温度とし、式 (4) によって A_3, C_3 を計算すれば、実用上十分正確な値が得られる。そうして、 J_A, J_C 特に前者は計算誤差の範囲内なので省略できる場合が多い。

VIII. 封着に適する組合わせ

ガラスとジュメット線が良好な封着をするには封着体中の応力が小さくなければならない。この限界はガラス中の最大張力が 1 kg/mm^2 を超えないこととされるのが普通である^{15) 5)}。

軸方向では $P_z = C_3$ で、 C_3 は β すなわちガラス外径の二乗に反比例するから、ガラスを厚くして容易に小さくできる。本実験の試料の場合、 $c/b (= \sqrt{\beta}) > 5$ とすれば $P_z < 1 \text{ kg/mm}^2$ になる。

半径および切線方向の最大応力はジュメット線の表面 ($r=b$) で生じ

$$-P_r \cong P_\theta \cong A_3\beta$$

となる。ガラスとジュメット線の種類を変えなければ

A_3 は β に反比例するから、 β を変えても応力は小さくならない。したがってガラスの特性を変えて δ_{31}, δ_{32} を適当にするか、ジュメット線の銅比を変えて A_3', A_3'' を調整してやらねばならない。

本実験では冷却途中の A_3, C_3 が常温のそれより著しく大きい場合が見出されなかったから、よほど特別な試料を使うのでない限り常温での応力が小さければ、冷却途中でも小さいと考えてよいであろう。

IX. 封入試験方法

ジュメット線とガラスとの封着の可否は、これらからなる円筒形封着体中の P_z が零になるかどうかから推定するよう規定されている¹⁵⁾。しかし実用ジュメット線は $A_3 \cong 0$ になることを目標としており、 $A_3'/A_3'' \cong C_3'/C_3''$ であるから、 C_3 の見掛の固着温度が A_3 のそれと大差ない限り $P_z = C_3 \cong 0$ にならない。また $C_3 \cong C_3'\delta_{31}$ で、 C_3' の銅比による変化が少くジュメット線の特長変化の検知が敏感でないばかりでなく、 P_z は β を大きくすれば十分小さくできるから P_z を測定しても参考にならない。したがって試験方法としては $P_r - P_\theta$ を直接測定するか、あるいは銅比が判明していれば $P_z = C_3$ の測定値から δ を算出し A_3 を計算すべきである。しかし後者の方法は精度が不十分であろう。

結 言

ジュメット線およびガラスの諸特性を明らかにした後、これらで円筒形封着体を作りガラス中の応力の温度変化を測定した。高木の理論は仮定された初期条件や銅強度の補正項 J_A, J_C の計算に問題が多少あるが、実用的には十分利用でき、また見掛の固着温度としてはガラスの徐冷点をとればよいことが判った。良好な封着を作るための条件、封入試験法についても理論にもとづいて考察し結論が得られた。実際への応用に必要となる係数 A_3' 等の計算結果も図示した。

管球の大量製造時には、ジュメット線を封入されたステムは速かに冷却されている。実用ジュメット線はこのような条件下で良く封着できるよう経験的に定められたものが多いと思われるが、この場合に対しどのような理論的、実験的取扱いをすべきかはさらに研究の余地がある。

文 献

- 1) 高木進泰, 東芝レビュー, 5 [4-5] 149 (1950)
- 2) 水池敦, 電気通信学会誌, 35 [7] 274 (1952)
- 3) A.W. Hull, E.E. Burger, *Physics*, 5 [12] 384 (1934)
- 4) H. Poritsky, *Physics*, 5 [12] 406 (1934)
- 5) G.D. Redston, J.E. Stanworth, *Jour. Soc. Glass Tech.*, 29 [132] 48 T (1945)

- 6) J.T. Littleton, *J. Am. Ceram. Soc.*, **10** [4] 259 (1927)
 - 7) H.R. Lillie, *J. Am. Ceram. Soc.*, **37** [3] 111 (1954)
 - 8) F.W. Martin, *J. Am. Ceram. Soc.*, **33** [7] 224 (1950)
 - 9) J.H. Partridge, "Glass-to-Metal Seals" p.42 (1949)
 - 10) J.H. Partridge, *ibid.*, p. 129
 - 11) 宮城精吉 "ガラスと金属との熔封" p.43 (1942)
 - 12) 岸井眞, *東芝レビュー*, **12** [3] 265 (1957)
 - 13) "Glass glossary" *Am. Ceram. Soc. Bul.*, **27** [9] 353 (1948)
 - 14) "Properties of Some Commercial Glasses" *Corning Glass Works* (1947)
 - 15) 真空管材料規格 VMS31 (7-4) "封入試験方法" (8/14/57 受付)
-