

- 1 REM-Aufnahme einer Glaskeramikschicht
- 2 XRD-Diffraktogramm von Glas und Al₂O₃-Kristallen

ANALYTIK VON GLÄSERN UND GLASKERAMIKEN

Bestimmung von Glaseigenschaften

Die Bestimmung verschiedener Eigenschaften von Gläsern und Glaskeramiken ist für jede Anwendung essentiell. Folgende Analysen können am ISC durchgeführt werden:

- Glaspulver und Gemenge
- Dichte (He-Pyknometrie)
- Spezifische Oberfläche (BET)
- Partikelgrößenverteilung (Laserbeugung)
- Partikelform, Aufbau von Partikeln, spezielle Verteilung (REM)
- Kristalline Anteile (XRD)

Physikalische und optische Eigenschaften

- Glasübergang T_g (DTA)
- Viskosität (Rotationsviskosimetrie)
- Sinter- und Fließverhalten (TOM)
- Wärmeausdehnung WAK (Dilatometrie)
- Kristallisations- und Schmelztemperatur (DTA)
- Benetzungs- und Klebeverhalten (TOM)

- Flächenwiderstand (Elektrometer)
- Massenspektrometrie
- Optische Spannungsmessungen (Polarimeter)
- Bruchfestigkeit und E-Modul
- Transmission (UV/VIS-Spektroskopie)
- Brechungsindex (Refraktometer)
- Vickers Härte

Strukturanalyse

Mit hochauflösender Elektronenmikroskopie können kleinste Strukturen in Gläsern und Glaskeramiken sichtbar gemacht werden. Zum Beispiel zur Identifikation von Kratzern, Blasen, Einschlüssen oder der Untersuchung einer Grenzfläche. Kristalline Phasen werden mittels Röntgendiffraktometrie untersucht. Energiedispersive Röntgenanalyse hilft bei der Bestimmung der Zusammensetzung an einem bestimmten Punkt einer Probe oder der Elementverteilungen entlang einer Linie oder innerhalb einer Fläche.

Fraunhofer-Institut für Silicatiforschung ISC

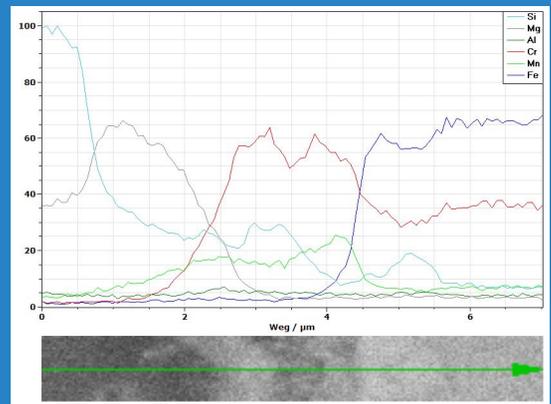
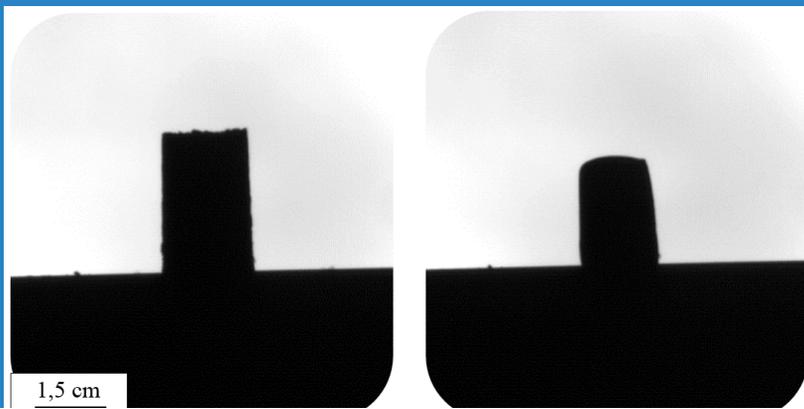
Neunerplatz 2
97082 Würzburg

Glastechnologie

Rick Niebergall
Telefon +49 931 4100-252
rick.niebergall@isc.fraunhofer.de

Dr. Bernhard Durschang
Telefon +49 931 4100-304
bernhard.durschang@isc.fraunhofer.de

www.isc.fraunhofer.de



- Rasterelektronenmikroskopie REM
- Energiedispersive Röntgenanalyse EDX
- Transmissionselektronenmikroskopie TEM
- Röntgendiffraktometrie an polierten Körpern, Pulvern und Schichten XRD

**Glaskeramiken als Fügema-
terial – Bei-
spiel eines analytischen Vorgehens bei
der Entwicklung eines kristallisieren-
den Glaslotetes**

Gläser und Glaskeramiken kommen vermehrt als Dichtung bzw. Fügung verschiedener Materialien vor allem in Hochtemperaturanwendungen zum Einsatz. Für die Herstellung eines entsprechenden Glases und zur Evaluierung der Fügung sind analytische Methoden unerlässlich. Im Folgenden werden einige analytische Methoden beschrieben, die bei der Herstellung einer Glaskeramik zur Fügung von Stählen in Brennstoffzellen eingesetzt werden. Nach der Herstellung des Ausgangsglases wird dieses für die weitere Verarbeitung zu Glaspulver vermahlen und charakterisiert.

Diese Grundcharakterisierung ist essentiell, um verschiedene Glaszusammensetzungen im Hinblick auf Ihre Eignung als Fügema-
terial vergleichen zu können (Beibehaltung aller Ausgangsparameter außer der Zusammensetzung). Zur Analyse des Sinter- und Fließverhaltens der Gläser eignen sich thermooptische Messungen mit dem TOM. Dieses Gerät wurde am Fraunhofer ISC entwickelt und besteht aus einem Ofen, der gleichzeitig die Probenkammer darstellt. Dort wird die Probe einer festgelegten Temperaturbehandlung unterzogen. Eine Lichtquelle bestrahlt die Probe von einer Seite. Auf der anderen Seite nimmt eine Kamera während des Aufheizprozesses

in bestimmten Intervallen Schattenbilder der Probe auf. Für die thermooptischen Messungen werden die Glaspulver in die Form von 3 mm großen Presslingen gebracht und zwischen den Fügepartnern (Metalle, Gläser, Keramiken) aufgestellt. Die Presslinge werden dann einem definierten Temperaturprogramm unterzogen, währenddessen es zu Sinter- und Erweichungsprozessen kommt (Abb. 3). Anhand der Formänderung der Presslinge können unter anderem die Sintertemperaturen, die Erweichungstemperaturen, der Schrumpf und der Kontaktwinkel bei diesen Prozessen bestimmt werden. Des Weiteren findet eine teilweise Kristallisation des Glases während der Temperaturbehandlung statt. Zur Bestimmung dieser Kristallphasen wird Röntgendiffraktometrie (XRD) eingesetzt (Abb. 2). Eine kritische Kenngröße, besonders bei der Fügung verschiedener Materialien, ist der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK). Um mechanische Spannungen zu vermeiden, die zur Rissbildung und schließlich dem Versagen der Fügung führen, soll der WAK aller beteiligten Fügepartner ähnlich sein.

Für die Herstellung der eigentlichen Stahl-Glaskeramik-Verbindung wird das gemahlene Glaspulver in organischen Additiven dispergiert, um eine pastenartige Konsistenz zu erhalten. Die Paste mit dem spezifischen Glas wird auf das Kontaktmaterial per Rakeln oder Siebdruck aufgetragen. Nach einem kurzen Trocknungsprozess wird die zweite Stahlplatte auf die getrocknete Glasse-
schicht gelegt, um eine Sandwichprobe zu erhalten. Die Sandwiches werden im Ofen zusätzlich mit Gewicht beschwert und verlötet. Während der Temperaturbehandlung verbindet sich das Glas mit dem Stahl und kristallisiert teilweise zu einer Glaskeramik. Zur Untersuchung der Fügeverbindung kommt Rasterelektronenmikroskopie (REM)

zum Einsatz. Dafür werden Querschnitte der Sandwichproben gesägt und poliert. Ist in den REM-Aufnahmen eine durchgängige Benetzung der Fügepartner (z.B. Stahl) mit dem kristallisierten Glas erkennbar, kann die Haftung an den Fügepartnern als sehr gut bezeichnet werden. Eine lückenlose und porenfreie Glaskeramikschicht garantiert eine gasdichte Verbindung der beiden Fügepartner (Abb. 1). Bei der Elementanalyse mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) können die identifizierten Kristallphasen aus dem XRD entsprechenden Strukturen im REM-Bild zugeordnet werden. Um die Reaktionen an den Grenzflächen genauer zu untersuchen, wird die Elementverteilung zwischen Stahl und Glaskeramik mittels EDX Linescans analysiert.

Dabei können Diffusionsprozesse nachgewiesen werden, die möglicherweise die Kristallbildung, den WAK, die Haftung oder die Gasdichtigkeit des Verbunds beeinträchtigen können (Abb. 4).

- 3 *Glaspessling vor und nach der TOM-Messung*
- 4 *EDX Linescan an einer Grenzfläche zwischen Glaskeramik und Stahlblech*