

Biegefestigkeit von Kalk-Natron- und Borosilicatglas von Raumtemperatur bis zur Littleton-Temperatur¹⁾

Von Peter Manns und Rolf Brückner, Berlin

(Mitteilung aus dem Institut für Nichtmetallische Werkstoffe – Anorganische Werkstoffe – Technische Universität Berlin)

(Eingegangen am 25. April 1983)

Die Biegefestigkeit von Probekörpern aus Float- und Borosilicatglas wurde nach dem Doppelring-Verfahren als Funktion der Temperatur und der Belastungsgeschwindigkeit untersucht. Dabei wurden kreisförmige Glasscheiben von 50 mm Durchmesser mit unterschiedlicher Oberflächenqualität verwendet: feuerpoliert, geschmirgelt und nach dem Schmirgeln thermisch nachbehandelt. Von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur ist die Biegefestigkeit bei verschiedenen Belastungsgeschwindigkeiten nahezu temperaturunabhängig. Bei höheren Temperaturen gewinnt der Einfluß der angewendeten Belastungsgeschwindigkeit auf die meßbare Festigkeit zunehmend an Bedeutung. Als notwendige Bedingung für sprödes Bruchverhalten bei kleinen Durchbiegungen läßt sich im Temperaturbereich oberhalb T_g eine stark temperaturabhängige „kritische Verformungsgeschwindigkeit“

angeben, die eine Grenze zwischen plastisch-viskosem und spröd-elastischem Verhalten des Glases unter Biegebelastung darstellt. Bei Verformungsgeschwindigkeiten höher als die „kritische Geschwindigkeit“ steigt die Festigkeit oberhalb der unteren Entspannungstemperatur steil um über 100 % an und sinkt oberhalb von T_g wieder flach ab. Die Höhe der maximalen Festigkeit nimmt mit steigender Verformungsgeschwindigkeit zu, und das Maximum verschiebt sich zu höheren Temperaturen. Der steile Anstieg der Biegefestigkeit im Transformationsbereich wird mit einer teilweisen Ausheilung von Oberflächenschädigungen durch Feuerpolitur gedeutet. Der anschließende Abfall der Festigkeit oberhalb T_g wird mit Kavitationsbildungen in der unterkühlten Glasschmelze unter Zugspannungen interpretiert.

Bending strength of soda-lime and borosilicate glass from room temperature to Littleton temperature

The bending strength of a float glass and a borosilicate glass was tested by the coaxial ring method as a function of temperature and stress rate viz. deformation rate. Circular plates of 50 mm diameter were used with different surface conditions: as received (heat polished), abraded and heat treated after abrasion. The flexure strength, measured from room temperature up to the lower strain point of the glasses, is independent of temperature within experimental error for all stress rates applied. At higher temperatures the influence of different stress rates becomes more marked. At temperatures above T_g a strong temperature dependent „critical deformation rate“ can be determined as a necessary condition for brittle fracture at small bending deflections. This „critical deformation rate“ may be taken as a limiting condition between

plastic-viscous and brittle-elastic behaviour of the supercooled glass melt. At deformation rates higher than the „critical rate“ the bending strength rises steeply by more than 100 % with increasing temperature above the lower strain point and decreases again gently above T_g . The value of the maximum strength near T_g rises markedly with increasing deformation rate and the temperature of the strength peak is shifted to higher temperatures. The steep ascent in bending strength within the transformation region is explained by partial healing of surface flaws due to viscous flow. The following decrease of strength above T_g is attributed to cavitation effects in the supercooled glass melt subjected to tensile stress.

Résistance à la flexion du verre à base de silicate sodocalcique et de borosilicate de la température ambiante jusqu'à la température de Littleton

La résistance à la flexion d'éprouvettes de verre flotté et borosilicaté est étudiée d'après la méthode d'anneaux concentriques en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation. On utilise à cet effet des disques de verre de 50 mm de diamètre ayant différentes qualités de surface: polie au feu, polie à l'émeri et traitée thermiquement après le polissage à l'émeri. La résistance à la flexion, mesurée entre la température ambiante et la température inférieure de recuit, ne dépend presque pas, pour différentes vitesses de sollicitation, de la température. A des températures plus élevées, l'influence de la vitesse de sollicitation employée sur la résistance mesurable, gagne de plus en plus en importance. Comme condition indispensable du comportement à la rupture fragile lors de légers fléchissements au-dessus de T_g , on allègue une „vitesse de déformation critique“ fortement dépen-

dante de la température. Cette vitesse représente une limite entre le comportement visqueux-plastique et cassant-élastique du verre soumis à la flexion. Pour des vitesses de déformation plus élevées que la „vitesse critique“, la résistance monte en flèche au-dessus de la température inférieure de recuit de plus de 100 % et diminue à nouveau au-dessus de T_g très lentement. La hauteur de la résistance maximale augmente avec la vitesse de déformation et le pic se déplace vers des températures plus élevées. La brusque montée de la résistance à la flexion dans le domaine de transformation s'explique par une guérison partielle des dommages superficiels par le poli au feu. La chute de la résistance mécanique qui s'ensuit au-dessus de T_g est interprétée par la formation de cavitations dans le verre surfondu sous contrainte.

1. Einleitung und Problemstellung

Bei der Produktion von Massenartikeln aus Glas treten bei den verschiedenen Formgebungs- und Weiterverarbeitungsprozessen des heißen zähflüssi-

¹⁾ Vorgetragen unter verschiedenen Aspekten auf der 55. Glastechnischen Tagung am 19. Mai 1981 in Travemünde, vor dem FA I am 9. April 1981 in Würzburg und vor dem FA IV am 13. Oktober 1981 in Aachen.

gen Glases – z. B. beim Pressen von Hohlglasgegenständen [1], beim Glasfaserziehvorgang [2], beim thermischen Vorspannen von Flachglasprodukten [3] usw. – immer wieder Risse und Brüche auf. Die genauen Ursachen für die Entstehung dieser Heißrisse in der hochviskosen Glasschmelze unter mechanischer Beanspruchung sind bisher nicht bekannt. Bei einigen Formgebungsverfahren ist zudem nicht eindeutig geklärt, ob die Heißrisse wirklich oberhalb der Einfriertemperatur in der Glasschmelze oder an lokal bevorzugt abgekühlten Stellen des Produkts bei Temperaturen unterhalb T_g im bereits erstarrten Glas auftreten. In der Literatur finden sich im wesentlichen nur statistische Arbeiten über die Korrelation der verschiedenen Prozeßparameter bei der Produktion und der Häufigkeit von Heißbrüchen oder Fabrikationsfehlern [1].

Bei den angestrebten hohen Produktionsgeschwindigkeiten muß nach theoretischen Überlegungen jedoch damit gerechnet werden, daß lokal die für die Glasschmelze maximal zulässige Verformungsgeschwindigkeit überschritten wird und dadurch temporär Zug- und Schubspannungen auftreten, die die natürliche Festigkeit der Glasschmelze übersteigen [4].

Zur Beantwortung der Frage, welchen Verlauf die Festigkeit des Glases bzw. der unterkühlten Glasschmelze in Abhängigkeit von Temperatur und Belastungsgeschwindigkeit nimmt, sollen die Ergebnisse der vorliegenden Festigkeitsmessungen einen Beitrag leisten. Ferner soll gezeigt werden, daß die maximal zulässige Verformungsgeschwindigkeit zur Vermeidung von Sprödbrüchen bei Formgebungsverfahren durch Festigkeitsmessungen im Bereich von Temperaturen oberhalb T_g experimentell quantitativ bestimmbar ist.

2. Literaturüberblick

Über den Einfluß der Temperatur auf die Festigkeit von Gläsern wurde seit den dreißiger Jahren eine Reihe von Untersuchungen veröffentlicht [5 bis 16]. Die meisten Arbeiten beschränken sich jedoch auf den Temperaturbereich unterhalb der Transformationstemperatur und geben Hinweise auf eine nur geringe Temperaturabhängigkeit der Festigkeit für die untersuchten Glaszusammensetzungen. In einigen Arbeiten wurde mit steigender Temperatur zunächst eine Abnahme der Festigkeit im Vergleich zur Festigkeit bei Raumtemperatur beobachtet, der sich ein Wiederanstieg auf gleiche oder auch etwas höhere Festigkeiten als bei Raumtemperatur anschließt [5, 9, 10, 13 und 14]. Die mehr oder weniger stark ausgeprägten Festigkeitsminima liegen, je nach angewendetem Meßverfahren und verwendeter Glaszusammensetzung, im Temperaturbereich zwischen 140 und 400 °C. In anderen Arbeiten wurde von Raumtemperatur bis unterhalb der Einfriertemperatur eine innerhalb des Vertrauensbereichs der

Meßwerte praktisch konstant temperaturunabhängige Festigkeit für verschiedene Glaszusammensetzungen beobachtet [6, 8, 11 und 12]. Für Kieselglas und Borosilicatglas mit hohem SiO_2 -Anteil wurde dagegen stets ein signifikanter Anstieg der Festigkeit mit steigender Temperatur festgestellt [7, 11, 13 und 14].

Die Zug- und Biegefestigkeit aller Gläser nimmt, den Literaturangaben zufolge, im Einfriertemperaturbereich stark ab, für die Schlagfestigkeit wurde jedoch in einem Fall ein deutlicher Anstieg beobachtet [10]. Festigkeitsmessungen und Messungen der Rißgeschwindigkeit bei unterkritischer Rißausbreitung (v - K_I -Kurven) in inerter Umgebung bzw. im Vakuum zeigen für alle technischen Glaszusammensetzungen (außer Kieselglas und Borosilicatglas) eine monotone Abnahme der Zugfestigkeit bzw. eine monotone Zunahme der Rißgeschwindigkeiten von Raumtemperatur bis in den Einfriertemperaturbereich [15 und 16]. Über systematische Untersuchungen der Festigkeit und des Bruchverhaltens von Gläsern im Temperaturbereich deutlich oberhalb T_g liegen allerdings in der Literatur bisher keine Angaben vor.

Da die Zahlenwerte der technisch erfaßbaren Festigkeit von Gläsern keine materialspezifischen Werte darstellen, sondern stark sowohl von der Meßprozedur und deren Randbedingungen als auch von der Belastungsdauer bzw. -geschwindigkeit, der Oberflächenbeschaffenheit der Proben, der Art des umgebenden Mediums usw. abhängen, lassen sich die in der Literatur mitgeteilten Werte nicht direkt vergleichen. Aber nicht nur für die Werte der experimentell bestimmbaren Festigkeit selbst, sondern auch für deren Temperaturabhängigkeit scheinen die verschiedenen Meßverfahren unterschiedliche Ergebnisse zu liefern. Aus dem bisher bekannten Temperaturverlauf der Festigkeit von Gläsern kann daher nicht in den Bereich hoher Temperaturen extrapoliert werden, um die Festigkeit von Glasschmelzen verläßlich abschätzen zu können.

3. Meßverfahren

Da bei allen Verfahren zur Bestimmung der Festigkeit letztlich stets die lokale Zugbeanspruchung des Materials zu einem Bruch führt und somit alle Verfahren geeignet sind, bei denen sich die Zugspannung am Bruchsprung berechnen läßt, kann die Auswahl des Meßverfahrens nach praktischen Gesichtspunkten erfolgen: experimentelle Realisierbarkeit bei hohen Temperaturen, zügige Durchführbarkeit von Reihenuntersuchungen, möglichst geringer Aufwand für die Probenpräparation, Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit Standardmeßverfahren.

Obwohl sich das Glas bei hohen Temperaturen oberhalb T_g wie eine viskoelastische Flüssigkeit verhält, wurde ein Verfahren benutzt, das für die

Prüfung spröd-elastischer Materialien geeignet ist: die Bestimmung der Biegefestigkeit nach dem Doppelring-Verfahren an plattenförmigen Probekörpern. Wenn bestimmte Versuchsbedingungen eingehalten werden, kann die Methode aber auch für Biegefestigkeitsmessungen an Glasproben bis nahe an die Littleton-Temperatur des Glases sinnvoll eingesetzt werden, wie aus dem folgenden noch hervorgehen wird. Da das Doppelring-Verfahren bereits seit vielen Jahren in Forschung und Industrie angewendet wird [17] und bereits ein DIN-Normentwurf vorliegt [18], seien hier die wesentlichen Auswertungsformeln in komprimierter Form angegeben: Für kleine Durchbiegungen der Probekörper gilt für die Biegefestigkeit

$$\sigma_B = K_1 \cdot \frac{F_B}{d^2}, \tag{1}$$

wobei F_B die gemessene Kraft beim Bruch, d die Dicke der Glasplatte und K_1 ein konstanter Faktor ist, der sich aus den geometrischen Abmessungen der Biegezone und der Glasscheibe sowie der Poissonzahl des Glases errechnet.

Für die maximale Durchbiegung im Zentrum der Scheiben gilt unter der Voraussetzung kleiner Durchbiegungen

$$w_0 = K_2 \cdot \frac{F}{E \cdot d^3} \tag{2}$$

wobei E der Elastizitätsmodul des Glases und K_2 wiederum ein aus Geometrie und Poissonzahl berechneter konstanter Faktor sind [14]. Bei Verwendung einer Prüfmaschine mit Wegaufnehmer kann die Durchbiegung der Prüfkörper aus dem Stempelweg der Prüfmaschine bestimmt und durch Umkehrung von Gleichung (2) bei jeder Biegefestigkeitsmessung gleichzeitig der Elastizitätsmodul des Glases berechnet werden

$$E = K_2 \cdot \frac{F}{d^3 \cdot w_0} \tag{3}$$

Unter der Annahme einer parabolischen Biegelinie ergibt sich für die Durchbiegung

$$w_0 = K_3 \cdot [s - s_A(F)], \tag{4}$$

wobei s der gemessene Stempelweg bei der Belastung und $s_A(F)$ der durch die Eigendehmbarkeit des Meßaufbaus bedingte Stempelweg bedeuten. Der Geometriefaktor K_3 berechnet sich nach

$$K_3 = \frac{D_2^2}{D_2^2 - D_1^2} \tag{5}$$

aus dem Durchmesser des Lastringes D_1 und dem Durchmesser des Stützringes D_2 . Für Prüfmaschinen, die mit weggeregelter Stempel- bzw. Querhauptvor-

schub betrieben werden, kann die einzustellende Stempelgeschwindigkeit \dot{s} zur Erzielung einer gewünschten Belastungsgeschwindigkeit $\dot{\sigma}$ als Funktion der Scheibendicke, der elastischen Konstanten des Glases und der Apparatur-Eigendehmbarkeit berechnet werden:

$$\dot{s} = \dot{\sigma} \cdot \left(\frac{K_2}{K_1 \cdot K_3 \cdot E \cdot d} + \frac{d^2}{K_1} \cdot \frac{ds_A}{dF} \right) \tag{6}$$

Bei großen Durchbiegungen, die mit Glasscheiben bei Temperaturen oberhalb T_g leicht erreicht werden können, sind diese einfachen Formeln nicht mehr anwendbar. Als Anhaltswert zur Abgrenzung des Gültigkeitsbereichs der linearen Gleichungen kann das Verhältnis der Scheibendurchbiegung im Zentrum w_0 zur Scheibendicke d verwendet werden. Bei der Versuchsdurchführung wurden die Versuchsbedingungen (siehe Abschnitt 6.) stets so gewählt, daß die Durchbiegung in der Scheibenmitte kleiner blieb als die Scheibendicke $w_0 < d$, bzw. es wurden nur die Einzelmessungen zur Auswertung herangezogen, bei denen diese Bedingung erfüllt war. Der systematische Fehler bei der Berechnung der Biegefestigkeit nach Gleichung (1) ist dann kleiner als 2 % [18].

Die Konstanten K_1 , K_2 und K_3 wurden aus den bei Raumtemperatur ermittelten Abmessungen der Biegezone und der Glasproben sowie der Poissonzahl des Glases berechnet. Auf temperaturabhängige Korrekturen dieser Faktoren hinsichtlich der Geometrieänderungen durch die Wärmeausdehnung der Biegezone und der Glasscheiben wurde verzichtet. Bis T_g hätten entsprechende Korrekturen eine Reduzierung der maximalen Biegespannung um weniger als 1 % und bis zur höchsten angewendeten Temperatur von 720 °C eine Reduzierung um weniger als 3 % zur Folge. Ohne Kenntnis der Temperatur- und Zeitabhängigkeit der Poissonzahl kann deren Einfluß auf die Konstanten nur grob abgeschätzt werden. Mit der Poissonzahl $\nu = 0,5$ als obere Grenze erhält man z. B. bei 720 °C um 12 % höhere Werte für die Biegespannung als bei Verwendung der Raumtemperaturwerte für Geometrie und Poissonzahl. Die gegenläufigen Auswirkungen der Wärmeausdehnung und des Anstiegs der Poissonzahl dürften sich weitgehend kompensieren, ansonsten müssen die mitgeteilten Werte für die Biegefestigkeit im Temperaturbereich oberhalb T_g als konservative Angaben betrachtet werden. Die Temperaturabhängigkeit der Apparatur-Eigendehmbarkeit $s_A(F)$ wurde berücksichtigt.

4. Experimenteller Aufbau

In Anlehnung an den DIN-Normentwurf [18] beträgt das Verhältnis von Lastringdurchmesser (9 mm) zu Stützringdurchmesser (45 mm) 1 : 5. Als

Probekörper wurden kreisförmige Glasscheiben mit Dicken von 1,8 bis 2,1 mm und mit einem Durchmesser von 50 mm verwendet (siehe Abschnitt 5.). Last- und Stützring sind aus warmfestem Stahl (X22 CrNi 17) hergestellt, eine Härtung der Belastungsringe ist angesichts der hohen Einsatztemperaturen bis zu 720 °C nicht möglich. Der Verrundungsradius der Auflager beträgt 1,25 mm, er wurde täglich kontrolliert und von Zeit zu Zeit nachgearbeitet. Auf Zwischenlagen aus weichem elastischen Material zwischen der Probe und den Belastungsringen, die im DIN-Normentwurf zum Ausgleich von Probenunebenheiten und zur Reduzierung des Risikos von Kantenbrüchen empfohlen werden, konnte verzichtet werden. Bei den insgesamt mehr als 2000 durchgeführten Einzelmessungen wurde kein einziger Kantenbruch beobachtet, und bei weniger als 35 % der Versuche lag der Bruchursprung direkt unterhalb des Lastrings, so daß diese Maßnahme gerechtfertigt erscheint. Auf eine bewegliche, selbstjustierende Ausführung der Biegezelle wurde verzichtet, die Komplanarität und Zentrierung der starren Zelle aber zu Beginn jeder Meßreihe überprüft und gegebenenfalls justiert. Die wesentliche Modifizierung der Hochtemperatur-Biegezelle gegenüber dem üblichen Doppelringaufbau ist die umgekehrte Anordnung. Der Stützring ist über eine Kraftmeßzelle am festen Querhaupt der Prüfmaschine aufgehängt. Die Glasscheibe ruht, gestützt und zentriert von einem Tragering aus Graphit, auf dem Lastring. Zur Belastung der Probe werden der Lastring vom hydraulischen Stempel der Prüfmaschine angehoben und der Graphitring bei einer bestimmten Position durch einen Federmechanismus zurückgehalten. Die Glasscheibe liegt dann frei auf dem Lastring und wird weiter zum Stützring hin angehoben und schließlich bis zum Probenbruch gegen den Stützring gedrückt. Die Glasbruchstücke fallen dabei auf den Graphitring herunter und werden in der tiefsten Position des Stempels zusammen mit dem Tragering aus der Biegezelle entfernt. An Hand der fast vollzählig und geordnet auf dem Graphitring verbleibenden Probenbruchstücke kann der Bruchursprung eindeutig lokalisiert werden.

Die Biegezelle wird in einem nach oben hin abgedichteten vertikalen Rohrofen betrieben, Zusatzheizelemente kompensieren die Wärmeableitung und schaffen eine ausreichend große Zone konstanter Temperatur. Last- und Stützring tragen je ein NiCr-Ni-Thermoelement, so daß die Temperatur sehr dicht an der Oberfläche der Glasproben gemessen wird.

5. Probenvorbereitung

Als Probenmaterial wurde praktisch spannungsfreies Floatglas und als Tafelglas gezogenes Borosilicatglas der Dicke 1,8 bis 2,1 mm verwendet. Über

Alter und Lagerungsbedingungen in den Glashütten wurden von den Lieferanten keine Angaben gemacht. Für den Transport waren Papierbögen zwischen die einzelnen Glasscheiben (300 × 300) mm²) gelegt worden; außer bei der Lieferung F 2 (siehe Abschnitt 6.). Die Scheiben wurden zunächst mehrere Wochen im Prüflabor bei etwa 22 °C und etwa 25 % relativer Luftfeuchtigkeit gelagert. Mit einem Diamant-Hohlbohrer wurden unter Wasser runde Platten (Durchmesser 50 mm) aus den Scheiben herausgebohrt. Die Prüfplatten wurden anschließend in destilliertem Wasser gewaschen und mit Äthanol im Ultraschallbad gereinigt. Nach der Trocknung wurde die Dicke der Probekörper ausgemessen, die Proben einzeln gekennzeichnet und nach Dicke sortiert, wiederum mehrere Wochen im Prüflabor gelagert. Die Dickenschwankung innerhalb der einzelnen Proben betrug bei Floatglas maximal 5, bei Borosilicatglas maximal 70 µm.

Bei einem Teil der Floatglasproben wurde die „Ofenatmosphärenseite“ mit SiC-Schmirgelpapier (Körnung 220) von Hand gleichmäßig trocken geschmirgelt. Nach einer Lagerung von mehreren Tagen im Prüflabor wurde ein Teil der geschmirgelten Proben zusätzlich getempert. Bei der Wärmebehandlung wurden die geschmirgelten Proben in Gruppen von jeweils zehn Stück auf einer Unterlage aus Graphit in einem gut gemuffelten Ofen langsam aufgeheizt, 4 h lang bei 600 °C gehalten und dann mit einer Geschwindigkeit von 1 K/min abgekühlt. Vor der Biegefestigkeitsprüfung wurden die Proben wiederum mehrere Tage im Prüflabor gelagert. Die Scheibendicke der geschmirgelten und der thermisch nachbehandelten Proben wurde nach der Oberflächenbehandlung nicht mehr gemessen.

Für die Biegefestigkeitsmessung wurden die Proben auf Graphittrageringe gelegt und in einem vorgeheizten Muffelofen bei der vorgesehenen Meßtemperatur²⁾ mindestens 1 h lang vorgewärmt. Bei Temperaturen deutlich unterhalb von T_g wirken sich längere Vorheizzeiten nicht auf die Ergebnisse der Festigkeitsmessungen aus [11]. Bei Temperaturen oberhalb von 670 °C wurden die Vorheizzeiten auf minimal 20 min reduziert, um das Durchhängen der zähflüssigen Glasscheiben durch ihr Eigengewicht gering zu halten. Zur Verringerung des Graphitabbrandes wurde der Muffelofen mit Stickstoff gespült. Die heißen Probekörper wurden mit ihrem Graphitauflagering in die Meßapparatur gebracht und dort zunächst etwa 10 min lang, auf dem Tragering und dem Lastring aufliegend, bis zur Einstellung des Temperaturgleichgewichtes gehalten, bevor der Belastungsvorgang gestartet wurde.

²⁾ Bei den Meßreihen F 2 und F 3 wurde die Vorheiztemperatur 20 K höher als die Meßtemperatur eingestellt, um die Abkühlung der Proben beim Transport in die Biegezelle zu kompensieren; bei den Meßreihen F 4 und D 1 waren Vorheiz- und Meßtemperatur gleich.

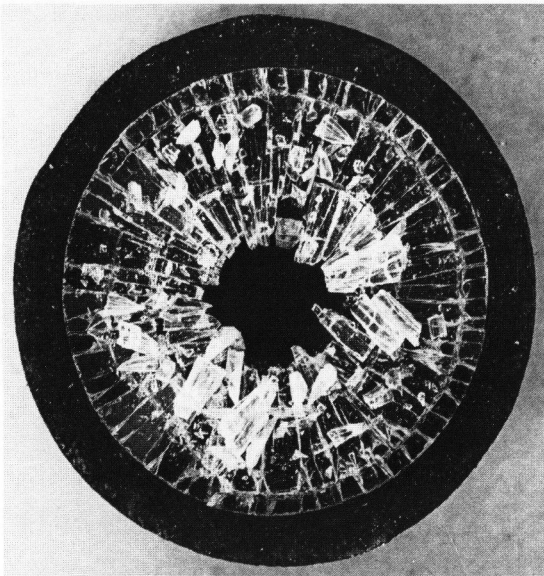


Bild 1. Bruchbild einer Floatglasprobe (Durchmesser 50 mm) mit unbehandelten Oberflächen (Meßreihe F 3), die bei 625 °C (80 K oberhalb T_g) mit einer Stempelgeschwindigkeit von 49 mm/s, dem Zehnfachen der „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit bei dieser Temperatur, verformt wurde. Die Belastungsgeschwindigkeit beim Bruch betrug 20,2 GPa/s, die Durchbiegung 0,84 d und die Biegebruchspannung 632 MPa.

6. Ergebnisse

Bei den Festigkeitsmessungen wurden jeweils zehn Proben etwa gleicher Dicke bei einer Temperatur und Belastungsgeschwindigkeit geprüft. Ergaben sich dabei weniger als acht gültige Einzelmessungen in bezug auf Durchbiegung ($w_0 < d$) und Bruchsprung (innerhalb des vom Lastring begrenzten zentralen Probenbereichs), so wurde eine weitere Messung mit wiederum zehn Probekörpern durchgeführt. Als Meßergebnisse werden die arithmetischen Mittelwerte der Biegefestigkeit aus jeweils mindestens acht gültigen Einzelmessungen mitgeteilt. Berechnet wurden außerdem der Medianwert und die Koeffizienten der Zwei-Parameter-Weibullverteilung der Festigkeiten jeder Messung, die jedoch keine weitergehende Aussagekraft besitzen als der arithmetische Mittelwert und dessen Vertrauensbereich³⁾. Der Biegespannung unterworfen, d. h. konvex durchgebogen, wurde beim Floatglas die „Ofenatmosphärenseite“ der Glasplatten, deren Festigkeit bei Raumtemperatur um etwa 20 % höher liegt als die der „Zinnbadseite“, und beim Borosilicatglas die Seite, auf der in der Glashütte mit dem Glaschneider geschnitten worden war.

³⁾ Für eine statistisch gesicherte Aussage über die Verteilungsfunktion der Biegefestigkeitswerte der verwendeten Probekörper und die Änderung der Verteilung als Funktion der Temperatur und den Einfluß der Belastungsgeschwindigkeit ist der gewählte Stichprobenumfang nicht ausreichend. Untersuchungen in dieser Richtung sind in Vorbereitung.

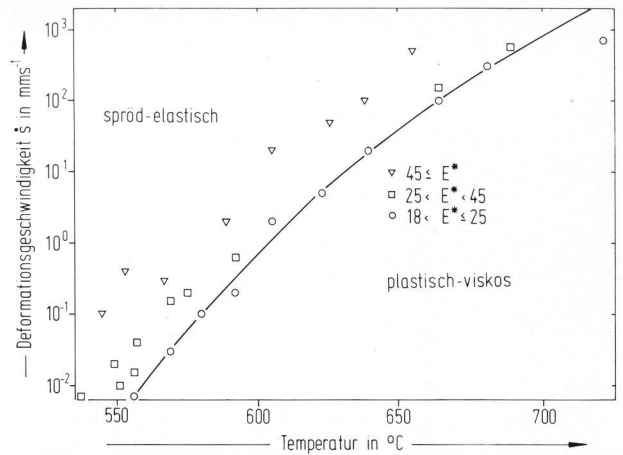


Bild 2. Minimale Deformationsgeschwindigkeit für einen spröden Biegebruch von Floatglas (F 3) mit unbehandelten Oberflächen bei Beschränkung auf kleine Durchbiegungen $w_0 < d$ als Funktion der Temperatur. Die eingetragenen Symbole kennzeichnen die angewendeten Deformationsgeschwindigkeiten bei der Festigkeitsmessung der Meßreihe F 3 (siehe Bild 5) und die dabei beobachteten „scheinbaren Elastizitätsmoduli“ E^* .

Die Temperaturdifferenz zwischen Lastring und Stützring während der Belastung der einzelnen Proben und die Temperaturschwankungen innerhalb einer Messung waren stets kleiner als 2 K. Der Belastungsvorgang der kreisrunden Glasscheiben in der Doppelring-Biegezeile wurde mit konstanter Vorschubgeschwindigkeit des hydraulisch angetriebenen Arbeitsstempels der Prüfmaschine durchgeführt. Das Signal des induktiven Wegaufnehmers im Arbeitsstempel, das Signal der Kraftmeßzelle und die Temperatur der Belastungsringe wurden mit einem Schreiber als Funktion der Zeit registriert. Bei hohen Vorschubgeschwindigkeiten wurden Weg- und Kraftsignal von einem Oszilloskop fotografisch aufgezeichnet.

Im Temperaturbereich ideal elastischen Verhaltens des Glases wurde die Stempelgeschwindigkeit der Prüfmaschine nach Gleichung (6) so eingestellt, daß die Biegespannung nach Gleichung (1) mit der im DIN-Normentwurf [18] geforderten Geschwindigkeit von 2 MPa/s bis zum Bruch der Proben ansteigt. (Bei Raumtemperatur ist dazu eine Vorschubgeschwindigkeit von etwa 3,5 $\mu\text{m/s}$ erforderlich.) Der Anstieg der Belastungskraft als Funktion der Zeit bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit verläuft im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis etwa 30 K unterhalb T_g exakt linear. Oberhalb dieser Temperatur steigt die Belastungskraft bei kleinen Verformungsgeschwindigkeiten nur zu Beginn der Probenbelastung linear an und flacht mit zunehmender Deformation immer mehr ab (siehe das später genannte Bild 6). Die Belastungsgeschwindigkeit beim Bruch läßt sich dann nicht mehr vorausberechnen und ist zusätzlich noch stark abhängig von der Festigkeit der einzelnen Proben. Ohne Probenbruch können dabei leicht große Durchbiegungen ($w_0 > d$) erreicht wer-

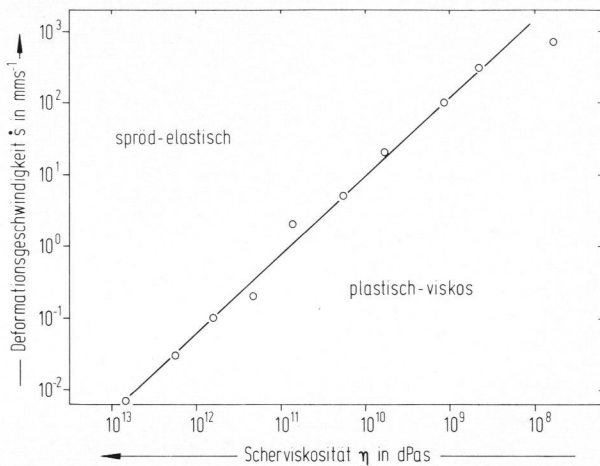


Bild 3. Minimale Deformationsgeschwindigkeit für einen spröden Biegebruch von Floatglas (F 3) als Funktion der Viskosität des Glases.

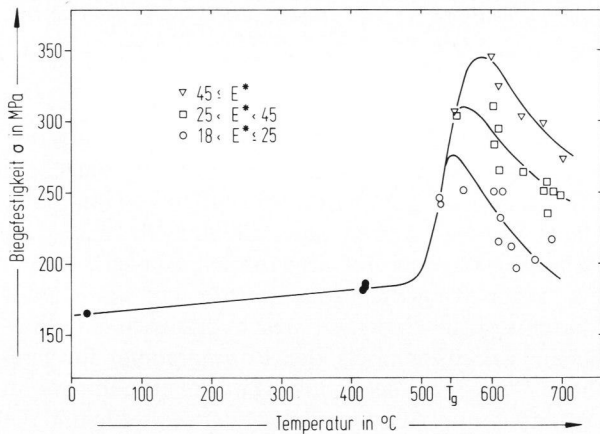


Bild 4. Biegefestigkeit von Floatglas mit unbehandelten Oberflächen (Meßreihe F 2) als Funktion der Temperatur und Belastungskinetik. Von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur wurde die Belastungsgeschwindigkeit $\dot{\sigma} = 2 \text{ MPa/s}$ verwendet (●), bei höheren Temperaturen verschiedene Deformationsgeschwindigkeiten.

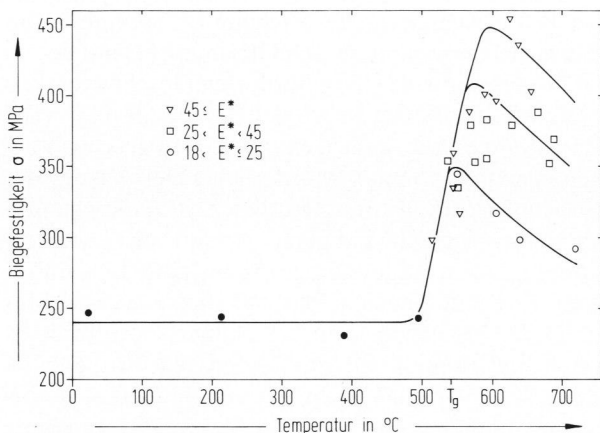


Bild 5. Biegefestigkeit von Floatglas mit unbehandelten Oberflächen (Meßreihe F 3) als Funktion der Temperatur und Belastungskinetik. Von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur wurde die Belastungsgeschwindigkeit $\dot{\sigma} = 2 \text{ MPa/s}$ verwendet (●), bei höheren Temperaturen die in Bild 2 eingetragenen verschiedenen Deformationsgeschwindigkeiten.

den, so daß die Gleichungen der linearen Theorie nicht mehr anwendbar sind.

Für die weiteren Messungen oberhalb der unteren Entspannungstemperatur des Glases wurde die Belastungskinetik dahingehend modifiziert, daß die Deformation der Glasscheiben mit verschiedenen, zunächst willkürlich gewählten Stempelgeschwindigkeiten erfolgte. Dabei wurde sehr streng auf die Einhaltung der Randbedingungen für das Doppelring-Biegeverfahren geachtet ($w_0 < d$ und Bruchursprung innerhalb des vom Lastring begrenzten Probenbereichs) und nicht mehr versucht, bestimmte Belastungsgeschwindigkeiten zu realisieren. Bei jeder eingestellten Meßtemperatur wurde zunächst die minimale Stempelgeschwindigkeit ermittelt, die notwendig ist, um überhaupt einen Sprödbbruch zu erzielen, bevor die Plattendurchbiegung größer als eine Plattendicke ist. Hierzu wurde die Stempelgeschwindigkeit von einer Einzelmessung zur nächsten stufenweise erhöht, bis der Übergang von der plastischen Verformung der Probescheiben zum Sprödbbruch erreicht war. Sodann wurde die Stempelgeschwindigkeit noch so weit erhöht, bis ein spröder Biegebruch bei allen zehn Proben eines Probensatzes mit gleicher Oberflächenbeschaffenheit und gleicher Dicke, einschließlich der geringen Schwankungen von Probe zu Probe, mit Sicherheit erfolgt war, bevor die Durchbiegung größer als eine Plattendicke wurde („kritische“ Verformungsgeschwindigkeit). Schließlich wurden noch Biegeversuche mit Vielfachen dieser „kritischen“ Prüfgeschwindigkeit durchgeführt. Eine unter solchen Bedingungen gebrochene Probe ist in Bild 1 dargestellt. Als Funktion der Meßtemperatur ergibt sich oberhalb T_g ein nahezu exponentieller Anstieg der „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit für einen spröden Biegebruch. Beispielsweise war für die Floatglasproben (Meßreihe F 3) mit unbehandelten Oberflächen bei einer Temperatur von 10 K oberhalb T_g die Stempelgeschwindigkeit von $7 \mu\text{m/s}$ ausreichend für einen spröden Biegebruch, während 160 K oberhalb T_g die Prüfgeschwindigkeit bereits mehr als 1 m/s betragen, also um mehr als fünf Größenordnungen höher sein muß (Bild 2). Als Funktion der Scherviskosität des Glases ergibt sich für die „kritische“ Verformungsgeschwindigkeit des Floatglases (F 3) in doppeltlogarithmischer Darstellung eine Gerade mit der Steigung 1,1 (Bild 3).

Unter Anwendung der Belastungsgeschwindigkeit von 2 MPa/s im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur des Glases und unter Anwendung des Vielfachen der „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit bei höheren Temperaturen ergibt sich für Floatglas mit unbehandelten Oberflächen (Meßreihen F 2 und F 3) der in den Bildern 4 und 5 dargestellte Verlauf der Biegefestigkeit als Funktion der Temperatur und der Verformungskinetik. Im Bereich von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur kann die

Biegefestigkeit von Floatglas mit unbehandelten (feuerpolierten) Oberflächen als konstant innerhalb des Vertrauensbereiches der Meßwerte angesehen werden. Bei der Meßreihe F 2 wurden nur bei zwei Temperaturen in diesem Bereich Messungen durchgeführt und der Festigkeitsverlauf linear interpoliert, da der elastische Bereich im Hinblick auf die Zielsetzung der Untersuchung nur von untergeordneter Bedeutung ist.

Im Kühlbereich von der unteren Entspannungstemperatur des Glases an nimmt die Biegefestigkeit sehr stark zu, erreicht im Transformationsbereich ein ausgeprägtes Maximum (etwa 100 % höhere Werte als bei Raumtemperatur) und sinkt mit zunehmender Erweichung bei noch höheren Temperaturen wieder ab. Die Höhe der Maximalfestigkeit im Transformationsbereich steigt mit zunehmender Deformationsgeschwindigkeit deutlich an, gleichzeitig verschiebt sich das Festigkeitsmaximum zu höheren Temperaturen.

Aus Vergleichsmessungen bei Raumtemperatur, deren Ergebnisse in den Diagrammen nicht eingetragen sind, wird deutlich, daß die Biegefestigkeit im Temperaturbereich oberhalb T_g in erheblich stärkerem Maße von der Belastungsgeschwindigkeit abhängig ist als bei Raumtemperatur⁴⁾. Bei der Zuordnung der nach der modifizierten Belastungskinetik ermittelten Festigkeiten zeigt sich, daß weder die Größe der verwendeten Deformationsgeschwindigkeit (ändert sich um fünf Größenordnungen) noch die daraus resultierende Geschwindigkeit des Biegespannungsanstiegs kurz vor Probenbruch (ändert sich ebenfalls um fünf Zehnerpotenzen) noch Vielfache der „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit geeignete Parameter sind, um die bei verschiedenen Temperaturen mit unterschiedlichen Stempelgeschwindigkeiten erhaltenen Festigkeitswerte miteinander zu korrelieren. Als geeigneter Parameter bietet sich der „scheinbare Elastizitätsmodul“ E^* an, der das viskoelastische Verhalten der unterkühlten Glasschmelze bei der Biegebelastung stark vereinfacht beschreibt. Bei Temperaturen deutlich unterhalb T_g kann mit Gleichung (3) der statische Elastizitätsmodul des Glases aus den linearen Spannungs-Durchbiegungskurven mit einer Genauigkeit von $\pm 5\%$ berechnet werden. Die Anwendung dieser Gleichung im viskoelastischen Bereich des Glases, auch bei deutlicher Abweichung der Belastungskurven vom linearen Verlauf, liefert aus den Werten der gemessenen Bruchkraft und der Durchbiegung der Glasscheiben

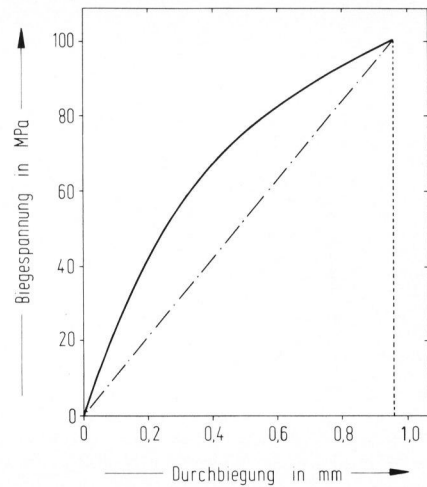


Bild 6. Wenn die Belastungskurve vom linearen Verlauf abweicht, wird der „scheinbare Elastizitätsmodul“ nach Gleichung (3) aus der Biegebruchspannung und der Plattendurchbiegung beim Probenbruch berechnet. (Beispiel: Floatglas mit geschmirgelter Oberfläche (Meßreihe F 4) belastet bei 562 °C mit einer Stempelgeschwindigkeit von $5\ \mu\text{m/s}$. Die Belastungsgeschwindigkeit beim Bruch betrug $0,25\ \text{MPa/s}$, die Durchbiegung $0,48\ d$ und die Biegebruchspannung $100,6\ \text{MPa}$.)

beim Bruch den „scheinbaren Elastizitätsmodul“ (Bild 6). Zur Darstellung des Temperaturverlaufs der Biegefestigkeit von Floatglas im Einfrierbereich wurde der den einzelnen Festigkeitsmittelwerten zuzuordnende „scheinbare E-Modul“ in drei Klassen eingeteilt. Die Intervallgrenzen sind so gewählt, daß sich eine Häufung der Einzelmeßwerte innerhalb dieser drei Klassen ergibt. Auf Grund der gewählten Abstufungen der verwendeten Stempelgeschwindigkeiten und angesichts der Standardabweichung von $\pm 20\%$ der Einzelmeßwerte von den Festigkeitsmittelwerten erscheint diese Einteilung ausreichend. Bei relativ langsamen Belastungsvorgängen (\cong „kritische“ Verformungsgeschwindigkeit) weichen die zugehörigen Spannungs-Deformationskurven sehr stark vom linearen Verlauf ab ($18\ \text{GPa} < E^* \leq 25\ \text{GPa}$), bei mittleren Deformationsgeschwindigkeiten (≈ 5 fache „kritische“ Verformungsgeschwindigkeit) ist die Abweichung vom linearen Verlauf noch deutlich zu erkennen ($25\ \text{GPa} < E^* < 45\ \text{GPa}$), bei relativ schneller Durchbiegung der Glasscheiben ($\cong 10$ fache „kritische“ Verformungsgeschwindigkeit) ergeben sich praktisch lineare Belastungskurven. Am Beispiel der Meßreihe F 3 sind die bei der Festigkeitsmessung verwendeten Deformationsgeschwindigkeiten zusätzlich zur „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit in Bild 2 eingetragen. Trotz der sehr starken Temperaturabhängigkeit der „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit bleibt der „scheinbare E-Modul“ konstant und beträgt bei diesen Geschwindigkeiten unabhängig von der Temperatur $19\ \text{GPa} \pm 1\ \text{GPa}$.

Um den sehr steilen Anstieg der Biegefestigkeit in einem kleinen Temperaturintervall oberhalb der

⁴⁾ Siehe hierzu [19], wo eine Festigkeitssteigerung von maximal 50 % bei Erhöhung der Deformationsgeschwindigkeit um drei Zehnerpotenzen an einem Kalk-Natronsilicatglas bei Raumtemperatur gemessen wurde. Im Vergleich hierzu wurde von den Autoren der vorliegenden Arbeit ein Anstieg der Biegefestigkeit von Floatglas bei Raumtemperatur um 20 % bei Erhöhung der Belastungsgeschwindigkeit um zwei Zehnerpotenzen bestimmt, der noch innerhalb der Standardabweichung bei der Belastungsgeschwindigkeit von $2\ \text{MPa/s}$ liegt.

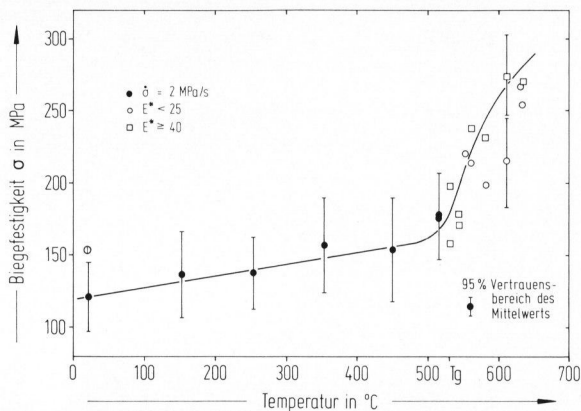


Bild 7. Biegefestigkeit von Borosilicatglas mit unbehandelten Oberflächen als Funktion der Temperatur und Belastungskinetik. Von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur wurde die Belastungsgeschwindigkeit $\dot{\sigma} = 2$ MPa/s verwendet (●), bei höheren Temperaturen verschiedene Deformationsgeschwindigkeiten. ○ = Biegefestigkeit von unbehandelten, aber getemperten Proben.

unteren Entspannungstemperatur besser untersuchen zu können, wurde in einer weiteren Meßreihe ein Borosilicatglas verwendet, das einen deutlich längeren Viskositäts-Temperaturverlauf zeigt als Floatglas. Bei diesen Borosilicatglasproben mit unbehandelten Oberflächen steigt die Biegefestigkeit von Raumtemperatur bis knapp unterhalb T_g signifikant um etwa 20 % und im Einfrierbereich um mehr als 65 % an (Bild 7). Der Steilanstieg verläuft jedoch, wie erwartet, deutlich flacher als bei Floatglas. Leider ergab sich bei diesem Glas eine wesentlich größere Streubreite der Einzelmeßwerte als bei Floatglas, was auf statistisch verteilte mikroskopische Oberflächenschädigungen der Glasscheiben und auch auf die relativ großen Dickschwankungen innerhalb der Prüfkörper zurückzuführen sein dürfte. Die größere statistische Unsicherheit der Meßwerte überwiegt daher die durch die „Länge“ des Glases gegebene bessere Untersuchungsmöglichkeit. Es ist geplant, die Messungen zu höheren Temperaturen auszudehnen.

7. Diskussion

Bei den beiden Meßreihen mit unbehandelten Floatglasscheiben von derselben Glashütte ergab sich qualitativ der gleiche Verlauf der Biegefestigkeit als Funktion der Temperatur und Belastungskinetik (Bilder 4 und 5). Auffallend ist aber der große Festigkeitsunterschied von etwa 80 MPa zwischen den beiden Meßreihen. Diese Differenz bleibt über den gesamten Temperaturbereich von Raumtemperatur bis zur höchsten angewendeten Temperatur, einschließlich des Transformationsbereichs mit dem hohen Maximum der Biegefestigkeit, praktisch konstant. Als Ursache für die Festigkeitsdifferenz der beiden Floatglasmeßreihen wird eine unterschiedlich starke Beschädigung der Glasscheibenoberflächen

bei der Anlieferung vermutet. Der Grund für die unterschiedlichen Oberflächenschädigungen könnte die Art der Verpackung der Glasscheiben beim Versand gewesen sein⁵⁾.

Die beobachtete Temperaturunabhängigkeit der Biegefestigkeit von Floatglas und der schwache Anstieg der Biegefestigkeit von Borosilicatglas im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur stehen im Einklang mit zahlreichen Literaturangaben (siehe Abschnitt 2.). Der steile Anstieg der Biegefestigkeit oberhalb der unteren Entspannungstemperatur läßt sich zum einen als eine Art Feuerpolitur der Glasoberfläche deuten, bei der die Kerbradien der vorhandenen Oberflächenrisse durch viskoses Fließen des Glases vergrößert und somit die Spannungskonzentrationen an diesen Stellen reduziert werden, so daß die Risse an Wirksamkeit verlieren [20]; zum anderen haben Wiederhorn u. a. [15] bei Messungen der Rißausbreitungsgeschwindigkeiten an Proben unterschiedlicher Glaszusammensetzungen als Funktion der Temperatur festgestellt, daß bei den meisten Gläsern die unterkritische Rißausbreitung bei Temperaturen kurz unterhalb T_g selbst dann zum Stillstand kommt, wenn wesentlich höhere Belastungen aufgegeben werden, als für die Rißausbreitung bei Raumtemperatur erforderlich ist. Dies läßt den Schluß zu, daß bereits bei Temperaturen unterhalb T_g an den vorhandenen Rißspitzen bei dieser Belastungsweise viskose Fließvorgänge im Mikrobereich des Kerbgrunds einsetzen, die die Spannungsintensität an diesen Stellen soweit abbauen, daß die kritische Rißfortpflanzungsspannung bei geringen Belastungsgeschwindigkeiten nicht mehr überschritten wird. Die hohen Spannungen im Bereich der Mikrorisse können zusätzlich noch zu einer lokalen Reduzierung der Viskosität durch Nicht-Newton'sches Fließverhalten und damit zu einer beschleunigten Abrundung der Rißspitzen beitragen.

In einer weiteren Meßreihe wurde nun versucht, die beiden sich addierenden Effekte zu trennen: die statische Rißausheilung als Folge einer Feuerpolitur und die dynamische Abrundung der Rißspitzen bei der Belastung. Der Verlauf der Biegefestigkeit als Funktion der Temperatur von stark geschmirgelten Floatglasproben, von geschmirgelten Proben, die bei 600 °C – bei der Temperatur der maximalen Festigkeit (siehe Bilder 4 und 5) – getempert wurden (siehe Abschnitt 4.) und im Vergleich dazu von unbehandelten Proben derselben Floatglaslieferung (F 4) ist in Bild 8 dargestellt. Durch die thermische Nachbehandlung der geschmirgelten Proben ergibt sich bei Raumtemperatur eine Festigkeitssteigerung

⁵⁾ Bei der späteren Lieferung (F 3) war zwischen jeder einzelnen Scheibe eine Lage weiches Papier eingelegt worden, während bei der vorangegangenen Lieferung (F 2) die Glasscheiben direkt aufeinanderlagen und sich so gegenseitig beschädigt haben können.

um etwa 120 %. Die Oberflächenschädigungen können dadurch aber nicht vollständig ausheilen, so daß die Festigkeit nach dieser thermischen Rißausheilung immer noch weit geringer bleibt als die Festigkeit der unbehandelten, nominell unbeschädigten Proben (etwa 55 %). Bis zur unteren Entspannungstemperatur bleiben die Biegefestigkeitswerte der drei Probengruppen weitgehend konstant. Für das lokale Festigkeitsminimum der Floatglasproben mit geschmirgelten und thermisch nachbehandelten Oberflächen im Temperaturbereich zwischen 400 und 520 °C kann nach dem bisherigen Stand der Untersuchungen noch keine Erklärung abgegeben werden.

Im Transformationsbereich steigt die Festigkeit aller drei Probengruppen stark an. Die Steilheit des Anstiegs scheint aber mit dem Grad der Oberflächenschädigung, d. h. mit abnehmender Biegefestigkeit, abzunehmen. Diese scheinbare Abhängigkeit ist darauf zurückzuführen, daß für die drei Probengruppen entsprechend der gewählten Definition der „kritischen“ Verformungsgeschwindigkeit in Abschnitt 6. unterschiedliche Verformungsgeschwindigkeiten verwendet wurden. Bei geringerer Festigkeit der Glasscheiben sind auch geringere Verformungsgeschwindigkeiten ausreichend, um einen spröden Biegebruch herbeizuführen, bevor die Durchbiegung der Scheiben so groß wie die Scheibendicke ist.

Der Anstieg bei den Proben mit unbehandelten Oberflächen entspricht dem in den Bildern 4 und 5 dargestellten Verlauf. Bei Proben mit geschmirgelter Oberfläche kann während der einstündigen Vorheizzeit ein nachhaltiger Ausheileffekt erwartet werden. Bei der Biegeprüfung der geschmirgelten und thermisch behandelten Proben bei Temperaturen unterhalb der der Wärmebehandlung wird jedoch ebenfalls ein starker Festigkeitsanstieg beobachtet. Dafür gibt es zwei mögliche Erklärungen: Entweder verschwinden festigkeitsmindernde Schwachstellen erst beim Aufheizen des Glases auf Temperaturen oberhalb der unteren Entspannungstemperatur und entstehen beim Abkühlen erneut, obwohl durch die thermische Nachbehandlung der geschmirgelten Proben bereits eine dauerhafte Festigkeitssteigerung erzielt, die Wirksamkeit der Oberflächenschädigungen also drastisch reduziert wurde; oder der Festigkeitsanstieg erfolgt im wesentlichen durch die Ausbildung plastischer Prozeßzonen an den Rißspitzen während der Belastung und der kontinuierlichen Reduzierung der Spannungsintensität an diesen Stellen.

Zum Vergleich wurden einige Proben mit unbehalteter Oberfläche der Wärmebehandlung unterzogen und deren Biegefestigkeit bei Raumtemperatur bestimmt. Für das Floatglas (F 4) ergab sich dabei eine geringfügig niedrigere Biegefestigkeit als für die unbehandelten Proben (Meßpunkt ① in Bild 8). Beim Borosilicatglas konnte durch diese Behandlung eine

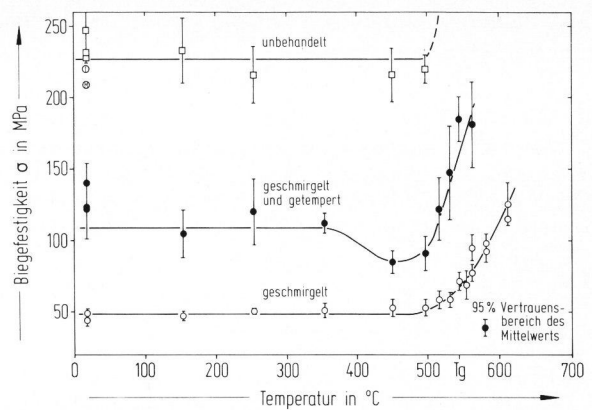


Bild 8. Biegefestigkeit von Floatglas (Meßreihe F 4) mit verschiedenen Oberflächenbehandlungen der Proben: (○) geschmirgelt, (●) geschmirgelt und getempert, (□) unbehandelt, als Funktion der Temperatur. Von Raumtemperatur bis zur unteren Entspannungstemperatur wurde die Belastungsgeschwindigkeit $\dot{\sigma} = 2$ MPa/s verwendet, bei höheren Temperaturen verschiedene Deformationsgeschwindigkeiten. ○ = Biegefestigkeit von unbehandelten, aber getemperten Proben; ○ = Biegefestigkeit der unbehalteten „Zinnbadseite“.

Steigerung der Biegefestigkeit bei Raumtemperatur um etwa 25 % erzielt werden (Meßpunkt ① in Bild 7). Dieser Befund deutet darauf hin, daß nur grobe Verletzungen der Glasoberfläche durch thermische Nachbehandlung teilweise ausheilbar sind oder ihre Gefährlichkeit reduziert werden und so eine permanente Festigkeitssteigerung erreicht werden kann.

Zur Deutung der Festigkeitsabnahme im Erweichungsbereich der unterkühlten Glasschmelze bieten sich qualitativ die Ergebnisse der theoretischen Arbeiten über die Elastizität und Festigkeit von Flüssigkeiten [21 und 22] an. Von sehr hohen zu niedrigen Temperaturen steigt die Festigkeit der Glasschmelze mit abnehmender Beweglichkeit der Fließeinheiten zunächst nur schwach, im Einfrierbereich der Glasschmelze jedoch steil an und erreicht schließlich die Festigkeit des erstarrten elastischen Glases. Hiernach kann im Einfrierbereich als Übergangsbereich vom viskosen zum spröde-elastischen Verhalten ein Probenbruch je nach Belastungsdauer bzw. -geschwindigkeit entweder durch Rißausbreitung im quasi-elastischen Glas oder durch Kavitation in der quasi-viskosen Glasschmelze erfolgen. Im Verarbeitungsbereich der Glasschmelze ist ein Materialbruch nur noch auf Grund von Kavitationseffekten zu erwarten.

Beim quantitativen Vergleich der experimentell gemessenen Biegefestigkeitswerte mit Berechnungen nach der Kavitationstheorie ergeben sich jedoch große Diskrepanzen, da die einfache Theorie das ausgeprägt viskoelastische Verhalten der unterkühlten Glasschmelzen im Einfrierbereich nicht berücksichtigt. Für quantitative Rechnungen muß auch bei sehr hohen Temperaturen der starke Einfluß der

Oberflächenschädigungen auf die Größe der Festigkeit berücksichtigt werden.

Diese Untersuchungen wurden über die Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen Glasindustrie (HVG), Frankfurt (Main), durch die Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (AIF), Köln, finanziell unterstützt. Die verwendete

Prüfmaschine wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG), Bonn-Bad Godesberg, die verwendeten Gläser von der FLACHGLAS AG, Weiherhammer, und den SCHOTT GLASWERKEN, Mainz, zur Verfügung gestellt. Dafür sei auch an dieser Stelle bestens gedankt, insbesondere auch für das persönliche Engagement der Herren Prof. Dr. W. Trier, Dr. V. Caimann, Dr. R. Schumacher und Dipl.-Ing. L. Schumacher; desgleichen Herrn Hautmann für die Mithilfe bei der Konstruktion der Apparatur.

8. Literatur

- [1] Hamilton, B.: The incidence of finish crizzles during glass container manufacture. In: XI. Int. Glaskongreß, Prag 1977. Sammelbd. V. Prag: ČVTS Dum techn. 1977. S. 317–326. [Ref. Glastechn. Ber. **53** (1980) 80R1619.]
- [2] Stehle, M. und Brückner, R.: Heißbruch bei Ziehvorgängen von Glasschmelzen. Glastechn. Ber. **54** (1981) S. 205–215.
- [3] Gardon, P.: The tempering of flat glass by forced convection. In: VII^e Congrès Int. Verre, Bruxelles 1965. Charleroi: Inst. Verre 1965. II. 2/79. S. 1–14. [Ref. Glastechn. Ber. **41** (1968) S. 213.]
- [4] Coenen, M.: Festigkeit von Glasschmelzen. Glastechn. Ber. **51** (1978) S. 17–20.
- [5] Mengelkoch, K.: Temperaturabhängigkeit der Zerreißfestigkeit von Glasstäben. Z. Phys. **97** (1935) S. 46–63.
- [6] Gregorius, J. S.: Modulus of rupture and thermal-shock resistance at elevated temperatures. Amer. ceram. Soc. Bull. **15** (1936) S. 271–273. [Ref. Glastechn. Ber. **15** (1937) S. 289.]
- [7] Dawihl, W. und Rix, W.: Über die Ursachen der Festigkeitsänderung von Quarzglas bei Temperaturerhöhung. Glastechn. Ber. **18** (1940) S. 265–267.
- [8] Jones, G. O. und Turner, W. E. S.: The influence of temperature on the mechanical strength of glass. J. Soc. Glass Technol. **26** (1942) S. 35–61.
- [9] Vonnegut, B. und Glathart, J. L.: The effect of temperature on the strength and fatigue of glass rods. J. appl. Phys. **17** (1946) S. 1082–1085. [Ref. Glastechn. Ber. **25** (1952) S. 152.]
- [10] Kingery, W. D. und Pappis, J.: Note on failure of ceramic materials at elevated temperatures under impact loading. J. Amer. ceram. Soc. **39** (1956) S. 64–66.
- [11] Kerper, M. J. und Scuderi, T. G.: Mechanical properties of glass at elevated temperatures. Amer. ceram. Soc. Bull. **42** (1963) S. 735–740. [Ref. Glastechn. Ber. **39** (1966) S. 500.]
- [12] Ritter, J. E. jr. und Cooper, A. R. jr.: The fracture strength of commercial soda-lime-silica glass from –100 to 700 °C. Physics Chem. Glasses **4** (1963) S. 76–78. [Ref. Glastechn. Ber. **39** (1966) S. 500.]
- [13] Shinkai, N.; Bradt, R. C. und Rindone, G. E.: Fracture toughness of fused SiO₂ and float glass at elevated temperatures. J. Amer. ceram. Soc. **64** (1981) S. 426–430. [Ref. Glastechn. Ber. **56** (1983) Nr. 2, 83R0169.]
- [14] Govila, R. K.; Kinsman, K. R. und Beardmore, P.: Fracture phenomenology of a lithium-aluminium-silicate glass-ceramic. J. Mater. Sci. **13** (1978) S. 2081–2091. [Ref. Glastechn. Ber. **52** (1979) 79R2367.]
- [15] Wiederhorn, S. M.; Johnson, H.; Diness, A. M. u. a.: Fracture of glass in vacuum. J. Amer. ceram. Soc. **57** (1974) S. 336–341. [Ref. Glastechn. Ber. **49** (1976) 76R0935.]
- [16] Ernsberger, F. M.: Tensile and compressive strength of pristine glasses by an oblate bubble technique. Physics Chem. Glasses **10** (1969) S. 240–245. [Ref. Glastechn. Ber. **45** (1972) R72-0186.]
- [17] Woelk, H. und Elsenheimer, K.: Biegebruchspannung von Floatglas und thermisch vorgespanntem Floatglas. Glastechn. Ber. **52** (1979) S. 14–24.
- [18] Normentwurf DIN 52 292, Teil 1 (Januar 1983): Prüfung von Glas und Glaskeramik; Bestimmung der Biegefestigkeit, Doppelring-Biegeversuch an plattenförmigen Proben mit kleinen Prüfflächen. Berlin: DIN 1983. [Ref. Glastechn. Ber. **56** (1983) Nr. 3, 83R0537.]
- [19] Ritter, J. E. jr.: Dynamic fatigue of soda-lime-silica glass. J. appl. Phys. **40** (1969) S. 340–344. [Ref. Glastechn. Ber. **44** (1971) R71-0181.]
- [20] Cassidy, D. C. und Gjostein, N. A.: Capillarity-induced smoothing of glass surfaces by viscous flow. J. Amer. ceram. Soc. **53** (1970) S. 161–168. [Ref. Glastechn. Ber. **45** (1972) R72-0699.]
- [21] Fisher, J. C.: The fracture of liquids. J. appl. Phys. **19** (1948) S. 1062–1067. [Ref. Glastechn. Ber. **26** (1953) S. 279.]
- [22] Kornfeld, M.: Elastizität und Festigkeit der Flüssigkeiten. Berlin: VEB Verl. Techn. 1952. 83R0953