

Über die Entstehung und schnelle Beseitigung von Spannungen im Glas bei seiner örtlich begrenzten thermischen Bearbeitung.

VON ALFRED ZINCKE, Berlin.

[Mit einer Farbtafel.]

Mitteilungen aus dem Röhrenwerk Berlin der Firma Telefunken, Gesellschaft für drahtlose Telegraphie m. b. H.

(Eingegangen am 26. Juli 1954.)

Bei einer örtlich begrenzten thermischen Bearbeitung von Hohlglas liegt längs der Oberfläche ein Temperaturgefälle vor, das relative Verschiebungen von Glasmolekülen und damit nach der unbeeinflussten Abkühlung Spannungen im Glas zur Folge hat. Während der Verschmelzung von Hartglas können Temperaturgefälle von über $700^{\circ}/\text{cm}$ auftreten, die Spannungen von über $2 \text{ kp}/\text{mm}^2$ erzeugen. — Die Entstehung derartiger Spannungen kann im Anschluß an die Bearbeitung durch eine Behandlung verhindert werden, die sich an das bekannte Verfahren der Schnell-Entspannung und -Kühlung anlehnt, die aber örtlich begrenzt ist und infolgedessen ein Temperaturgefälle längs der Oberfläche bestehen läßt. Hierbei ist für Fertigprodukte der Hochvakuumtechnik beim Durchgang durch den kritischen Temperaturbereich ein maximales Temperaturgefälle von $150^{\circ}/\text{cm}$ zulässig, durch das eine Spannung von nicht mehr als etwa $0,5 \text{ kp}/\text{mm}^2$ nach der Abkühlung zurückbleibt.

1. Einleitung.

Während der Verformung des viskosen Hohlglases bei seiner Herstellung und Weiterverarbeitung treten, je nach den vorliegenden Bedingungen, verschieden große örtliche Temperaturunterschiede auf. Bei der Herstellung bleiben diese Unterschiede verhältnismäßig gering und treten praktisch nur zwischen der am Schluß der Formung festen Oberfläche und dem teilweise noch viskosen Inneren auf. Bei der Weiterverarbeitung in der Hochvakuumtechnik, ganz besonders bei der Herstellung von Glas/Glas- und Glas/Metall-Verschmelzungen für Entladungsröhren, beobachtet man häufig beträchtlich größere Temperaturgefälle, und zwar hauptsächlich längs der Oberfläche.

Zur Verringerung der im Anschluß an eine thermische Bearbeitung entstehenden Spannungen wird folgendes Schnellverfahren angewendet: Nach kurzfristigem Verweilen am oberen Kühlpunkt wird bis zum unteren Kühlpunkt relativ langsam, darunter schneller abgekühlt. Die erforderlichen Bedingungen hängen von der Glasart und Form ab. Dieses Verfahren ist von GÜNTHER und MEISTER [1] sowie ECKERT [2] unter Hinweis auf die theoretischen Grundlagen für die Praxis der Glashütten dargestellt worden. Die bisherigen Veröffentlichungen über Spannungsverfahren gehen davon aus, daß der Glaskörper während der Behandlung allseitig von einem Raum jeweils gleicher Temperatur umgeben ist. Temperaturunterschiede sind also, ähnlich wie nach der Formung, vorwiegend zwischen innen und außen, weniger längs der Oberfläche vorhanden.

Nun läßt sich die Entspannung nicht immer unter solchen Bedingungen durchführen. Bei dem Einschmelzen eines montierten Fußes in den Kolben einer Entladungsröhre ist es mit Rücksicht auf die eingebauten, temperaturempfindlichen Teile häufig nicht erlaubt, die ganze Röhre zu erhitzen. Wie beim Einschmelzen so darf auch bei der Nachbehandlung zur Verringerung der Spannung nur eine schmale Zone erhitzt werden. In der Beleuchtungslampen- und Entladungsröhren-Fertigung wird von jeher diese Tatsache berücksichtigt und sowohl beim Verschmelzen als auch beim Entspannen eine möglichst örtliche Behandlung angestrebt.

Durch die folgende experimentelle Untersuchung soll festgestellt werden, wie groß bei dem Verschmelzen von Teilen, wie sie für die Herstellung von Entladungsröhren verwendet werden, das Temperaturgefälle längs der Oberfläche wird. Ebenso soll gezeigt werden, wie

groß es im kritischen Temperaturgebiet bezüglich der in der Hochvakuumtechnik zulässigen Restspannungen beim Entspannungsprozeß sein darf.

2. Vorbemerkungen.

2.1. Schnelle Temperaturänderungen.

Sowohl während der Bearbeitung des Glases als auch bei der Nachbehandlung zu seiner Entspannung treten plötzliche Temperaturänderungen auf. Hierbei stimmt die eigentlich interessierende Temperatur des behandelten Stückes nicht mit derjenigen der Umgebung, die man normalerweise kontrolliert, überein. Wie sich die Temperatur¹⁾ eines Glasrohres der Temperatur seiner Umgebung anpaßt, zeigt Bild 1.

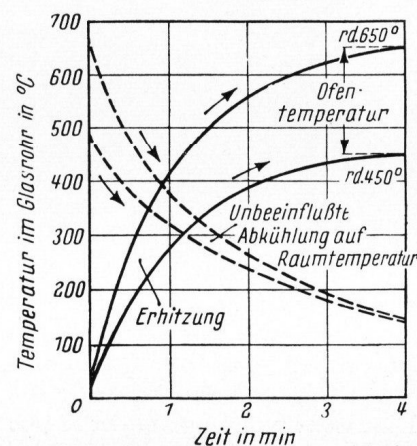


Bild 1. Einstellung der Temperatur im Glasrohr bei plötzlicher Änderung der Umgebungstemperatur. (Form des Rohres: 25 mm \varnothing , 2,5 mm Wdg.)

Bringt man ein Glasrohr ($\varnothing = 25 \text{ mm}$, Wanddicke = 2,5 mm) von Raumtemperatur in einen auf 450 bis 650°C vorgeheizten Ofen, so stellt sich die Endtemperatur praktisch in etwa 4 Min. ein. Bei der darauffolgenden Abkühlung außerhalb des Ofens ist in derselben Zeit erst eine Temperatur von etwa 150° erreicht.

Im Verlaufe einer solchen Behandlung tritt anfangs in der Rohrwand ein radiales Temperaturgefälle von 20 bis $30^{\circ}/\text{mm}$ während der Erhitzung und 8 bis $12^{\circ}/\text{mm}$ während der Abkühlung auf. Dieses Gefälle verringert sich nach 2 Min. im ersten Fall auf etwa ein Drittel, im andern auf etwa die Hälfte des angegebenen Wertes. Für diese Messungen war ein Thermoelement außen, ein anderes innen an die Oberfläche des Glasrohres angeschmolzen.

Bisher ist ein Erhitzungs- und Abkühlungs-Vorgang dargestellt worden, bei dem das ganze Glasteil gleich-

¹⁾ Die Temperaturen wurden mit Hilfe eines in das Glasrohr gesteckten Thermoelementes gemessen. Die dabei gegebenen Fehler [3] sollen im Rahmen der vorliegenden Untersuchung nicht berücksichtigt werden.

mäßig behandelt wird. Nimmt man eine örtlich begrenzte Behandlung so vor, daß nur eine schmale Zone eines Glasrohres erhitzt wird, so werden die Anheizzeiten wegen der Wärmeableitung etwas länger, während sich die Abkühlung der heißesten Zone anfangs schneller vollzieht.

2.2. Temperaturgefälle, Schubkräfte und Verschiebungsvorgänge.

Bei der thermischen Bearbeitung von Hohlglas treten in Verbindung mit den beabsichtigten Verformungskräften noch solche auf, die durch das gegebene Temperaturgefälle bedingt sind. Diese erzeugen relative Verschiebungen [4] der Glasmoleküle in einer bestimmten Zone. Vorgänge dieser Art sollen im folgenden betrachtet werden.

Man denke sich einen Hohlzylinder durch Schnitte senkrecht zur Achse in Kreisringe geringer Höhe zerlegt und dann so erhitzt, daß längs der Achse ein Temperaturgefälle besteht. Mit zunehmender Temperatur wäre der Durchmesser von Ring zu Ring größer. Es wäre ein Stufen-Kegelstumpf entstanden. Wäre der Körper nicht zerlegt, so stünde jede Zone unter dem Einfluß ihrer beiden Nachbarzonen. Wären der Ausdehnungskoeffizient und die mechanischen Eigenschaften von der Temperatur unabhängig und läge ein gleichmäßiges Temperaturgefälle vor, so wäre die Beeinflussung von der einen Seite entgegengesetzt gleich derjenigen von der anderen Seite.

Nur bei einer Abweichung von der bisher vorausgesetzten Konstanz der physikalischen Eigenschaften oder beim Vorhandensein von Randstörungen wäre ein Gleichgewicht der Kräfte nicht gegeben. Je nach den vorhandenen Voraussetzungen würden sich Abweichungen vom Kegelstumpf zeigen. In Bild 2 ist ein Zylinder endlicher Länge unter dem Einfluß eines gleichmäßigen Temperaturgefälles dargestellt.

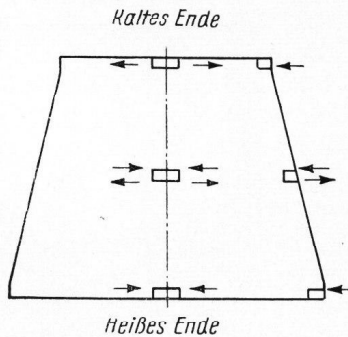


Bild 2. Schematische Darstellung des Ausdehnungszustandes und der wirkenden Schubkräfte in einem Zylinder endlicher Länge bei gleichmäßigem Temperaturgefälle.

Durch Pfeile sind die Richtungen der Schubkräfte jeweils angedeutet. Bei der Annäherung an jedes Ende verringert sich die Größe der Einwirkung, die von dieser Seite her vorliegt, allmählich, um schließlich am Rande ganz zu fehlen. Infolgedessen ergeben sich die angedeuteten Abweichungen vom Kegelstumpf.

Die Schubspannungen (τ) an den Enden sind in erster Näherung dem Temperaturgefälle ($\Delta T / \Delta l$) und dem Ausdehnungskoeffizienten (α) proportional:

$$\tau = C \cdot \frac{\Delta T}{\Delta l} \cdot \alpha,$$

wobei die Konstante C die mechanischen Eigenschaften des Materials enthält.

Nach der Abkühlung stellt sich der ursprüngliche Zustand wieder ein. Wenn jedoch in den Randzonen bei kristallinen Stoffen die kritische Spannung überschritten wird und bei amorphen die Gleitgeschwindigkeit

für die Moleküle so groß ist, daß in der betrachteten Zeit eine merkliche Abgleitung möglich ist [5], so ist nach dem Verschwinden der Temperaturunterschiede eine bleibende Formänderung festzustellen.

Eine derartige Verformung läßt sich folgendermaßen demonstrieren: Man erhitze nur den Rand eines Stahlzylinders durch HF-Induktion mehrmals auf helle Rotglut. Nach der Abkühlung ist der Durchmesser des behandelten Randes sichtbar kleiner geworden. Hierbei wurde also am Rande die kritische Spannung überschritten. Der heißere Rand wurde durch die benachbarte kältere Zone radial nach innen gezogen. Bei der Abkühlung werden das Temperaturgefälle und damit die Schubspannung schnell unter den kritischen Wert verringert, das Metall zieht sich entsprechend der Abkühlung weiter zusammen und der Durchmesser am behandelten Rande des Zylinders ist nach dem Erkalten kleiner als vor dem Versuch.

Die durch die Einwirkung von Schubkräften in amorphen Stoffen auftretenden Formänderungen oder relativen Verschiebungen sind in Anlehnung an die Darstellung von KOCHENDÖRFER [5] mit Hilfe der NEWTONSchen Beziehung

$$\mu = \frac{\tau}{\eta}$$

zu beschreiben, wo μ die Gleitgeschwindigkeit, τ die Schubspannung und η die Viskosität ist. Bei vorgegebenen τ wird μ größer, wenn η kleiner wird. Eine nur kurze Zeit wirkende Schubspannung kann die für eine nachweisbare Abgleitung ausreichende Gleitgeschwindigkeit nur bei entsprechend kleiner Viskosität erzeugen. Erst bei längerer Dauer ist der Nachweis von Verschiebungen auch im Gebiet größerer Viskosität möglich.

3. Spannungsbildung in einem Glasrohr durch örtlich begrenzte thermische Bearbeitung.

Wenn während einer thermischen Bearbeitung Temperaturunterschiede längs der Achse eines Glasrohres vorliegen und eine Zone bis zum Transformationsgebiet erhitzt wird, beobachtet man nach unbeeinflusster Abkühlung mehr oder weniger starke, charakteristische Spannungen. Ihre Größe ist von den relativen Verschiebungen abhängig, die durch das Temperaturgefälle erzeugt werden.

Temperaturmessungen sind während der normalen Bearbeitung des Glases nicht mit ausreichender Genauigkeit möglich. Deshalb müssen die Messungen teilweise durch Analogieschlüsse aus dem Spannungsbild ersetzt werden. Das Gebiet verhältnismäßig flacher Temperaturgefälle ist experimentell durch Erhitzungen eines Glasrohres mittels eines elektrischen Rohrofens (Bild 3) bei verschiedenen Heizstufen zu erfassen.

Neben der Ofenskizze ist für drei Heizstufen der Temperaturverlauf bei eingestecktem Glasrohr aufgetragen. Wegen des radialen Temperaturgefälles ist die mittlere Temperatur in der Wand des Glasrohres etwas höher, als in den Kurven angegeben, da die Messungen auf der Innenseite des Glasrohres durchgeführt wurden.

Erhitzt man ein Glasrohr in dem senkrecht aufgestellten Ofen in der dargestellten Weise, wobei ein Teil des Rohres unten aus dem Ofen herausragt und die maximale Temperatur über dem kritischen Tem-

peraturgebiet liegt, so stellt man nach der Abkühlung Spannungsringe fest. In der Zone des Transformationsbereiches ist ein schmaler Ring mit radialer/tangentialer Druckspannung, dazu auf beiden Seiten hiervon ein breiterer Ring mit schwächerer Zugspannung entstanden. Farbbild 4²⁾ zeigt drei Glasrohre im polarisierten Licht nach einer Erhitzung in dem unteren Teil des Rohrofens.

Im Falle der Untersuchung des Glases 756 f von Osram hat sich die Zone der Druckspannungsringe und damit diejenige der relativen Verschiebungen — wie später noch erläutert wird — während der Erhitzung in der im Kurvenbild 3 durch Schraffur gekennzeichneten Zone, also zwischen 420 und 500°, im Mittel auf 460° befunden. Der obere Rand des Bildes 4 entspricht etwa der durch eine waagerechte, gestrichelte Linie im linken Teil des Bildes 3 angedeuteten Zone.

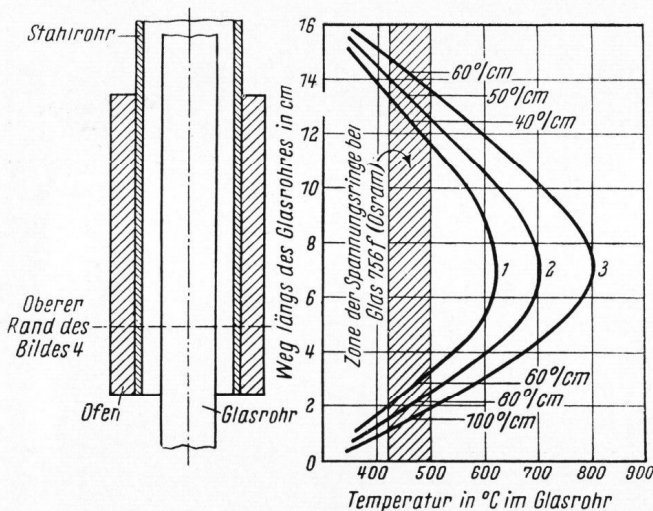


Bild 3. Rohrofen mit Temperaturverteilung bei verschiedener Beheizung. (Messung der Temperatur mit Thermoelement auf der Innenseite des Glasrohres.)

Erhitzungen mit der Gasflamme bis zu den normalen Bearbeitungstemperaturen ergeben beträchtlich stärkere Spannungsringe. Läßt man einen Glaszylinder um seine vertikal stehende Längsachse rotieren, während er in einer schmalen Zone von einer Gasflamme erhitzt wird (ein beim Einschmelzen von Entladungsröhren üblicher Vorgang), so erhält man nach der Abkühlung Spannungen, wie sie die Farbbilder 5 und 6 zeigen. Bild 5 läßt die Wirkung einer breiten, streuenden Gas/Luft- und Bild 6 die einer spitzen Gas/Sauerstoff-Flamme erkennen. An beiden Grenzen der thermischen Behandlung ist in jedem Fall nach schneller Abkühlung je ein schmaler Ring mit starker radialer und tangentialer Druckspannung zu beobachten.

Stellt man einen Glaszylinder auf einen mittels HF-Induktion auf 800 bis 1000° erhitzten Graphit- oder Metallring, so entsteht anfangs in Ringnähe auf schmaler Zone ein extrem steiles Temperaturgefälle, wie eine Randstörung wirkend. Scharfe Spannungsringe treten hier auf (Farbbilder 7 und 8).

Allmählich wird die erhitzte Zone breiter, das Gefälle flacher. Die Spannungsringe werden auch breiter und wandern von der Wärmequelle, dem glühenden Ring, fort. In den Farbbildern 9 und 10 ist der Zustand

²⁾ Die Bilder 4—16, 18 und 19 sind auf der Farbtafel zusammengestellt.

nach 2 Min., wie er etwa im quasistationären Stadium eines Verschmelzungsvorganges vorliegt, festgehalten worden. In der Berührungszone ist das Glas erweicht; hier liegt eine einige Millimeter breite, spannungslose Zone. Dann kommt ein schmaler Streifen mittlerer radialer/tangentialer Druckspannung, die Zone der relativen Verschiebungen. Hier befindet sich die heiße Randzone im Sinne des Bildes 2. Anschließend stellt man ein breites Gebiet sehr schwacher radialer und tangentialer Zugspannung fest.

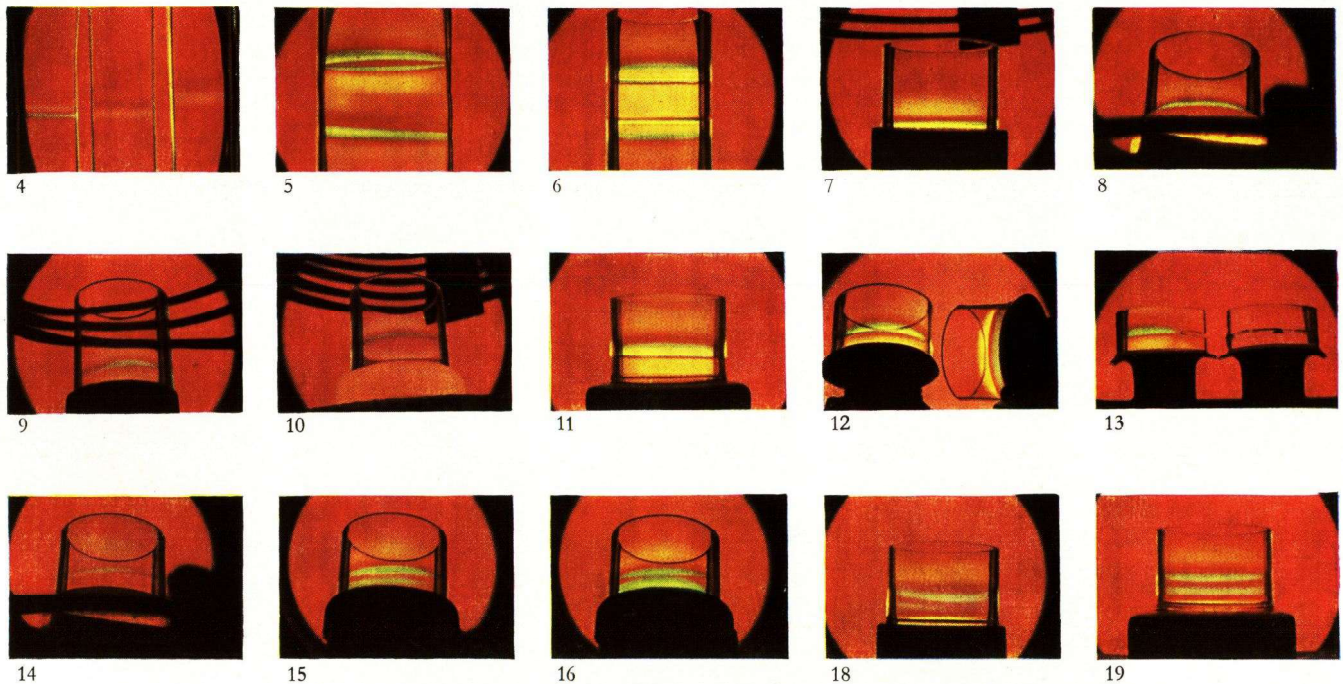
Während der unbeeinflussten Abkühlung derart vorbehandelter Teile, nach dem Abschalten der Hochfrequenzheizung, ist zu beobachten, daß sich die Druckspannung verstärkt und nach der kälteren Seite hin verbreitert. Nun bildet sich auch auf dem heißesten, bisher erweichten Teil eine Zugspannung aus. Man kommt zu dem in den Farbbildern 11 und 12 aufgenommenen Zustand.

Die Entwicklung der Spannungen kann man mit Hilfe des im Bild 2 dargestellten Zustandes verstehen: Bei der Erhitzung des Glaszylinders unterliegt die Zone des Überganges vom zähflüssigen zum festen Zustand den Einflüssen, wie sie im Bild 2 am „heißeren Ende“ und durch das Beispiel der Deformierung eines Stahlzylinders während der Erhitzung mit einem Temperaturgefälle längs der Achse gezeigt wurden. Hier liegt im heißen Zustand eine radiale/tangentiale Druckspannung vor, die Ursache relativer Verschiebungen. Bei der schnellen Abkühlung werden diese letzteren „eingefroren“, ohne daß weitere wesentliche Verschiebungen vor sich gehen können. Die heißeste Zone, die zunächst einen nur verschwindend geringen mechanischen Einfluß auf ihre Nachbarschaft ausübt, hinkt bei der Abkühlung nach. Infolgedessen wirkt sie schließlich auf die benachbarte Glaszone wie ein Gebiet aus einem Material mit einem größeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten, erzeugt also radiale/tangentiale Druckspannung und weist selbst entsprechende Zugspannung auf.

Durch einen geeigneten Schnitt läßt sich zeigen, daß die Spannungsbildung nur in einer schmalen Zone ihren Ursprung hat. Diese liegt etwa im Maximum des Druckspannungsringes. Trennt man hier das Glasrohr auf, so verschwinden praktisch alle Spannungen. Farbbild 13 zeigt ein derart behandeltes Teil bei einer Schnittbreite von 1 bis 2 mm. Alle anderen Schnitte lassen die Spannungen auf dem Teil bestehen, der den Druckspannungsring enthält. Löst man von einer Kovaranglasung in dem Zustand, den das Bild 12 charakterisiert, das Metall chemisch ab, so ändern sich die Spannungen im Glasrohr kaum. Der Einfluß des angeglasteten Ringes auf die Spannungsbildung ist in diesem Fall verschwindend gering.

Die Abhängigkeit der maximalen Spannung im Druckspannungsring von dem bei der Erhitzung herrschenden Temperaturgefälle ist in Tabelle 1 zusammengestellt.

Das für die Induktionserhitzung in der Tabelle angegebene Temperaturgefälle läßt sich folgendermaßen abschätzen: Die Temperatur des Kovarrings ist mit etwa 1000°, die des Maximums der Druckspannungszone im Bild 12 mit etwa 460° (d. i. der Mittelwert aus den Beobachtungen bei der Erhitzung im Rohrofen — Bild 3) anzusetzen. Die Entfernung beider Zonen von-



Spannungserscheinungen im Glasrohr nach verschiedener Behandlung.

Aufnahmen in polarisiertem Licht mit Rot I. Ordnung (Diagonalstellung). Maßstab etwa 1:2,5.

- | | |
|---|--|
| <p>Bild 4. Nach einer Erhitzung im Rohrofen (Bild 3), Teile von links nach rechts: Temperaturgefälle $100^{\circ}/\text{cm}$, $80^{\circ}/\text{cm}$, $60^{\circ}/\text{cm}$. Temperatur von oben nach unten fallend. Spannung liegt im schraffierten Gebiet des Kurvenbildes 3. Schnell abgekühlt.</p> <p>Bild 5. Nach einer Erhitzung mit einer breiten Gas-Luftflamme. Glasrohr rotierte um senkrecht stehende Achse. Schnell abgekühlt.</p> <p>Bild 6. Nach einer Behandlung wie im Bild 5, jedoch unter Verwendung einer spitzen Gas-Sauerstoffflamme.</p> <p>Bild 7. Während der Erhitzung auf einem Graphitring. Temperatur des Ringes etwa 800°. Aufnahme kurz nach der Aufstellung. Ein scharfer Spannungsring entsteht in der Berührungszone.</p> <p>Bild 8. Während der Erhitzung auf einem Kovarring. Temperatur des Ringes etwa 1000°. Sonst wie Bild 7. (Ansicht schräg von unten.)</p> <p>Bild 9. Fortsetzung der Behandlung nach Bild 7. Endstadium der Erhitzung.</p> <p>Bild 10. Fortsetzung der Behandlung nach Bild 8. Endstadium der Erhitzung.</p> | <p>Bild 11. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 7 und 9. Schnell abgekühlt.</p> <p>Bild 12. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 8 und 10. Schnell abgekühlt. Zwei Teile mit gleichen Spannungen senkrecht zueinander aufgestellt.</p> <p>Bild 13. Ähnlich Bild 12, linke Seite; etwas entspannt, dann längs in zwei Teile geschnitten. Linker Abschnitt teilweise eingeschnitten. Rechter Abschnitt in der Druckspannungszone durchgeschnitten.</p> <p>Bild 14. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 12 und nach verlangsamer Abkühlung des Kovarringes auf etwa 900°.</p> <p>Bild 15. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 14 und nach verlangsamer Abkühlung des Kovarringes auf etwa 500°.</p> <p>Bild 16. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 15 und nach Abkühlung auf Zimmertemperatur.</p> <p>Bild 18. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 7 und 9 und nach verlangsamer Abkühlung des Graphitringes auf 550°.</p> <p>Bild 19. Nach einer Vorbehandlung entsprechend Bild 18 und nach Abkühlung auf Zimmertemperatur.</p> |
|---|--|

einander beträgt $\Delta l = 0,6$ bis $0,8$ cm. Man findet ein mittleres Gefälle von

$$\frac{\Delta T}{\Delta l} = \frac{1000 - 460}{0,6 \text{ bis } 0,8} = 700 \text{ bis } 900^\circ/\text{cm}^3.$$

Eine Spannung größer als $0,5 \text{ kp/mm}^2$, wie sie durch ein Gefälle von größer als $150^\circ/\text{cm}$ erzeugt wird, läßt

ringerung der auf dem Ring induzierten Leistung mit einer zeitlichen Temperaturänderung von 20 bis $40^\circ/\text{min}$ abkühlt, dann erscheinen die in den Farbbildern 14 bis 16 festgehaltenen Spannungen. Bei einer solchen Behandlung wird die Druckspannungszone bis fast zum Kovarring verbreitert. Die Zugspannung in Metallnähe ist nicht mehr vorhanden.

Tabelle 1. Temperaturgefälle und Spannungen im Glaszylinder nach örtlicher Erhitzung und unbeeinflusster Abkühlung.

Erhitzungsart	Rohrdurchmesser mm	Temperaturgefälle $^\circ\text{C}/\text{cm}$	Spannung		Zahl der Beobachtungen
			$\text{m}\mu/\text{cm}$	kp/mm^2	
Rohrofen	25	80–90 130–150	40–70 150–180	0,1–0,2 0,5–0,6	3 3
Induktion (Metallringanglasung) ..	40–145	700–900	550–700	1,8–2,3	6

Glasart: 756 f. $\alpha_{20-300} \sim 50 \cdot 10^{-7}$.
Transformationspunkt: $505-510^\circ \text{C}$. Messung der Spannungen mit Stufenkeil.
Metall: Kovar (Fe-Ni-Co-Legierung).

man in Fertigprodukten der Hochvakuumtechnik nicht zu. Die entstehende Spannung ist angenähert proportional dem Temperaturgefälle im Transformationsgebiet während der Verschmelzung.

Die Erhitzung auf dem Graphitring ergibt eine Spannung von etwa $1,3 \text{ kp/mm}^2$, eine geringere also als auf dem Kovarring. Das kann zwei Gründe haben: 1. Während der Erhitzung liegt ein flacheres Temperaturgefälle längs der Oberfläche vor. 2. Die Abkühlung des Graphitringes geht langsamer vor sich (von 800 auf 500° in 1 Min.) als die des Kovarringes (von 1000 auf 500° in 15 Sek.).

4. Schnelle Entspannung durch örtlich begrenzte Behandlung.

Der während der thermischen Bearbeitung in der bisher dargestellten Weise erzeugte Zustand der relativen Verschiebungen im Glasgefüge kann durch eine unmittelbar anschließende örtliche Behandlung so beeinflusst werden, daß nach der Abkühlung die Spannung auf ein erträgliches Maß herabgesetzt ist. Der Entspannungsvorgang, der praktisch nur die Zone der relativen Verschiebungen zu erfassen braucht, besteht aus den zwei Vorgängen Ausgleich und Abkühlung. Dabei ist der Ausgleich der wichtigere Teil. Er schafft die Voraussetzungen für den Erfolg der nachfolgenden Abkühlung. Zunächst soll ein Abkühlungsvorgang besprochen werden, der ohne Ausgleich verläuft.

4.1. Abkühlung ohne Ausgleich.

Wenn ein durch HF-Induktion erhitzter Kovarring im Anschluß an die Verschmelzung mit einem Glaszylinder nicht frei, sondern durch allmähliche Ver-

³⁾ Hierbei ist also ein gleichmäßiges Temperaturgefälle vorausgesetzt, dessen tatsächlichen Verlauf man für eine exakte Betrachtung durch Erfassung folgender Punkte feststellen müßte:

Die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitung und Strahlung des Glases, die begrenzte Eindringtiefe der Strahlung [6] und die Konvektion. Diese Korrektur ist kompliziert und für das Folgende unwesentlich.

Auch bei dieser verlangsamten Abkühlung wird zunächst der Endzustand in der Zone der relativen Verschiebungen „eingefroren“; zugleich werden jedoch in der benachbarten heißeren Zone neue Verschiebungen erzeugt, die bei weiterer Abkühlung „eingefroren“ werden. Dieser Vorgang der fortschreitenden Erzeugung von Verschiebungen und deren „Einfrieren“ geht solange weiter, bis der Metallring erreicht ist. Bis zum Schluß einer solchen Behandlung hat man ein, wenn auch allmählich flacher werdendes Temperaturgefälle.

Durch die verlangsamte Abkühlung ohne Ausgleich werden andere Spannungen erzeugt, als wenn man die Teile sich selbst überläßt. Diese Behandlung führt jedoch nicht zu einer Spannungsverringering.

4.2. Ausgleich.

Beim Ausgleich sollen die relativen Verschiebungen bis zu einem gewissen Grade verringert (ausgeglichen) werden. Das wird beim Schnellverfahren in folgender Weise erreicht:

Die heißeste Zone wird möglichst schnell auf eine Temperatur etwas oberhalb des Transformationsbereiches abgekühlt, während die Zone der relativen Verschiebungen in derselben Zeit so hoch erhitzt wird, daß die Verschiebungen beeinflusst werden können.

Bei der örtlich begrenzten Bearbeitung darf die Temperatur in den kälteren Zonen nicht unnötig erhöht werden. Praktisch ist hier eine geringe Temperaturerhöhung aber nicht zu vermeiden. Bild 17 zeigt das Temperaturgefälle längs der Oberfläche des Glases am Ende des Ausgleichs im Vergleich zu demjenigen am Ende der Verschmelzung.

Da der Temperaturverlauf im Glas bei derartigen Vorgängen, besonders bei dem schnellen Verfahren, auch nicht angenähert gemessen werden kann, sollen die Merkmale für die optimalen Ausgleichsbedingungen an Hand der Spannungen beschrieben werden.

Für die Beurteilung der Wirkung des Ausgleichs hat man zwei Kennzeichen: Die Lage und die Stärke der Spannungen. Im allgemeinen herrscht die Meinung, daß nur in Verbindung mit einer Verlagerung oder Verbreiterung der Spannungsringe die Spannung selbst verringert werden kann. Diese Ansicht ist wahrscheinlich bei Arbeiten in der Flamme unter nicht ausreichend

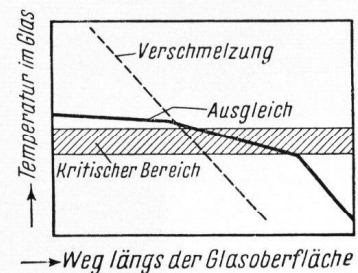


Bild 17. Schema für den Temperaturverlauf im quasistationären Zustand der Verschmelzung und des Ausgleichs.

definierten Bedingungen gebildet worden. Tatsächlich muß festgestellt werden, daß die Spannungsringe nicht zu wandern und breiter zu werden brauchen, um schwächer zu werden. Sind sie nach der Abkühlung zur kälteren Seite hin verlagert, so ist die Erhitzung in dieser Zone schon unnötig hoch oder zu lange durchgeführt worden. Ist nach der Abkühlung keine Spannung mittels des Polarisationsapparates festzustellen, so wurde der Ausgleich nicht durch ein örtliches Verfahren durchgeführt; eine unnötig breite Zone ist erhitzt worden.

Die günstige Beeinflussung der bei der Verarbeitung ausgebildeten relativen Verschiebungen, also die Einleitung des Ausgleichs, d. h. die Behinderung der Entstehung zu starker Spannungen, ist im Schnellverfahren nur durch eine Erhitzung der kritischen Zone möglich. Hierzu gibt folgender Versuch einen Hinweis.

Ein nach Bild 3, Kurve 2, im unteren Teil des Rohr-Ofens erhitztes Glasrohr hat einen definierten Verschiebungszustand, der nach der Abkühlung ein bestimmtes Spannungsbild ergibt. Wird ein derart vorbereitetes, noch nicht abgekühltes Rohr um 20 mm weiter in den Ofen gesteckt, so daß die Zone der relativen Verschiebungen an eine Stelle von etwa 160° höherer Temperatur kommt, so muß man mehr als 30 Sek. warten, bis Veränderungen im Glas festzustellen sind, bis bei schneller Abkühlung der Druckspannungsring verlagert ist. In derselben Zeit hat sich die Temperatur an dieser Stelle des Glasrohres um etwa 80° erhöht. Bevor es nun zu einer Verlagerung der Spannungsringe kommt, müßte zur Durchführung des Ausgleichs das für den endgültigen Spannungszustand zulässige Temperaturgefälle vorliegen.

Bei einem schnellen Entspannungsvorgang ist die Zeit für den im Bild 17 als stationär angenommenen Zustand „Ausgleich“ kürzer als die für den stationären Teil des Verschmelzungsvorganges. Je höher die Temperatur für den Ausgleich gewählt wird, desto schneller stellt sich dieser ein, desto schneller muß die Abkühlung beginnen. Der Erhöhung der Ausgleichstemperatur ist eine Grenze in Folgendem gesetzt: Bei zu hoher Temperatur würde die Forderung nach einem flachen Temperaturgefälle die Erhitzung einer zu breiten Zone des bei der Verschmelzung noch kalt gehaltenen Teiles bewirken, so daß schließlich von einer örtlichen Behandlung nicht mehr gesprochen werden könnte. Gleichzeitig stellt mit zunehmender Ofentemperatur die vom Glas durchgelassene Strahlung einen zunehmenden Anteil des gesamten auf das Glas wirkenden Wärmestromes dar [6], so daß die in den Glaskörper eingebauten Teile einer Elektronenröhre anteilmäßig stärker erhitzt würden. Das soll aber beim Bau von Entladungsröhren möglichst vermieden werden. Es muß also das Ziel sein, zum Ausgleich gerade so hoch zu erhitzen, daß der Vorgang in einer für die Gesamtarbeit geeigneten kurzen Zeit abgeschlossen ist und daß die Erhitzung hierbei trotzdem nur eine schmale Zone erfaßt.

Auch zunächst frei abgekühlte, nach Farbbild 12 gespannte Anglasungen kann man nachträglich in der beschriebenen Art behandeln. Die Behandlungszeiten müssen dann aber unter Berücksichtigung der Ergebnisse des Bildes 1 entsprechend verlängert werden.

4.3. Abkühlung nach Ausgleich.

Der Vorgang „Abkühlung“ kann in bekannter Weise zunächst langsam, dann unterhalb des kritischen Bereiches — außerhalb des Ofens — verhältnismäßig schnell ablaufen.

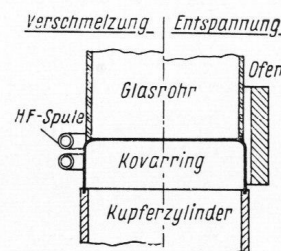
Während der „langsamen Abkühlung“ sind die aus früheren Arbeiten [1, 2] genügend bekannten Ergebnisse unter Berücksichtigung der Wandstärke und der physikalischen Eigenschaften des jeweiligen Glases zu beachten. Das Temperaturgefälle muß in Verbindung mit der zeitlichen Temperaturänderung in dem jeweils kritischen Bereich so geregelt werden, wie es für die im Endzustand erlaubte Spannung notwendig ist. Nach Erreichung des unteren Kühlpunktes darf der ganze Körper ohne Vorsichtsmaßnahmen frei abgekühlt werden.

Bei den oben erwähnten Erhitzungsversuchen auf dem Graphitring wurde folgende Beobachtung gemacht: Wenn der Ring etwas länger glühte, als zur Erzeugung der in den Farbbildern 9 und 11 fotografierten Spannungen notwendig war, wurde durch Abbrand in der Nähe des Graphits zusätzliche Wärme erzeugt, die die Zone der relativen Verschiebungen weiter von der Wärmequelle forttrieb und zugleich eine Abflachung des Temperaturgefälles, also nach der Abkühlung eine Verringerung der Spannungen, brachte. Wenn nun zugleich mit dem Beginn des Abbrandes die verlangsamte Abkühlung des Graphitringes, wie unter 4,1 für den Kovarring dargestellt, einsetzte, so wurden ähnliche Spannungserscheinungen wie in den Farbbildern 14 bis 16 festgestellt. In diesem Fall waren die Spannungen beträchtlich schwächer, nämlich nur $0,4 \text{ kp/mm}^2$ gegenüber $1,3 \text{ kp/mm}^2$ nach der unbeeinflussten Abkühlung auf dem Graphitring. Durch die zusätzliche Erhitzung wird ein Ausgleich in der für die Spannungsbildung kritischen Zone erreicht. Die Farbbilder 18 und 19 zeigen die Spannungsentwicklung bei dieser Abkühlung.

5. Schematische Beschreibung der Herstellung einer HF-Induktionsanglasung mit anschließender Entspannung nach dem örtlichen Schnellverfahren.

In Bild 20 ist als Beispiel für eine örtliche Bearbeitung eine HF-Induktionsanglasung dargestellt. Ein Kovarring ist auf die Cu-Anode einer Senderöhre aufgelötet. Auf dem Kovarring steht ein Glaszylinder. Links im Bild wird der Verschmelzungsvorgang gezeigt. Der Kovarring wird durch Induktion mittels der umgebenden Spule auf über 1000° und hierdurch das Glas in Metallnähe sehr schnell bis zur Erweichung erhitzt.

Bild 20. Kovar-Anglasung. Herstellung mittels Induktionserhitzung (linke Seite) und Entspannung durch örtlich begrenzte Behandlung (rechte Seite).



Nach Fertigstellung der Anglasung wird die Hochfrequenz abgeschaltet und die Spule entfernt. Dann wird ein vorgeheizter Ringofen über die Anglasung gestellt, wie auf der rechten Seite des Bildes 20 dargestellt ist. Zur Erreichung optimaler Bedingungen, d. h. bei möglichst geringer Erwärmung der Innenteile und zulässiger Restspannung, sind jeweils die Ofenform, die Stellung des Ofens zur Anglasung, die Ofen-

form, die Stellung des Ofens zur Anglasung, die Ofen-

temperatur und die Ausgleichszeit entsprechend zu wählen. In der Einzelfertigung wird der Ofen so dimensioniert, daß die Temperatur sich nach dem Abschalten anfangs mit gewünschtem zeitlichen Verlauf ändert; man nimmt dabei zum Schluß die zu langsame Abkühlung in Kauf. In der Massenfertigung verwendet man mehrere Öfen, die weniger gut gegen Wärmeabgabe isoliert sind und die z. B. auf einem Karussell, mit den zu behandelnden Teilen besetzt, der Reihe nach verschiedene Heizstufen durchlaufen. Auf diese Weise ist sowohl der Ausgleich als auch die „langsame“ Abkühlung automatisch nach einem vorgegebenen Programm zu regeln.

In dem in Bild 20 dargestellten Fall großer Wärmeableitung durch die Cu-Anode muß der elektrisch beheizte Ofen nicht nur das Glas sondern auch den Kovarring beeinflussen. In der Übergangszone vom Glas zum Metall darf während des Durchganges durch den kritischen Temperaturbereich kein Temperatursprung vorliegen, es sei denn, daß, wegen der Verwendung nicht aufeinander abgestimmter Glas/Metall-Kombinationen, mittels einer Differentialkühlung [7] Ausdehnungsunterschiede kompensiert werden sollen.

Die Entspannung durch eine örtliche Behandlung wird, wenn auch mit anderen Mitteln, von jeher in der Massenfertigung der Glühlampen- und Klein-Elektronenröhren-Herstellung angewendet. Dort wird die Verschmelzung und auch der Entspannungsprozeß mit der Gasflamme durchgeführt. Der Praktiker weiß, daß es schwierig ist, hierbei die Arbeitsbedingungen bei den normalen Schwankungen der Wärmequellen so einzuhalten, daß die Temperatur unter definierten Verhältnissen geführt wird. Leichter und eindeutiger läßt sich dieses Verfahren, wie oben dargestellt, mit Hilfe eines elektrischen Ofens durchführen.

Es wurde festgestellt, daß derartige örtliche Schnellentspannungsprozesse in der Einzel- und Massenfertigung bis zu einem Durchmesser von 130 mm ohne weiteres möglich sind, und es ist nicht anzunehmen, daß bei größeren Durchmessern prinzipielle Schwierigkeiten auftreten.

Die Temperaturführung während des gesamten Vorganges „Verschmelzung, Ausgleich und Abkühlung“ bei der Herstellung einer Metallringanglasung läßt sich nach Bild 21 schematisch darstellen. Die einzelnen Kurven geben den Temperaturverlauf für verschiedene Zonen in Abhängigkeit von der Zeit an. Die oberste

Kurve zeigt den Temperaturverlauf in der Berührungszone Glas/Kovar. Der Abstand der Kurven voneinander ist ein Maß für das jeweils vorliegende Temperaturgefälle; er entspricht einem Weg von etwa 1,3 mm längs der Oberfläche. Durch die Verschmelzung wird ein steiles Gefälle erzeugt. Während des „Ausgleichs“ tritt im kritischen Bereich außer einer Erhöhung der Temperatur eine Verringerung des Temperaturgefälles ein, das im Verlaufe der „langsamen“ (geregelten) Abkühlung weiter verringert wird.

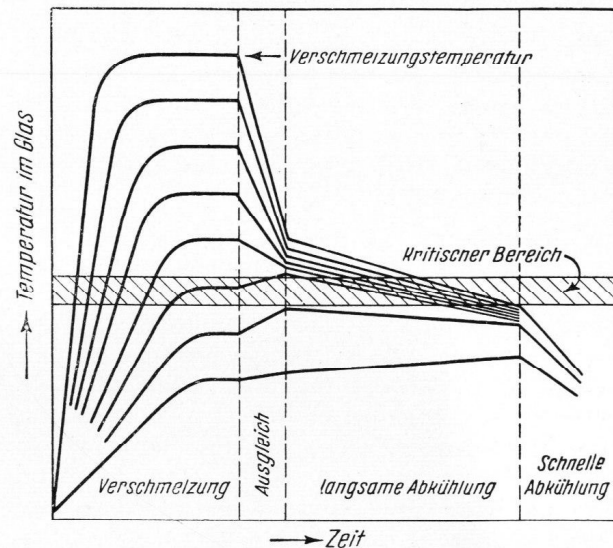


Bild 21. Schema für die Temperaturverteilung und den Temperaturverlauf bei der örtlichen thermischen Bearbeitung mit schneller örtlicher Entspannung. (Von Kurve zu Kurve konstanter und gleicher Abstand längs der Glasoberfläche.)

Wenn bisher auch nur die Vorgänge in einem Glaszylinder betrachtet wurden, so ist das hier dargestellte Prinzip sinngemäß auch auf jede andere Form zu übertragen. Ebenso gilt es für jede Art thermischer, örtlich begrenzter Bearbeitung von Glas und nicht etwa nur für eine mittels HF-Induktionserhitzung hergestellte Glas/Metall-Verschmelzung. Die maximale Temperatur und die Verschmelzungszeit unterliegen je nach der Bearbeitungsmethode und Glasart verschiedenen Schwankungen und sind im Bild 21 nur grundsätzlich dargestellt. Bei Glas/Glas-Verschmelzungen mittels Gasflamme gilt die oberste Kurve für eine mehr oder weniger breite Zone, und nach beiden Seiten von der Verschmelzung liegt das Temperaturgefälle vor.

Schrifttum.

- [1] GÜNTHER, R. und MEISTER, R.: Aufbau und Betrieb von Glaskühlöfen. Glastechn. Ber. 24 (1951) S. 1–15.
- [2] ECKERT, F.: Fortschritte in der Hohlglaskühlung. Sprechsaal 84 (1951) S. 337–343. [Ref. Glastechn. Ber. 25 (1952) S. 156.]
- [3] PEYCHÈS, I.: Le verre est-il transparent? Silic. industr. 16 (1951) S. 89–98. [Ref. Glastechn. Ber. 25 (1952) S. 181.]
- [4] ADAMS, L. H.: The annealing of glass as a physical problem. J. Frankl. Inst. 216 (1933) S. 39–71. [Ref. Glastechn. Ber. 12 (1934) S. 136.]
- [5] KOCHENDÖRFER, A.: Die Grundgesetze des Fließens der amorphen und der kristallinen Stoffe. Z. angew. Phys. 5 (1953) S. 69–80.
- [6] CZERNY, M. und GENZEL, L.: Über die Eindringtiefe räumlich diffuser Strahlung in Glas. Glastechn. Ber. 25 (1952) S. 134–139.
- [7] ESPE, W.: Physikalisch-chemische Grundlagen der Glas-Metall-Verschmelzungstechnik. Feintech. u. Präz. 47 (1939) S. 225–230, 247–252, 257–264.

(24268)