Schicht an allen Probekörpern gemessen und der Schlierenbildung gegenübergestellt. Hierbei ergab sich auch nur eine Beziehung mit vielen Ausnahmen. Ferner untersuchten wir die Schicht mikroskopisch, maßen die Länge der Kristalle (Mullit oder Korund) aus und versuchten, die Schlierenbildung in Verbindung zu bringen zur Zahl und Größe der Kristalle, in der Meinung, daß große vereinzelte Kristalle sich leichter abtrennen und Schlieren erzeugen als kleine vereinzelte Kristalle. Auch hier war das Ergebnis dürftig.

Wir nahmen an, daß alle diese unbefriedigenden Ergebnisse damit zusammenhingen, daß beim Vergleich der verschiedenen Tone doch zuviel Komponenten variiert sind; wir versuchten daher, ein und denselben Ton in der Mullitbildung zu beeinflussen, und zwar durch Variation der Porosität (poröse Körper haben vielfach größere Kristalle), ferner durch Variation der Vorbrenntemperatur und Vorbrenndauer zwecks Erzielung verschieden großer Kristalle, Zusatz von Feldspat zum Ton, um große Kristalle zu erzeugen, Zusatz von Zirkonoxyd zum Ton, um die Kristallbildung hintan zu halten. Der vermutete Zusammenhang zwischen der Größe der Mullitkristalle und der Schlierenabgabe kam aber auch bei diesen Versuchen nur andeutungsweise, jedoch nicht mit der wünschenswerten Deutlichkeit heraus.

Endlich wurde noch versucht, den Schlierengehalt der Glasproben in Beziehung zu setzen zum Brechungsindex der geschmolzenen Tone; dies liegt nahe, da die in vorliegender Arbeit angewandte Methode der Schlierenprüfung ja nur die sich durch verschiedenen Brechungsindex vom Glase abhebenden Schlieren auswertet, während andere im Brechungsindex mit dem Glase übereinstimmende Schlieren, die etwa nur durch verschiedene Zähigkeit oder Oberflächenspannung vom Glas abweichen, unberücksichtigt bleiben. Wir schmolzen also die Tone glasklar, je nach Schmelzbarkeit teilweise im Knallgasgebläse, bestimmten den Brechungsindex und trugen die Schlierenzahlen gegen die Differenz der Brechungsindices des jeweiligen Tones und des Kalkmagnesiaglases auf. Die Proportionalität ist eine angenäherte, aber leider auch nicht viel besser als bei der Gegenüberstellung Schlierenbildung — Tonerdegehalt.

Zusammenfassung.

Es wird über die Prüfung von feuerfesten Massen, insbesondere verschieden gebrannten charakteristischen Tonen auf Schlierenbildung in Gläsern berichtet, deren Ergebnisse bei der Neuentwicklung von inzwischen bewährten Häfen und Wannensteinen gute Dienste geleistet haben. (15 562)

Kurzbeiträge.

DK 536.42 : 666.112.7 (43-2.762)

Ueber mangelnde Eindeutigkeit bei der Bestimmung des Transformationspunktes von Glas nach der Dehnungsmethode.

In der vor kurzem in dieser Zeitschrift veröffentlichten Arbeit: „Reaktionswege und Fehlbaueffekte in glastechnisch und keramisch wichtigen Systemen“[1]) wurde das Transformationsintervall von Jenaer Supremaxglas unrichtigerweise mit 525° C statt der tatsächlichen, etwa 200° höheren Temperatur angegeben, worauf mich Herr M. THOMAS freundlicherweise aufmerksam gemacht hat. Die Ursache dieses Fehlers soll hier kurz auseinandergesetzt werden.

Die Bestimmung des Transformationsintervalls wurde im Prinzip so durchgeführt, daß eine unter Zug stehende Kapillare des betreffenden Glases unter genauer Kontrolle der Längenänderung derselben langsam aufgeheizt wurde. Unter der Voraussetzung, daß die Zugspannung in der Kapillare einen gewissen Minimalbetrag übersteigt, kann man dann eine für jedes gleich vorbehandelte Glas derselben Sorte charakteristische (von der Größe der Belastung praktisch unabhängige) Temperatur feststellen, bei welcher die Länge der Kapillare rasch zunimmt. Auch die thermische Ausdehnung und eine Reihe weiterer Eigenschaften weisen bekanntlich bei dieser Temperatur, welche die beginnende Transformation des Glases angibt, Diskontinuitäten auf[2]).

Die angewandte Apparatur bestand in einem elektrisch geheizten Ofen mit einer Anordnung zur Temperaturregelung und mit Thermoelement zur Temperaturbestimmung (vgl. Bild 1). Die Kapillaren, welche im Ofen senkrecht aufgehängt waren, wurden am unteren Ende mit einem auf seine Größe vorher ausprobierten Gewicht belastet. Ein auf der Kapillare angebrachter Zeiger mit dahinter befindlicher Skala gestattete die Ablesung der Dehnung. Die Temperatursteigerung im Ofen betrug 2—3°/Min. Die Lötstelle des Thermoelementes befand sich in unmittelbarer Nähe des Glases an der vorher festgestellten heißesten Stelle des Ofens. Die ungefähren Dimensionen der Kapillaren waren 320 mm Länge und 2 mm Durchmesser. Als Belastung wurde 100 kg/cm² gewählt, nachdem Vorversuche gezeigt hatten, daß bei einer Belastung mit mehr als 50 kg/cm² die charakteristische Temperatur der beginnenden Dehnung innerhalb der Fehlergrenzen von jener unabhängig ist. Auch bei so hohen Belastungen wie 150 kg/cm² stimmten die erhaltenen Werte für den Transformationspunkt gut mit den mit 50 kg/cm² Belastung festgestellten Werten überein.

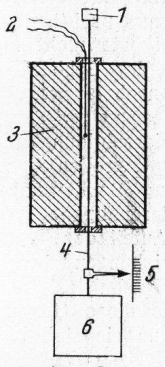

Bild 1 (links). Vorrichtung zur Bestimmung des Transformationsintervalls von Jenaer Supremaxglas.

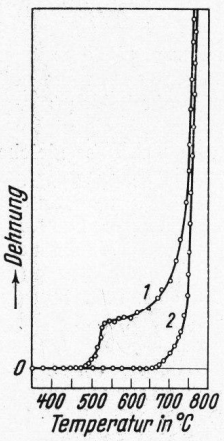

Bild 2 (rechts). Transformationspunktbestimmung von Jenaer Supremaxglas.

1 = Anordnung zum Befestigen der Kapillaren,
2 = Thermoelement,
3 = Ofen,
4 = Kapillare,
5 = Skala,
6 = Gewicht.

Das Ergebnis der Transformationspunktsbestimmung von Jenaer Supremaxglas geht aus Bild 2 hervor. Kurve 1 gibt den Transformationsverlauf einer thermisch nicht vorbehandelten Kapillare wieder und zeigt eine diskontinuierliche Aenderung bei etwa 525° C an. Kurve 2 zeigt die Temperaturabhängigkeit der Längenänderung der gleichen Kapillare bei Wiederholung des Versuches. Die Kapillare hat demnach vor der zweiten Bestimmung eine Wärmebehandlung mit anschließender, langsamer Abkühlung im Ofen erfahren. In diesem Falle kann eine Längenzunahme unterhalb 710° C nicht festgestellt werden. Weitere Wiederholungen der Transformationspunktsbestimmungen mit der gleichen Kapillare ergeben stets 710° C.

Glastechnisch gesehen ist demnach 710° C als Transformationstemperatur des von uns angewendeten Glases zu betrachten. Dieser Wert stimmt ziemlich gut mit den Angaben im Taschenkalender der Firma SCHOTT & GEN., 1939, S. 11, überein, wo die Transformationstemperatur von Supremaxglas mit 716° C angegeben wird.

Bei den eingangs erwähnten, in den Glastechn. Ber., **20** (1942), S. 34 veröffentlichten Versuchen wurden ausschließlich thermisch unbehandelte Kapillaren verwendet und als „Transformationspunkt“ wurde daher die erste Diskontinuität angegeben; die Dehnung bei höheren Temperaturen wurde nicht untersucht.

Ein besserer Einblick in den beobachteten Effekt einer Art „Vorerweichung“ nicht getemperten Glases kann erst eine ausführliche Untersuchung bringen. Hier kann jedenfalls festgestellt werden, daß infolge von Einfriererscheinungen bei der raschen Abkühlung des Glases dieses in einem instabilen Zustand auftritt, der bereits bei Temperaturen, welche beachtlich unterhalb des Transformationsintervalles liegen, aufgehoben wird. Die Ausheilung beginnt bei den verwendeten Kapillaren bei 525° C merklich zu werden und ist bei 575° C im wesentlichen beendet. Eine gewisse Nachwirkung ist jedoch auch bei höheren Temperaturen festzustellen: die Dehnungskurve geht unter kontinuierlicher Steigerung mit der Temperatur allmählich in diejenige langsam abgekühlter Kapillaren über.

INSTITUT F. CHEM. TECHNOLOGIE der CHALMERS TECHNISCHEN HOCHSCHULE, Göteborg (Schweden).
26. 8. 1942. J. Arvid HEDVALL und F. SANDFORD.
(15 685)

[1]) J. A. HEDVALL, Glastechn. Ber., **20** (1942), S. 34—42.
[2]) W. A. WEYL, Bull. Amer. Ceram. Soc., **18** (1939), Nr. 11, S. 416—419. (Ref. Glastechn. Ber., **18** (1940), S. 282.)