

**Untersuchungen zum Klebe- und Abriebverhalten
von Formenwerkstoffen für die Heißformgebung
von anorganischem Glas**

Zur Erlangung des akademischen Grades
eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

bei der Fakultät für Maschinenbau
der Universität Karlsruhe

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Phys. Daniel Rieser
aus Waldkirch

Tag der mündlichen Prüfung: 12.05.2004
Hauptreferent: Prof. Dr. H. Riedel
Korreferent: Prof. Dr. P. Gumbsch

Inhaltsverzeichnis

1 Zielsetzung und Aufgabenstellung	5
2 Stand der Forschung, Bedeutung für die Praxis	9
3 Experimentelle Arbeiten zum Versuchsaufbau	13
3.1 Der apparative Aufbau	13
3.1.1 Pressmodul	14
3.1.2 Tiegel und Schere	15
3.1.3 Tropfentransfer	21
3.2 Meßmethode und Durchführung	25
3.3 Formenwerkzeuge	27
3.3.1 Effektive Tiefe der Thermoelemente	29
3.4 Messdatenerfassung	32
4 Klebeverhalten von unbeschichteten Formenwerkstoffen	33
4.1 Reproduzierbarkeit	33
4.2 Definition der unteren und oberen Klebetemperatur	35
4.3 Messergebnisse	39
4.3.1 Formenwerkstoffe in Kontakt mit Kalk-Natron-Silicatglas B270	39
4.3.2 Formenwerkstoffe in Kontakt mit Bleikristallglas W3	41
4.3.3 Formenwerkstoffe in Kontakt mit Borosilicatglas Boro 4.2	42
4.3.4 Parametervariation	44
5 Analyse der thermischen Verhältnisse im Versuch	47
5.1 Die Temperatur des Glastropfens	47
5.1.1 Einfluss der Tropfentemperatur auf die Versuche	47
5.1.2 Mathematische Abschätzung	50
5.1.3 Kalorimetrische Messungen	51
5.2 Die Temperatur an der Grenzfläche Formenwerkzeug/Glastropfen	52
5.2.1 Analytische Betrachtung	52
5.2.2 Numerische Betrachtung / Simulationsrechnungen	57

5.3	Temperaturmessung an der Grenzfläche Pressling/Formwerkzeug.....	62
6	Diskussion der Messergebnisse von unbeschichteten Formenwerkstoffen	65
6.1	Test der „Viskositäts-Hypothese“	67
6.2	Vergleich mit früheren Arbeiten.....	70
7	Klebeverhalten von beschichteten Formenwerkstoffen	77
7.1	Messungen an beschichteten Formen.....	77
7.1.1	Ergebnisse.....	77
7.2	Diskussion.....	82
8	Oberflächenrauheit, Verschleiß und Abrieb	87
8.1	Verschleiß und Oberflächenrauheit.....	87
8.2	Abrieb	90
8.3	Diskussion.....	92
9	Fehlerbertrachtung und Sensibilitätsanalyse	97
10	Zusammenfassung	99
11	Ausblick	103
12	Anhang 1 - Konstruktionszeichnungen	105
13	Anhang 2 – Industrielle Behälterglasfertigung	109
14	Literatur	111
	Danksagung	119
	Verwendete Symbole und Konstanten	121
	Veröffentlichungen aus dieser Dissertation	123

1 ZIELSETZUNG UND AUFGABENSTELLUNG

Bei der Primärformgebung von anorganischen Glasschmelzen bei ca. 1000 °C in der industriellen Glasverarbeitung werden die eingesetzten Formenwerkstoffe durch die heißen Glastropfen, die im Abstand von wenigen Sekunden in die Formen eingespeist werden, thermisch, mechanisch, tribologisch und chemisch hoch beansprucht, was zu einem starken Verschleiß der Formen und als Folge davon zu Qualitätsmängeln bei den produzierten Glasartikeln führt. Die Glasindustrie verlangt daher von den Formenherstellern Formenwerkstoffe mit gleich bleibend hoher Qualität und die Entwicklung neuer, verbesserter Formenwerkstoffe.

Für die Qualitätskontrolle in der Herstellung und Weiterentwicklung von Formenwerkstoffen ist es notwendig, die relevanten Eigenschaften der Werkstoffe zutreffend zu charakterisieren. Während solche Eigenschaften wie z.B. Gefügestruktur, Schweißbarkeit, Polierbarkeit, Wärmeleitfähigkeit, Temperaturwechselbeständigkeit, Hochtemperaturhärte, Oxidationsbeständigkeit im metallurgischen Labor charakterisiert, bewertet und deshalb gezielt weiterentwickelt werden können [1], sind diejenigen Werkstoffkenngrößen, die das Kontaktverhalten gegenüber heißen Glasschmelzen bestimmen, in Labortests bisher nur sehr unzureichend charakterisierbar. Gerade aber das Kontaktverhalten von Formenwerkstoffen ist in der industriellen Glasproduktion ein wichtiger, die Produktivität bestimmender Kostenfaktor. Die Qualität der Glasprodukte sowie Produktionsgeschwindigkeit und Standzeit der Formen unter den lang andauernden, zyklischen Beanspruchungen in der Primärformgebung von Glasschmelzen werden hauptsächlich vom Kontaktverhalten der Formenwerkstoffe bestimmt. Die Glasindustrie fordert daher Werkstoffe, deren Kontaktverhalten sich auszeichnet durch hohe Heißkorrosionsbeständigkeit, geringen Verschleiß, geringen Abrieb und besonders durch eine möglichst hohe »Klebetemperatur«. Eine hohe »Klebetemperatur« ist insofern besonders wichtig, da durch die in schnellen Abständen aufeinander folgenden Pressungen die Formen immer stärker aufgeheizt werden. Bei Überschreiten einer bestimmten Formtemperatur beginnt das Glas an den Formen anzukleben (Abb. 1.1). Mit dem häufig verwendeten Begriff »Klebetemperatur« wird in der Glasindustrie die Temperatur der Formen bezeichnet, bei der das heiß geformte Glasprodukt an der Formoberfläche anklebt. Um das anklebende Glas wieder abzulösen, werden teilweise Zeitdauern benötigt, die den maschinell ablaufenden Herstellungsprozess von Glasartikeln stark behindern und teilweise zum Komplettstillstand der Produktion führen können. Oftmals ist es sogar notwendig starke äußere Abzugskräfte aufzubringen,

was meist die Zerstörung des Glasprodukts und im schlimmsten Fall auch eine Beschädigung der Form zur Folge hat¹. Eine hinreichende Produktionssicherheit ist deshalb nur gewährleistet, wenn die Temperaturen der formgebenden Bauteile aller glasberührenden Flächen in den IS²-Maschinen deutlich unterhalb der so genannten »Klebetemperatur« gehalten werden.

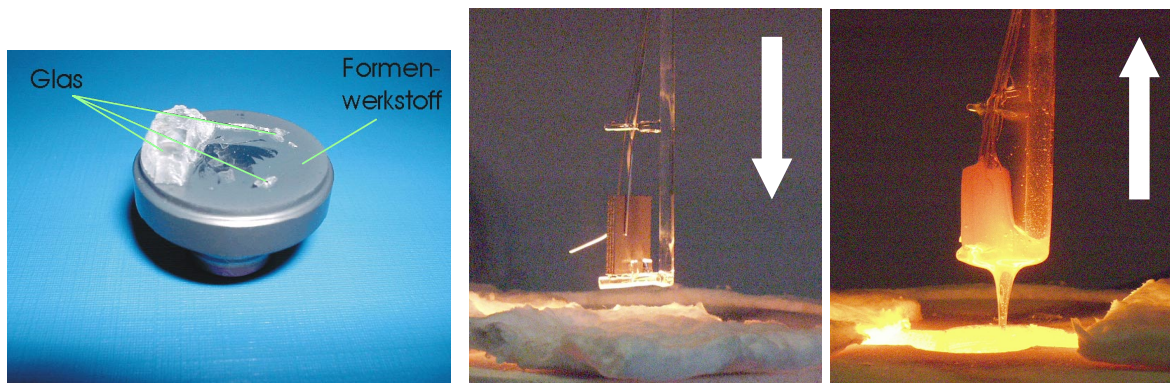


Abb. 1.1 Links: Foto nach Kleben von Glas an einem beschichteten Formenwerkzeug aus Metall. Deutlich zu sehen ist das teilweise noch anhaftende Glas und die stark beschädigte Oberfläche in der Mitte des Formenwerkzeugs. Mitte und rechts: Industrieller Pegelwerkstoff, vor und nach Kontakt mit heißer Glasschmelze. Große Teile des Glases kleben nach Herausfahren des Pegels aus der Schmelze am Werkstoff an [2].

Andererseits könnten erhebliche wirtschaftliche Vorteile nur dadurch erzielt werden, dass die Formgebung bei möglichst hoher Temperatur der Formoberflächen durchgeführt wird. Mit steigender Formtemperatur nehmen Glätte und damit auch die Qualität der geformten Glasoberflächen zu. Zusätzlich können größere Umformgrade und höhere Verformungsgeschwindigkeiten angewendet werden, ohne dass die Entstehung von Heißrisen im Glas befürchtet werden muss [3]. Bemerkenswerterweise kann darüber hinaus dem flüssigen Glasposten auch eine größere Wärmemenge während der Verweilzeit in der Form entzogen werden [4], was eine Beschleunigung des Formgebungsprozesses und damit eine Erhöhung der Produktivität mit sich bringt. Durch den Zwang deutlich unterhalb der »Klebetemperatur« zu arbeiten, wird allerdings der Spielraum für eine derartige Verfahrensführung stark eingeschränkt. Aus diesem Grund sind die Glashütten stark an der Neuentwicklung und Optimierung von Formenwerkstoffen und Formenbeschichtungen mit möglichst hoher »Klebetemperatur« interessiert. Um jedoch Optimierungen vornehmen zu

¹ Bei Glasposten mit großer Masse, wie zum Beispiel bei der Herstellung von Fernsehschirmen, ist teilweise der Einsatz eines Presslufthammers als letztes Mittel zur Enthftung erforderlich. Die großen irreparablen Schäden, die dadurch an den Formen entstehen, sind offensichtlich.

² Individual section (vgl. Kap. 13).

können, muss zuerst das Phänomen des Klebens genauer untersucht und physikalisch/technisch besser verstanden werden.

Ziel dieser Arbeit war es deshalb, eine Versuchseinrichtung mit zugehörigem Messverfahren zu entwickeln und zu erproben, mit dem das Haft-, Verschleiß- und Abriebverhalten von Formenwerkstoffen in Kontakt mit heißen Glasschmelzen reproduzierbar und praxisrelevant charakterisiert werden kann. Darüber hinaus sollte eine generelle Messvorschrift zur Bestimmung der Klebetemperatur erarbeitet werden. Die Bedeutung eines praxisrelevanten Prüfverfahrens, bei dem aus Kurzzeitversuchen im Labor übertragbare Aussagen zum Langzeitverhalten im praktischen Einsatz ermöglicht werden, kann nicht hoch genug eingeschätzt werden. Es wird als wichtiges und kostengünstiges Hilfsmittel dringend für die Weiterentwicklung von Formenwerkstoffen und Formenbeschichtungen benötigt. Das entwickelte Messverfahren sollte anhand von ausgewählten konventionellen Formenwerkstoffen getestet und die Ergebnisse mit Erfahrungswerten aus der industriellen Praxis verglichen und bewertet werden. Aus den so erzielten Ergebnissen sollte ein Modell entwickelt werden, mit dem eine vereinfachte makroskopische Beschreibung des Klebevorgangs zwischen heißem Glas und Formenwerkstoffen ermöglicht werden sollte. Anschließend daran sollte das Messverfahren beispielhaft an verschiedenen neuen, in der Entwicklung befindlichen Formenwerkstoffen und Beschichtungen angewandt werden, um richtungweisende Anstöße für weitere Materialentwicklungen geben zu können.

2 STAND DER FORSCHUNG, BEDEUTUNG FÜR DIE PRAXIS

Für die Spezifizierung und darauf aufbauend die Entwicklung von Formenwerkstoffen mit möglichst hoher »Klebetemperatur« bietet die wissenschaftliche Literatur bisher weder für die glasproduzierende Industrie noch für die Formenhersteller ausreichende Unterstützung. Unter Experten besteht bislang nicht einmal Einigkeit über den physikalisch/chemischen Effekt, der dem Ankleben zu Grunde liegt. Während einige Autoren der Meinung sind, dass chemische Eigenschaften das Kleben bestimmen [5-7], haben andere wiederum klare Indizien dafür gefunden, dass nur Temperaturverläufe in der Kontaktzone für das Kleben verantwortlich sind [8-13].

Darüber hinaus findet man in der Literatur weder eine klare Definition der so genannten »Klebetemperatur« noch eine akzeptierte oder gar genormte Messvorschrift zu ihrer Bestimmung. Auch kommen Praktiker der verschiedenen Glashütten und Autoren wissenschaftlicher Veröffentlichungen bei ihren Untersuchungen zu teilweise widersprüchlichen Aussagen über die »Klebetemperatur« verschiedener Formenwerkstoffe. Einige Autoren [5, 6, 14-19] haben signifikante Unterschiede für verschiedene Formenwerkstoffe ermittelt. Fairbanks zum Beispiel zeigt bei nichtisothermer Versuchsführung, dass sich die Klebetemperaturen von Gusseisen, verschiedenen Stählen, Nickel und Wolfram deutlich unterscheiden (Abb. 2.1). Andere Autoren haben festgestellt, dass das »Kleben« der Glaschmelze praktisch unabhängig von der chemischen Zusammensetzung der Formenwerkstoffe und/oder der Formenbeschichtungen ist [9-11, 20, 21]. Als Beispiel seien hier die Arbeiten von Smrcek [10, 22, 23] angeführt, der im Rahmen von isothermen Untersuchungen gezeigt hat, dass das Kleben bei Unterschreiten einer kritischen Viskosität einsetzt – unabhängig vom Formenwerkstoff und von der verwendeten Glasart. Er zeigt zusätzlich, dass die kritische Viskosität vom Pressdruck und von der Pressdauer abhängt und gibt eine allgemeine Formel zur Ermittlung der kritischen Viskosität an:

$$\log \eta_k = 0,81 \cdot \log(p) + 1,1 \cdot \log \tau + 6,08 \quad (1)$$

wobei p der Pressdruck in Poise/cm² und τ die Pressdauer in Sekunden bedeutet.

Detaillierter werden Teile der hier aufgeführten Veröffentlichungen in Kap. 6 im Kontext der in Rahmen dieser Arbeit erzielten Messergebnisse diskutiert. Zusätzlich zu den unterschiedlichen Ergebnissen der wissenschaftlichen Untersuchungen kommt erschwerend hinzu, dass die Erfahrungen und Bewertungen verschiedener Glashütten zu bestimmten

Formenwerkstoffen und Formenbeschichtungen durchaus unterschiedlich und teilweise sogar widersprüchlich sind. Die Gründe, die zu diesen verschiedenen Befunden geführt haben, sind bislang nicht geklärt. Es wird vermutet, dass die Ursache hauptsächlich darin liegt, dass die angewandten thermischen, geometrischen und dynamischen Bedingungen in den unterschiedlichen Laborexperimenten verschieden sind und jeweils mehr oder weniger stark von den (dynamischen) thermischen Verhältnissen in der industriellen Praxis der Glasformgebung abweichen. Ein ebenfalls wichtiger Punkt ist, dass verschiedene Messungen der Klebetemperatur teilweise mit Glasarten durchgeführt wurden, die sich in ihrer chemischen Zusammensetzung deutlich unterscheiden.

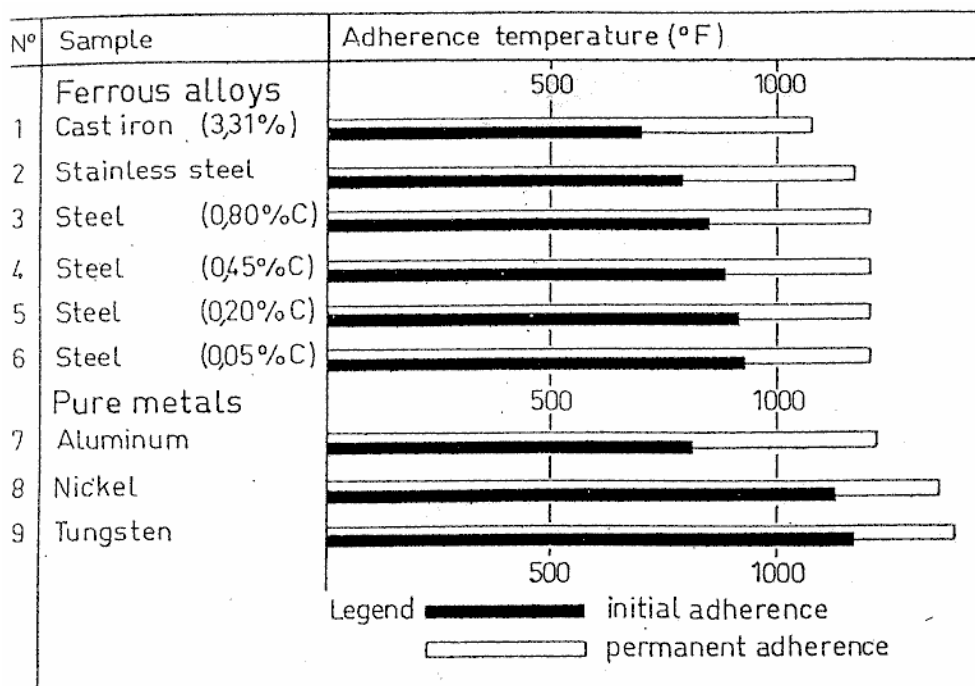


Abb. 2.1: Originalmessergebnisse von Fairbanks [6]. Fairbanks unterscheidet in seinem Experiment (heiße Glaspfropfen fallen auf eine beheizte schiefe Ebene, die das Formenwerkzeug darstellt) zwei verschiedene Größen: Die Größe „initial adherence“ ist die Temperatur, bei der der Glaspfropfen kurz auf der Ebene hängen bleibt, bevor er schließlich herunter gleitet. Die „permanent adherence“ stellt die Temperatur dar, bei der der Glaspfropfen so stark auf der Ebene „kleben“ bleibt, dass er nur noch durch eine von außen angelegte Kraft zu bewegen ist.

Zum quantitativen Heißabrieb von Formenwerkstoffen durch Glasschmelzen mangelt es ebenfalls an systematischen wissenschaftlichen Untersuchungen und Veröffentlichungen. Dies ist besonders misslich, da aus der täglichen Praxis der Glashütten offensichtlich wird, dass die verwendeten Formenwerkstoffe bei den thermischen und mechanischen

Belastungen der Glasformgebung deutlichen Verschleiß durch Heißkorrosion, Oxidation und Abrieb zeigen. Insbesondere wird der Heißabrieb an den Pegeln und an den Stellen der Formen, an denen der Tropfen auftrifft, deutlich. Der Verschleiß führt zu einer Aufrauung der Formenoberflächen und damit zu Fehlern auf den geformten Glasoberflächen, sowie zu einer Verschlechterung des Gleitverhaltens der Schmelze bei der Formgebung. Dem erhöhten Gleitwiderstand wird durch häufigeres bzw. verstärktes Auftragen von Formenschmiermitteln begegnet. Dadurch bilden sich stellenweise dicke Schmiermittelkrusten, die von Zeit zu Zeit mit viel Aufwand wieder entfernt werden müssen. Bei der erforderlichen Reinigung der Form wird mit den Schmiermittelkrusten auch ein Teil der Formenwerkstoffoberfläche abgetragen, so dass schließlich die Dimensionen der Formen aus dem zulässigen Toleranzfeld laufen und die Formen verschrottet werden müssen.

Negativen Einfluss auf die Qualität der Glasprodukte haben insbesondere auch Feststoffpartikel, die aus dem Abrieb der Formen und dem bisher immer noch notwendigen Schmiermitteln der Formen herrühren und bei der Formgebung auf die innere und äußere Behälterwandung gelangen [24]. Sie können die Sauberkeit und Festigkeit gravierend beeinträchtigen, da die Gebrauchsfestigkeit von Glasgegenständen, wie z.B. Behältergläsern, im Wesentlichen durch Schwachstellen in der Glasoberfläche limitiert wird [25-27]. Es besteht daher in hohem Maße ein Bedarf an verbesserten Formenwerkstoffen, und zwar bezüglich der Verbesserung derjenigen Eigenschaften, die die Standzeit der Formen und die Qualität der Glasprodukte stark beeinflussen.

In einem früheren Forschungsvorhaben des Fraunhofer IWM (AiF-Vorhaben-Nr. 11953N) »Glas im Kontakt mit Formgebungswerkstoffen für die Hohlglasproduktion« [8] wurden bereits erste Untersuchungen zur Heißkorrosion und zum Haft- und Klebeverhalten verschiedener gebräuchlicher Formenwerkstoffe und einiger neu entwickelter keramischer Hartstoffschichten durchgeführt. Dabei wurde eine Versuchsführung angewandt, in der die Werkstoffproben zyklisch mehrere tausend Mal kurzzeitig in die Oberfläche einer Hohlglasschmelze flach eingedrückt und dann axial abgezogen wurden. Die dabei gemessenen Abzugskräfte zeigten einen exponentiellen Anstieg mit der Temperatur der Formeinsätze und lagen mit Ausnahme von Bornitrid (BN) bei allen getesteten Werkstoffen im gleichen Streuband. Bei diesen Untersuchungen wurde festgestellt, dass das Ausmaß der Heißkorrosion der Formenwerkstoffe unter den angewandten Beanspruchungsbedingungen bei den verschiedenen Werkstoffen sehr deutliche Unterschiede aufweist. Es ist mit der Oxidationsbeständigkeit der Werkstoffe korreliert und erfolgt im Wesentlichen durch fortschreitende Oxidation von der Formenoberfläche her in das Grundmaterial hinein. An einigen Systemen von Substrat-Mehrlagenschichten wurde gezeigt, dass mehrlagige PVD-Dünnschichtsysteme mit bestimmten ternären keramischen Schichtsubstanzen auf ausgewählten Grundwerkstoffen eine sehr hohe Oxidationsbeständigkeit aufweisen [28, 29]. Bezüglich des dort verwendeten Laboraufbaus muss betont werden, dass gegenüber der

sehr komplexen Beanspruchung der Formenwerkstoffe in der industriellen Praxis nur eine vereinfachte mechanische Beanspruchung der Werkstoffproben senkrecht zu ihrer Oberfläche nachgestellt wurde. Zwar konnte prinzipiell gezeigt werden, dass die Schadensbilder und -mechanismen, die in der industriellen Praxis an Formenwerkstoffen auftreten, im kurzzeitigen Laborexperiment mit diesem relativ einfachen Prüfverfahren verifiziert werden können, dennoch ist der wesentliche Mangel der dort verwendeten Laborapparatur gegenüber den Beanspruchungsbedingungen der Praxis, dass die Auswirkungen der mechanische Beanspruchung der Formen überlagert mit der Heißkorrosion, wie sie beim Verpressen von frischen Glaspfropfen auftreten, nicht erfasst werden konnten. Für dahingehende detaillierte Untersuchungen und weitergehende richtungweisende Aussagen für die Praxis wurde in dieser Arbeit ein signifikant verändertes, besser geeignetes Prüfverfahren entwickelt, das im nachfolgenden Kapitel 3 detailliert beschrieben wird.

3 EXPERIMENTELLE ARBEITEN ZUM VERSUCHSAUFBAU

Die Dissertation wurde in mehreren Abschnitten durchgeführt. Ein wesentlicher Teil der Arbeit bestand darin, eine funktionstüchtige Prüfapparatur aufzubauen. Die Prüfapparatur sollte in einfacher Weise dem Formgebungsverfahren der industriellen Glasproduktion nachempfunden sein (vgl. Kap. 13) und es damit gestatten, detaillierte Aussagen über die zu untersuchenden Formenwerkstoffe im Kontakt mit verschiedenen hochviskosen Glas-schmelzen machen zu können. Unentbehrlich für die experimentellen Arbeiten ist es, eine gute Reproduzierbarkeit der Messungen nicht nur über die Dauer eines Versuches, sondern über viele Versuchsreihen zu erreichen. Die Anforderungen sind deshalb an jede einzelne Komponente des experimentellen Aufbaus sehr hoch. Im nachfolgenden Kapitel werden die einzelnen Komponenten sowie der Aufbau der Prüfapparatur genauer beschrieben. Eine detaillierte Beschreibung der entwickelten Prüfmethode findet sich in Kapitel 3.2.

3.1 Der apparative Aufbau

Zu Beginn der Dissertation stand eine unvollständig aufgebaute Prüfapparatur zu Verfügung, mit der es nicht möglich war reproduzierbare Messungen zum Klebe- und Verschleißverhalten durchzuführen. Wesentliche Komponenten, wie z.B. die Enthaltungs- und Transfereinheit, waren nicht vorhanden. Aus diesem Grund wurden zu Beginn zahlreiche Umbaumaßnahmen durchgeführt, um die Apparatur, wie sie momentan im Ist-Zustand existiert, aufzubauen. Weiterhin wurde während der Dissertation kontinuierlich an der Verbesserung der Prüfapparatur gearbeitet und sukzessive Optimierungen vorgenommen, um letztlich die notwendige Aussageschärfe und Reproduzierbarkeit der Messungen zu erreichen. Abb. 3.1 zeigt schematisch die zu Beginn der Dissertation bestehende Apparatur. Die Apparatur bestand aus den Bauteilen: Pressmodul, Tiegel und Schere. Verschieden Teile der Apparatur wurden grundlegend geändert, teilweise wurden nur geringfügige Optimierungen vorgenommen. Andere Bauteile wie z.B. die Probenaufnahme und Presseinheit wurden nicht verändert.

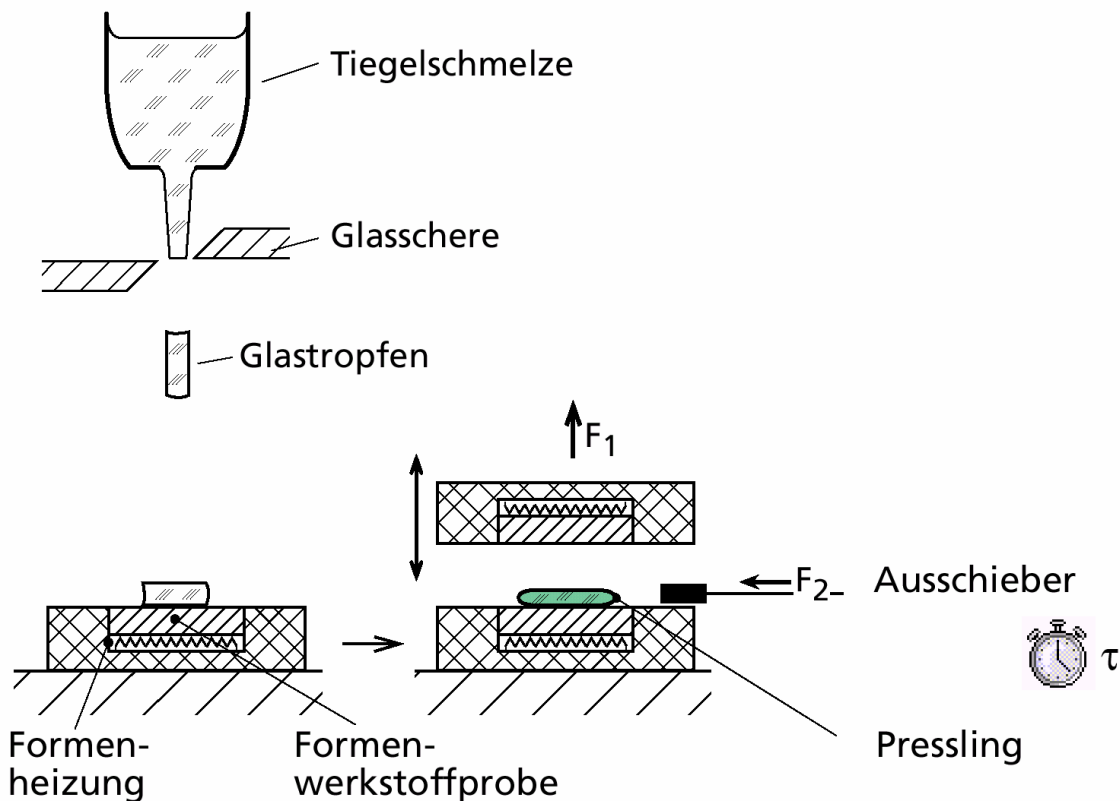


Abb. 3.1: Prinzipskizze der ursprünglichen Prüfapparatur mit den Bestandteilen Tiegel und Pressmodul mit Ausschieber. Der Transfer des Glastropfens von der Schere zur Presse erfolgte manuell mit Hilfe eines Fangtrichters.

3.1.1 Pressmodul

Die aufgebaute Presseinheit besteht aus einem symmetrisch angeordneten Stempelpaar. Die Stempel bestehen im Wesentlichen aus einem quaderförmigen Block aus Isolationsmaterial, in die eine regelbare Heizung integriert ist. Die benötigte Stempeltemperatur von $\leq 720 \text{ }^\circ\text{C}$ wird durch zwei 500 Watt Hochleistungsheizpatronen erreicht. Die zu testenden Formenwerkstoffe werden in Form von runden Platten auf die Oberseite des jeweiligen Stempels plan aufgespannt. Ein schnelles Auswechseln der zu untersuchenden Formenwerkstoffe wird dadurch ermöglicht. Die Konstruktion des Pressmoduls war vom Ziel geleitet, eine sehr homogene Temperaturverteilung auf der Stempeloberfläche zu erreichen, was letztendlich erreicht wurde. Für eine ausführlichere Beschreibung mit detaillierten Konstruktionsplänen des Pressmoduls sei hier auf [30] verwiesen. Dort finden sich zusätzliche Informationen über die durchgeführten Vorversuche, wie auch viele Werkstoffdaten der für

das Pressmodul verwendeten Materialien. Aus Gründen der Vollständigkeit sind zusätzlich detailliertere Konstruktionszeichnungen im Anhang (Kapitel 12) wiedergegeben.

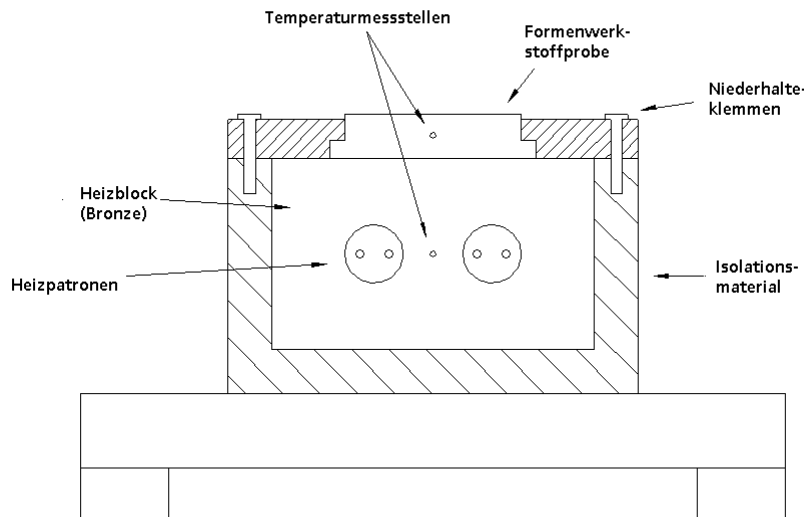


Abb. 3.2: Prinzipskizze des Pressmoduls. Die zu untersuchenden Formen werden mit Hilfe von Niederhalteklammern an den Heizblock thermisch angebunden. Im Inneren des Blocks befinden sich die Heizpatronen. Die Pressformplatte ($\phi_{\text{innen}} = 45 \text{ mm}$, $\phi_{\text{außen}} = 60 \text{ mm}$, siehe Abb. 12.3) kann bis auf eine Temperatur von ca. $720 \text{ }^\circ\text{C}$ geheizt werden. Nicht dargestellt ist der spiegelsymmetrische Oberstempel an dem die Presskraft pneumatisch aufgebracht wird.

3.1.2 Tiegel und Schere

Zur Herstellung von Glasschmelzen niedriger Viskosität wurde das Verfahrensprinzip einer Tiegelschmelze mit Bodenauslauf (Tropfring) in Anlehnung an Tropfenspeiser in der industriellen Glasverarbeitung verwendet. Der Aufbau des Tiegels und der Schere (siehe Abb. 3.4) basiert auf dem Konzept eines früheren Forschungsvorhabens des Fraunhofer IWM „Untersuchungen zum Mechanismus des Scherenschnitts am Glastropfenspeiser“ (AiF-Nr. 10398N) [31].

Ein Hauptbauteil der Prüfapparatur ist ein vertikaler Spezialofen, der im Fraunhofer IWM vollständig im Eigenbau erstellt wurde, und einem ebenfalls speziell zusammengesetzten keramischen Tiegel mit Bohrung $\phi = 12 \text{ mm}$ im Tiegelboden. Der Ofen wurde zum einen aus Gründen des teilweise schon vorhandenen Rohaufbaus, zum anderen aus Gründen der einfacheren Konstruktion als extrem kurzer Hochtemperatur-Rohrofen ausgelegt, was

zu einem stark asymmetrischen Temperaturprofil im Inneren führt. Durch diesen Aufbau ergibt sich der in Abb. 3.3 dargestellte Temperaturverlauf.

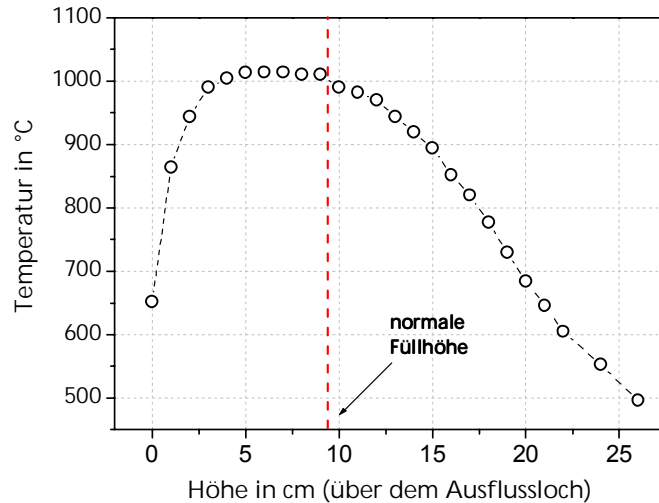


Abb. 3.3: Inhomogene Temperaturverteilung im unbefüllten Tiegel aufgetragen über der Höhe, gemessen vom Ausflussloch.

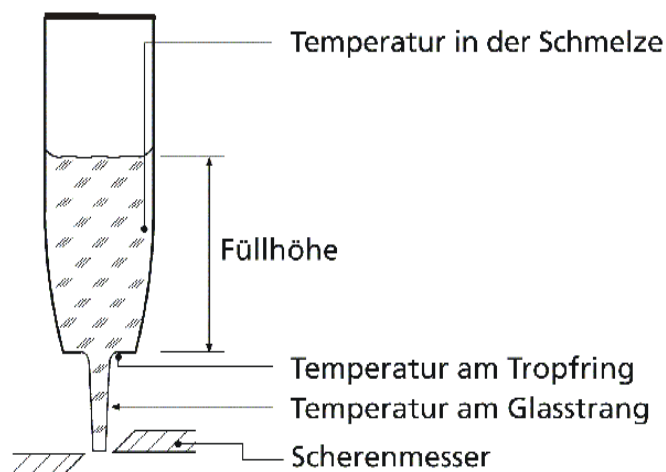


Abb. 3.4: Prinzipskizze des Laboraufbaus der Tiegelschmelze mit konstantem Gasüberdruck und Bodenauslauf.

Mit den verwendeten U-förmigen Super-Kanthal Heizelementen von 140 mm Länge können in der Ofenmitte Temperaturen bis ca. 1600° C erreicht werden. Als Tiegel wird ein Rohr aus dicht gesinterter Aluminiumoxidkeramik (Sorte Al 23) von 330 mm Länge und 70 mm Außendurchmesser mit 6 mm Wandstärke verwendet. In das untere Ende des Keramikrohrs ist eine geschliffene runde Keramikplatte als Tiegelboden eingekittet. Am

Rand dieser Bodenplatte ist nach unten hin ein 10 mm breiter Keramikring aufgesetzt, der den Tiegel gegen den Ofenboden abstützt und thermisch isoliert. Damit im Falle von Rissbildungen die Bodenplatte stabil bleibt, ist der kombinierte Tiegelboden mit einem speziell gefertigten Haltering zusätzlich gesichert. Bei Defekt und nachfolgendem Austausch des Tiegels muss dieser Haltering ebenfalls ersetzt werden. In der Mitte der Bodenplatte befindet sich eine Bohrung von 12 mm Durchmesser, aus der die flüssige Glasschmelze ausläuft. Zwischen Stützring und Bodenplatte ist ein Platin-Thermoelement (Typ S) eingekittet, mit dem die Tropfringtemperatur dicht am auslaufenden Glasstrang gemessen wird (Abb. 3.5). Der Tiegel hat ein Fassungsvermögen von maximal 1000 g Glas. Die Glasschmelzen für die Prüfexperimente wurden jeweils aus Scherben (ca. 600 g) der verschiedenen Glasarten erschmolzen, die von verschiedenen Glashütten zur Verfügung gestellt wurden.

Aufgrund des großen Temperaturgradienten über die Höhe des Tiegels hinweg wird der Tiegel selbst bei zeitlich konstanter Temperierung einer hohen thermischen Belastung ausgesetzt, weshalb seine Lebensdauer bis zur Bildung von ersten Rissen nur einige wenige Monate beträgt. Ein Austausch des Verschleißteils „Keramiktiegel“ ist nach Überwindung von anfänglichen Schwierigkeiten mittlerweile weitgehend problemlos und schnell möglich.

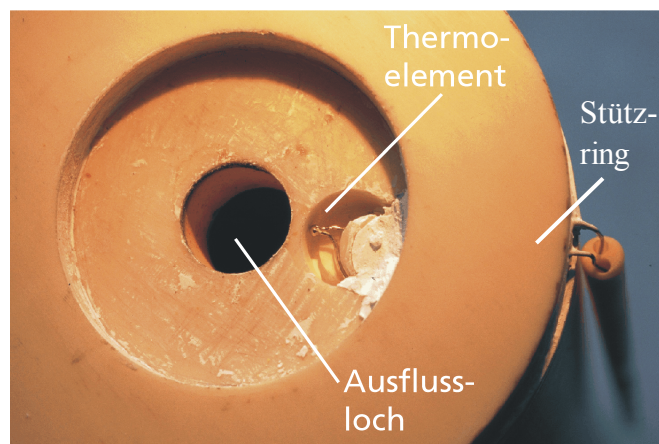


Abb. 3.5: Foto der Temperaturmessstelle nahe des Ausflusslochs mit Durchmesser $\phi = 12$ mm. Nicht zu sehen ist der speziell gefertigte Haltering.

Bedingt durch die Heizelemente erhält man im Tiegel eine axial stark inhomogene Temperaturverteilung, was sich direkt in der Temperatur des auslaufenden Glases bemerkbar macht (Abb. 3.6). Beim Betrieb des Tiegels stellte sich heraus, dass die Temperatur gemessen am Tropfring und damit die Temperatur des auslaufenden Glases nicht konstant ist. Abb. 3.6 zeigt den zeitlichen Verlauf der Tropfringtemperatur bei zeitlich konstanten Schnitten im Abstand von 4 Sekunden. Diese fehlende Stationarität dürfte mit der inhomogenen Temperaturverteilung im Tiegel zusammenhängen. Die zeitliche Veränderung

der Temperatur hat die unerwünschte Nebenwirkung, dass sich auch das Tropfengewicht ändert, was in Abb. 3.6 und Abb. 3.7 ebenfalls zu sehen ist. Für reproduzierbare Versuchsbedingungen sollte das Tropfengewicht jedoch möglichst konstant sein.

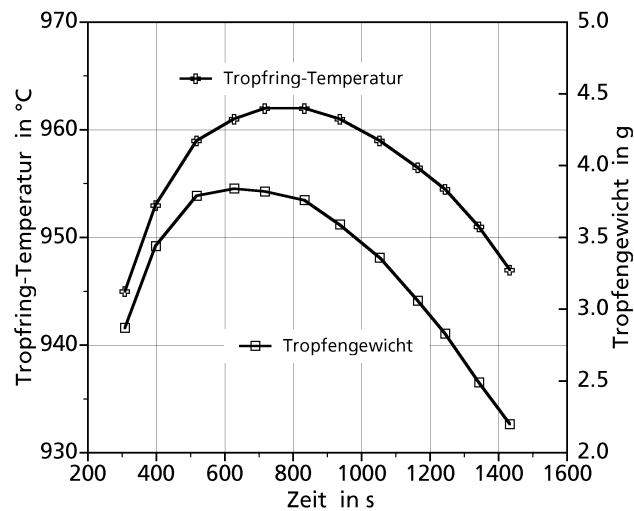


Abb. 3.6: Tropfentemperatur und Tropfengewicht in Abhängigkeit der Zeitdauer des Versuches bei zeitlich konstanten Schnitten (4 s).

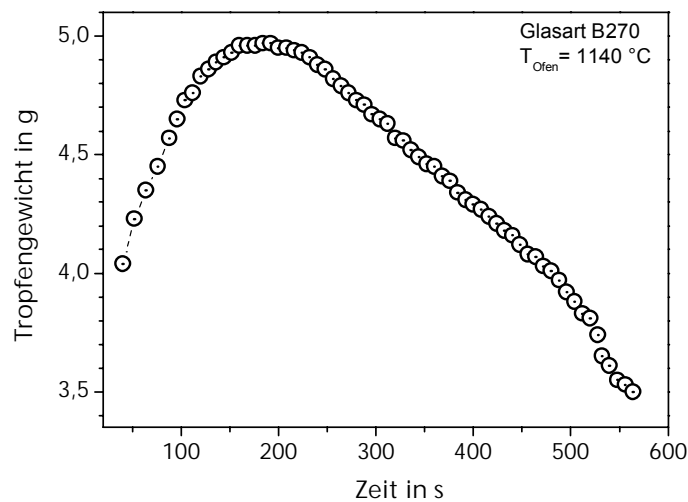


Abb. 3.7: Tropfengewicht vs. Zeit bei konstantem Gasüberdruck (70 mbar). Die Schnitte erfolgten in zeitlich konstanten Abständen. Der große Einfluss der inhomogenen Temperaturverteilung im Ofen auf die Tropfengewichte spiegelt sich in der großen Veränderung der Gewichte der geschnittenen Tropfen mit zunehmender Versuchsdauer wider.

Durch großen experimentellen Aufwand konnte die Variation der Tropfgewichte im Laufe eines Versuches deutlich verringert werden. Dazu wurde in einem ersten Schritt eine Vorrichtung zur Beaufschlagung mit Überdruck an das obere Ende des Tiegels angebaut. Der angelegte konstante Überdruck ($p \approx 70 \text{ mbar}$) hat zur Folge, dass die heiße Glasschmelze deutlich gleichmäßiger ausfließt als ohne Überdruck. Im Laufe der durchgeführten Untersuchungen zeigte sich, dass durch das Beaufschlagen mit der Druckluft ($T_{\text{Druckluft}} \approx 25 \text{ °C}$) die oberste Schicht der Glasschmelze stark abgekühlt wird, was zu Problemen bei der Versuchsdurchführung, hauptsächlich im fortgeschrittenem Stadium, führt. Deshalb wurde in einem zweiten Schritt in den oberen Bereich des Tiegels zwischen Drucklufteinheit und Glasschmelze ein Reflektorblech aus poliertem Stahl eingebaut (Abb. 3.8). Durch diese Maßnahme konnte das starke Abkühlen der Schmelze und damit der starke Temperaturgradient im befüllten Tiegel abgeschwächt werden. Eine weitere wesentliche Verbesserung besteht darin, dass nun der bisher fest eingestellte Gasdruck speziell geregelt wird, so dass man der Variation der Tropfgewichte durch nachlassenden hydrostatischen Druck entgegenwirken kann.

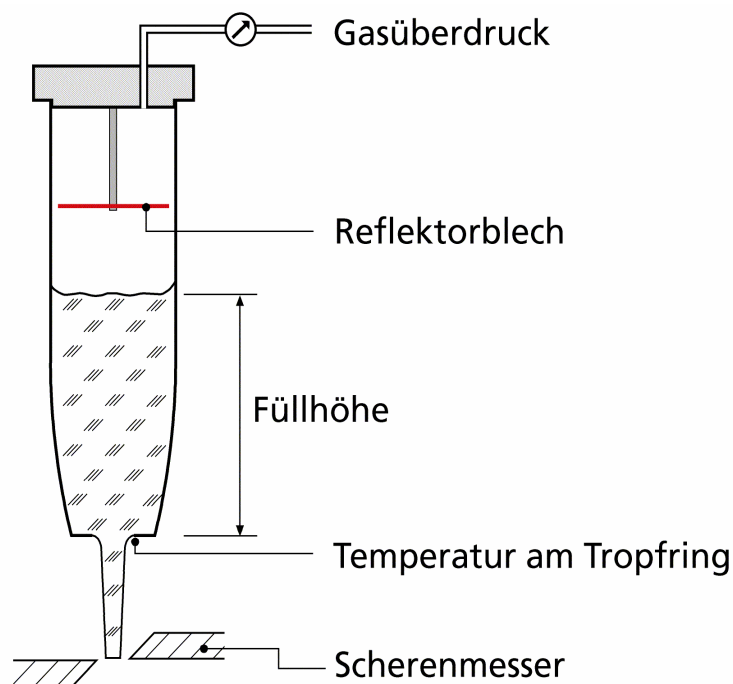


Abb. 3.8: Prinzipskizze des modifizierten Laborsystems zur Tropfgewichtsmessung mit Boden- auslauf, Gasüberdruck (zur Grobregulierung der Tropfgewichte), Reflektorblech sowie mit Temperaturmessstelle nahe der auslaufenden Schmelze.

Mit Hilfe des regelbaren Gasüberdrucks konnten die Tropfgewichte jetzt in erster Näherung konstant gehalten werden. Im Laufe der Versuche erwies sich aus technischen Gründen ein durchschnittliches Tropfgewicht von 2,5 g als ideal, weshalb die weiteren

Versuche die Optimierung bei Tropfgewichten von 2,5 g Masse als Ziel hatten. Nach zahlreichen Versuchen zeigte sich, dass mit einem konstanten Überdruck von 35 mbar ein breiter Sattel im Bereich 2,5 g erreicht werden kann (Abb. 3.9).

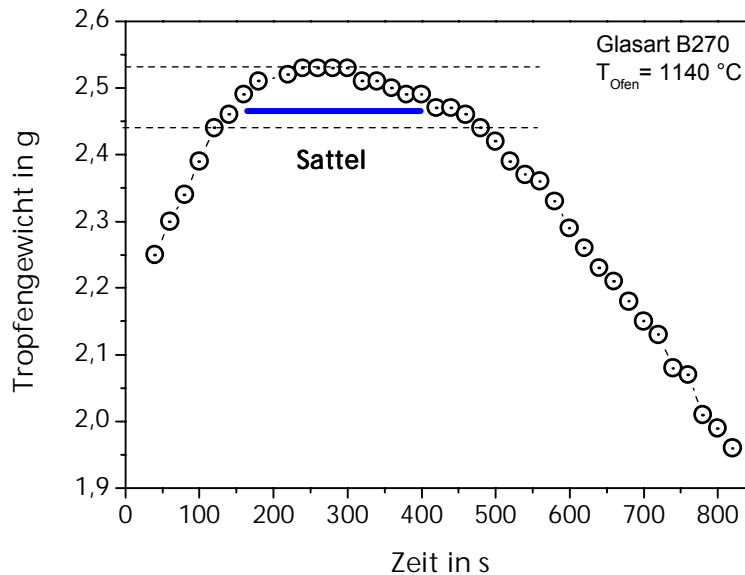


Abb. 3.9: Tropfgewicht als Funktion der Zeit bei konstantem Gasüberdruck (35 mbar) und zeitlich konstanter Schnittfolge. Die Angabe $T_{\text{Ofen}} = 1140 \text{ °C}$ bezieht sich auf die Regeltemperatur der Ofensteuerung bei Versuchen mit der Glasart B270.

Die wohl wichtigste Verbesserung im Hinblick auf die Konstanz der Tropfgewichte wurde dadurch erreicht, dass der Zeitpunkt des Scherenschnitts nicht mehr in zeitlich konstanten Intervallen sondern mit Hilfe einer Lichtschranke über die Länge des Glasstrangs gesteuert wird. Das bedeutet, dass die Tropfen jeweils bei der gleichen geometrischen Länge abgetrennt werden. Durch diese Neuerung ist es nun möglich, die Tropfgewichte nicht nur über die Dauer eines Versuches, sondern über viele Versuchsreihen hinweg mit relativ geringem Aufwand konstant zu halten. Die Schwankung der Tropfgewichte über mehrere Versuchsreihen hinweg, bei denen jeweils ca. 200 Tropfen über die Versuchsdauer von ca. 15 Minuten (850 Sekunden) geschnitten werden, beträgt weniger als $\pm 1,5\%$ (vgl. Abb. 3.10).

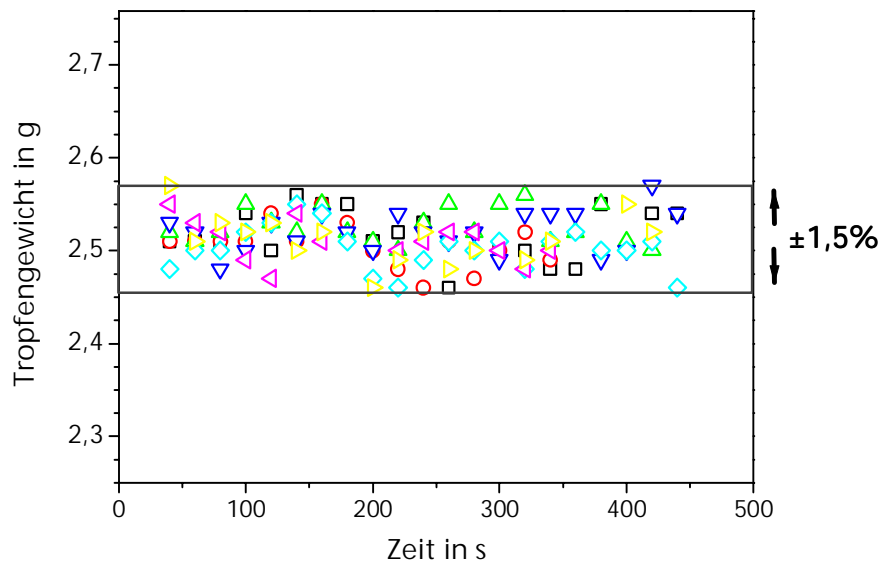


Abb. 3.10: Zeitliche Verläufe der Tropfgewichte über mehrere Versuchsreihen ($T_{\text{Ofen}} = 1175 \text{ }^\circ\text{C}$, $T_{\text{Tropfring}} \approx 985 \text{ }^\circ\text{C}$) hinweg. Verschiedene Symbole stehen für verschiedene Versuchsreihen. Durch die umfangreichen Umbau- und Verbesserungsmaßnahmen wurde es möglich, die Schwankung der Tropfgewichte auf einen Wert kleiner $\pm 1,5\%$ zu senken.

3.1.3 Tropfentransfer

Der anfänglich durchgeführte manuelle Transfer der geschnittenen Tropfen von der Schere zur Presse erwies sich als kritisch für die Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse. Zum einen erhält man durch die unterschiedlich langen Transferzeiten nicht zu vernachlässigende Unterschiede in der Temperatur, die die Tropfen zu Beginn der Pressung haben³, zum anderen werden die Tropfen, die manuell auf den Unterstempel transportiert werden, höchst selten reproduzierbar zentral abgelegt und verpresst. Dies führt zunächst dazu, dass die Presskräfte aufgrund der exzentrisch verpressten Tropfen stark schwanken. Als Folge davon erhält man verschiedene Wärmeübergangsbedingungen (bzw. Wärmeinträge) am Formenwerkzeug. Die Konsequenz ist, dass im Formenwerkzeug, bei nominell gleichen Experimenten, unterschiedliche Temperaturen gemessen werden. Die Reproduzierbarkeit der Messungen ist deshalb nicht zufrieden stellend. Abb. 3.11 zeigt die stark schwankenden Presskräfte im Laufe eines Experiments. Dieses Problems wurde dadurch gelöst, dass in Anlehnung an die industrielle Glasfertigung eine Transferrinne in die

³ Siehe Kap. 5.1.3.

Maschine integriert wurde. Durch diese mit speziellem Graphitgewebe ausgekleidete Rinne werden die Tropfen direkt vom Ort des Schnitts zentral auf den Unterstempel transportiert.

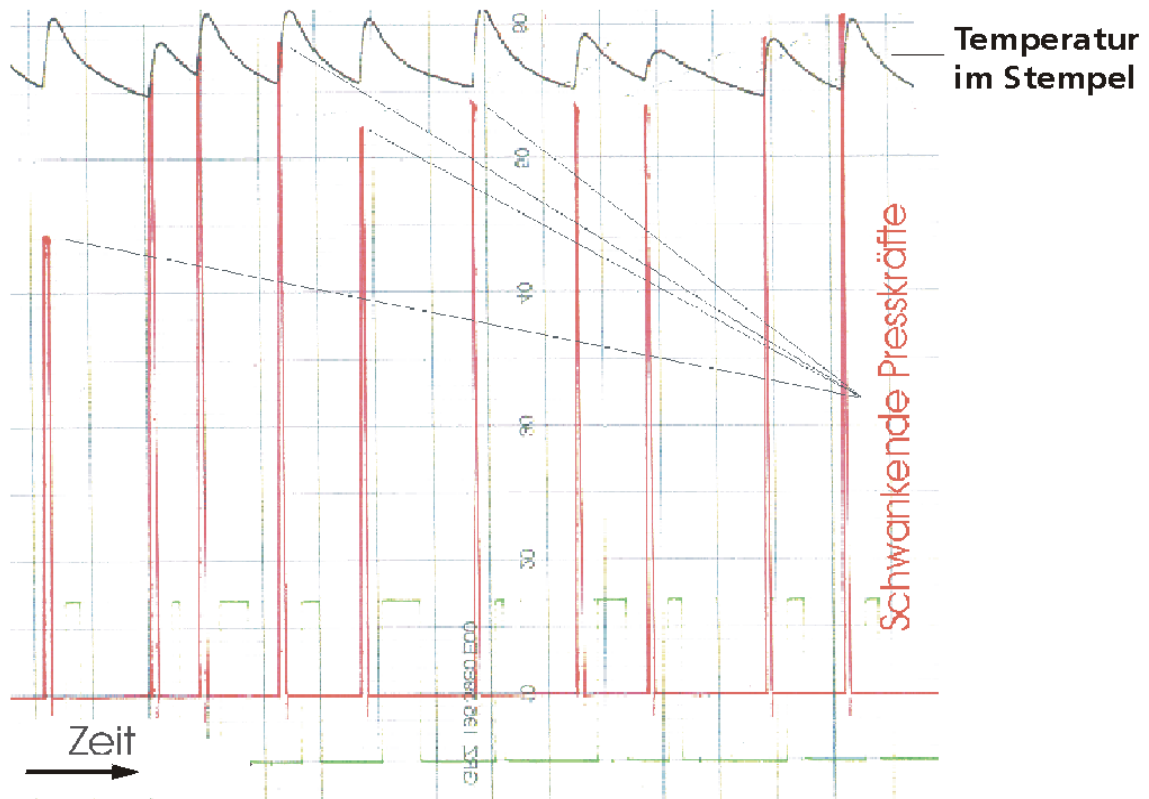


Abb. 3.11: Beispiel einer Folge von Pressungen mit stark schwankenden Presskräften.

Des Weiteren waren Probleme, die durch Staub und lose Partikel verursacht wurden, zu bewältigen. Zwischen zwei Serien von Prüfexperimenten kann sich im Laufe der Zeit Staub auf dem Unterstempel ansammeln. Dies führt in der Regel zur Verfälschung der Haftdauer-messungen in Richtung zu kürzeren Haftzeiten. Aus diesem Grund wurde mit einer Temperatursymmetrie gearbeitet (vgl. Kap. 3.2) und dafür Sorge getragen, dass das Ankleben jeweils am Oberstempel stattfindet, was die Staubproblematik enorm vereinfacht.

Eine schematische Darstellung des aktuellen Zustandes der Prüfapparatur ist in Abb. 3.12 gezeigt. Abb. 3.13 zeigt ein Foto der Prüfapparatur. Mit diesem Aufbau wurden die im Folgenden diskutierten Ergebnisse erzielt.

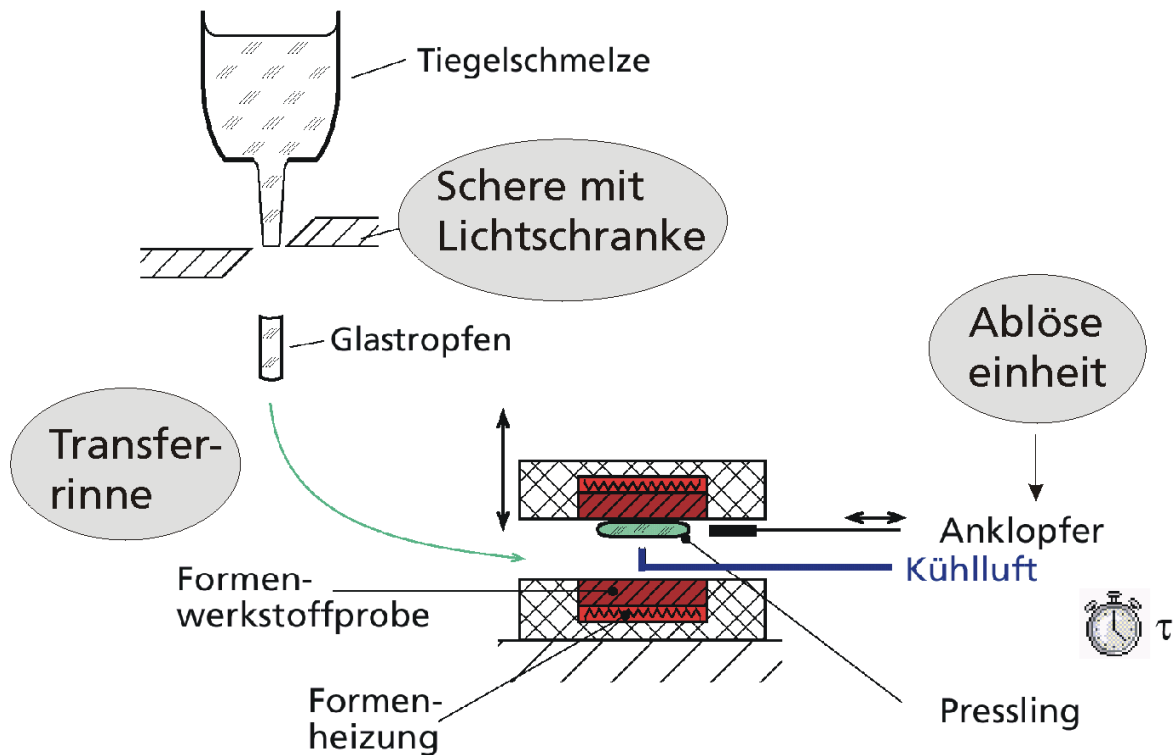


Abb. 3.12: Schematische Darstellung der aufgebauten Prüfapparatur mit den drei technischen Verbesserungen (eingekreist): 1) Steuerung der Schnitte über die Tropfenlänge mit Hilfe einer Lichtschranke. 2) Automatischer Tropfentransfer vom Schnitt zur Presse durch eine mit Kohlenstofffasermaterial ausgekleidete Transferrinne. 3) Ablöseeinheit⁴ bestehend aus getaktetem Kühlluftgebläse und Ausschieber. Nicht zu sehen ist die verfahrenstechnische Neuerung: $T_{\text{Oberstempel}} = T_{\text{Unterstempel}} + 20\text{K}$

⁴ Die Funktionsweise der Ablöseeinheit wird in Kap. 3.2 beschrieben.

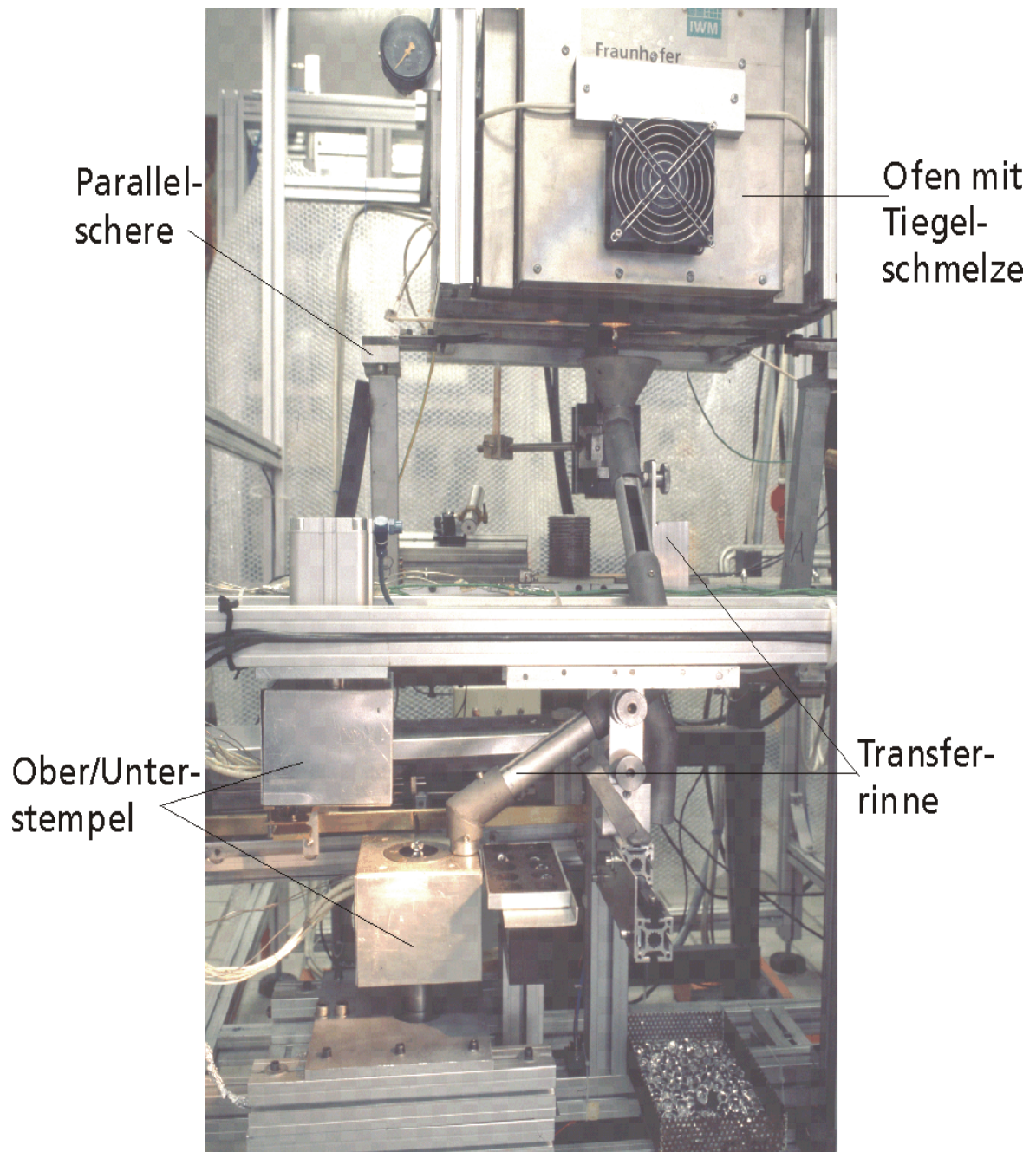


Abb. 3.13: Foto der aufgebauten Apparatur.

3.2 Meßmethode und Durchführung

Die Versuchsführung stellt sich nach Inbetriebnahme der Neuerungen (Abb. 3.12) wie folgt dar:

Durch Anlegen eines konstanten Überdrucks im Tiegel läuft die hochviskose Glasschmelze aus dem Loch im Tiegelboden aus. Mit einer Parallelschere werden, über die Länge des Glastropfens gesteuert, jeweils 2,5 Gramm schwere Glastropfen abgeschnitten. Während des Versuchs wird das Tropfengewicht ständig manuell kontrolliert. Die abgetrennten Tropfen werden durch die Transferrinne vom Ort des Schnitts zentral auf den Unterstempel der Presse transportiert. Im direkten Anschluss wird der Unterstempel in die Pressposition unter den Oberstempel manuell verschoben. Die Pressung wird anschließend automatisch gestartet. Nach Ende der Pressung öffnen sich die Stempel ebenfalls automatisch. An diesem Zeitpunkt wird optisch detektiert, ob der verpresste Glasposten anklebt. Die Ergebnisse der nachfolgenden Messungen wurden, falls nicht explizit erwähnt, jeweils mit folgenden Parametern erzielt:

– Glaseinwaage (Scherben)	600 g
– Tropfengewicht	2,5 g ($\pm 1,5\%$)
– Tropfenanzahl ⁵	ca. 200
– Transferzeit	4 s
– Formentemperatur	< 720 °C
– Presskraft	900 N
– Pressdruck	2,5 MPa
– Pressdauer	5 s

Da es ein wesentliches Ziel der Dissertation war, das „Klebeverhalten“ verschiedener Formenwerkstoffe zu bestimmen, wurden hauptsächlich Presseexperimente durchgeführt, die zum Anhaften/Ankleben des heißen Glases an den Formenoberflächen führten⁶. Um diese anhaftenden Presslinge wieder zu lösen, wurde eine Ablöseeinheit konzipiert und aufgebaut. Um im Falle des Anklebens eine Haftung ausschließlich am Oberstempel zu erhalten, wird eine Temperaturdifferenz an Ober- und Unterstempel angelegt⁷: $20 \text{ K} + T_{\text{US}} = T_{\text{OS}}$. Der Vorteil dieser Versuchsführung besteht darin, dass es im Gegensatz zur Haftung am Unterstempel, zu keiner Verfälschung der Messwerte durch lose Partikel kommt, die sich in der Zeit zwischen zwei Versuchen, oder im Laufe der Versuchsdurchführung auf dem Unter-

⁵ Verfahrenstechnisch bedingt wird nur ca. jeder 5. geschnittene Tropfen verpresst.

⁶ Es sei hier noch einmal ausdrücklich erwähnt, dass es genau diesen Fall in der industriellen Glasproduktion zu vermeiden gilt.

⁷ T_{US} = Temperatur im Unterstempel, T_{OS} = Temperatur im Oberstempel,

stempel niederschlagen können. Aus dem selben Grund wurden die Stempel in regelmäßigen Abständen mit Graphitfilz abgewischt, um eventuell anhaftende Partikel zu entfernen ohne dabei jedoch die Stempeloberfläche zu modifizieren oder gar zu beschädigen.

Mehrere Varianten einer Ablöseeinheit wurden im Laufe der hier vorliegenden Dissertation getestet und aus verschiedenen Gründen wieder verworfen. Die letztlich verwendete Ablöseeinheit nutzt Erfahrungen zum thermischen Trennen [32] und arbeitet wie folgt: Nachdem der Glastropfen zwischen den parallelen Platten verpresst wurde und ein Anhaften stattgefunden hat, fährt eine Kühlluftdüse zentral unter den am Oberstempel anhaftenden Pressling und bläst diesen an. Zusätzlich zu dieser Kühlung wird der Glaspressling mechanisch angestoßen. Zahlreiche verschiedene Blas-Klopf-Kombinationen wurden getestet. Ein getaktetes Abkühlen mit dem Takt 1 Sekunde Anblasen und 2 Sekunden Pause hat sich als reproduzierbarste Methode dargestellt, um sowohl anhaftende Presslinge schadigungsarm abzulösen, als auch reproduzierbare Haftdauermessungen durchzuführen. Die Zeit zwischen dem Pressende und dem Ablösen wird als Haftdauer angegeben. Findet keine Haftung des Presslings am Stempel statt, wird die Abkühlprozedur noch vor dem Start unterbunden.

Weitere wesentliche Vorteile dieser Methode, im Vergleich zur Messung von Abschiebekräften, sind zum einen, dass der Formenwerkstoff wesentlich schwächeren mechanischen Belastungen ausgesetzt ist. Zum anderen werden die Presslinge abgelöst, ohne dabei vollständig zerstört zu werden. Dies lässt eine nachträgliche Analyse der Presslinge zu. Obwohl die Enthaltungsprozedur nach 20 Takten, was 60 Sekunden entspricht, automatisch beendet wird, können vereinzelt Presslinge immer noch am Oberstempel anhaften. Die Haftzeiten dieser Presslinge werden zusammengefasst und erscheinen in den Haftdauerdiagrammen als Haftzeiten von 60 Sekunden. Dennoch müssen auch diese Presslinge vom Oberstempel abgelöst werden. Wichtig in diesem Fall ist es, die Oberfläche der Formenwerkstoffprobe nicht zu sehr zu beanspruchen, da dies Einfluss auf die nachfolgenden Messungen haben könnte. Als praktikabelste Methode hat sich folgende Prozedur erwiesen: Ein Metallwürfel (Kantenlänge ca. 3 cm), der sich auf einer Temperatur von ca. 20°C befindet, wird auf den noch haftenden Pressling plan angedrückt. In den meisten Fällen findet in diesem Fall ein sog. Krümelbruch statt, das heißt der Pressling zerspringt in viele kleine Teile und löst sich somit vom Formenwerkzeug. Trotz der Tatsache, dass bei dieser Methode der Pressling verloren geht und im Folgenden nicht analysiert werden kann, wurde wie beschrieben vorgegangen, da dies meist zum kompletten Ablösen des anhaftenden Presslings führt. Es zeigt sich im Laufe der Arbeit, dass diese Methode die geringste mechanische Belastung für die Stempel darstellt.

3.3 Formenwerkzeuge

In Anlehnung an frühere Veröffentlichungen [6, 11] wurde die Formentemperatur, d.h. die Temperatur, die vor dem Pressvorgang an den Stempeln gemessen wird, als Parameter für die „Klebneigung“ der verschiedenen Formenmaterialien herangezogen. Da in dieser Arbeit ausschließlich Kleben am Oberstempel auftrat, ist im Folgenden, wenn von der Formentemperatur die Rede ist, die Temperatur im Oberstempel in 2,5 mm Tiefe ($T_{2,5\text{mm}}$) vor der Pressung gemeint. Eine ebenfalls sehr interessante Stelle um Temperaturen zu messen, wäre die Formenoberfläche vor, besser noch direkt während des Pressvorgangs. Diese Stelle ist jedoch messtechnisch nur äußerst schwer zugänglich, weshalb entschieden wurde, eine Temperaturmessstelle im Inneren der Formenwerkstoffproben einzurichten. Dazu wurden radiale Sacklöcher jeweils in beide Formenwerkstoffproben gebohrt und in diesen Mantelthermoelemente mit Hartlot fixiert. Zusätzlich befinden sich im Unter- und Oberstempel jeweils Thermolemente zwischen den Heizpatronen und in der Grenzfläche zwischen Formenwerkzeug und Heizblock. Abb. 3.14 zeigt die Positionen der Thermolemente.

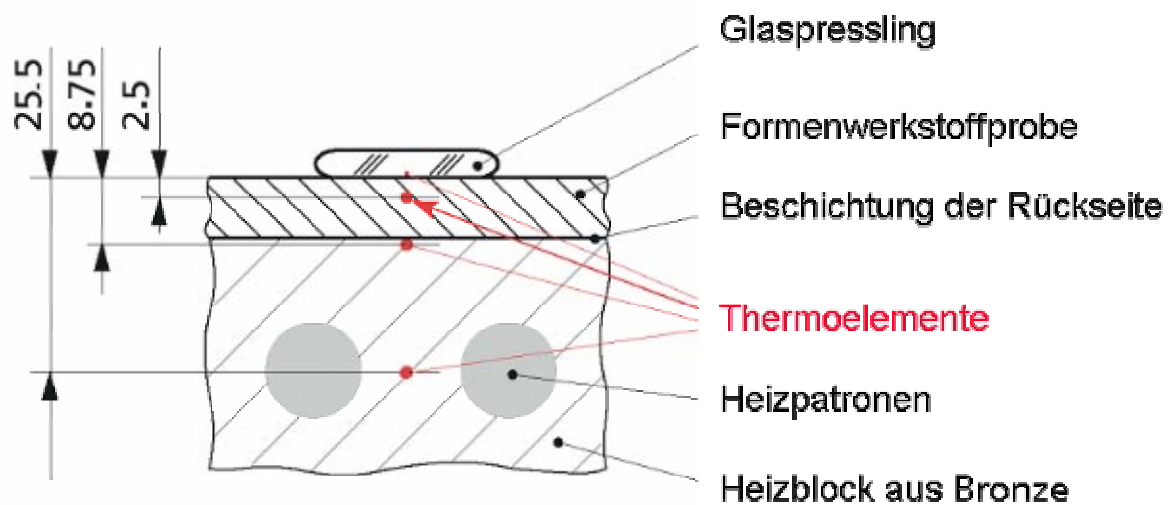


Abb. 3.14: Detailansicht (schematisch) des Pressmoduls mit den Temperaturmessstellen.

Ein Vergleich der Temperaturen an verschiedenen Formenwerkstoffproben ist aber nur dann sinnvoll, wenn sich zum einen die Bohrungen exakt in derselben Tiefe befinden, zum anderen das Ansprechverhalten der Thermolemente zumindest annähernd gleich ist. Aus diesem Grund wurden Vorversuche durchgeführt, wie sie in der Literatur [33] schon einmal vorgeschlagen wurden.

Dazu wurden die Pressplatten mit einem CO₂-Laser mit konstanter Leistung (ca. 100 Watt) bestrahlt und gleichzeitig die Temperaturverläufe in den Stempeln registriert. Abb. 3.15 zeigt den dazu verwendeten Versuchsaufbau; die Ergebnisse sind in Abb. 3.16 graphisch dargestellt.

Eine wichtige Größe hierbei ist die „effektive Tiefe“, das heißt die Tiefe in der die Thermolemente nach dem gemessenen Ansprechverhalten liegen müssten. Diese kann man durch eine geeignete Auftragung⁸ (Abb. 3.17) relativ einfach bestimmen. Stimmen die effektiven Tiefen mit den handwerklich gebohrten Tiefen überein, kann man auf gute thermische Anbindung schließen und somit sind die Temperaturen in den verschiedenen Formenwerkzeugen vergleichbar.

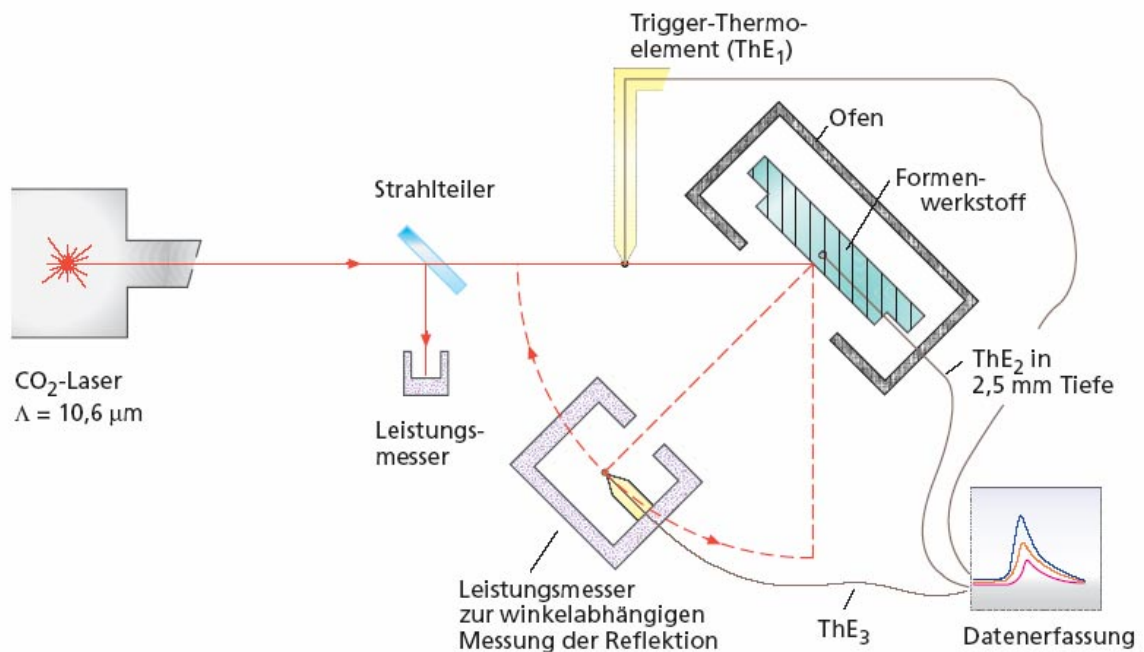


Abb. 3.15: Versuchsaufbau zur Messung des Ansprechverhaltens der eingelöteten Thermolemente in den Formenwerkzeugen. Die winkelabhängige Leistungsmessung wurde in den hier gezeigten Messungen nicht verwendet.

⁸ Hierzu müssen jedoch die thermischen Kennzahlen der Werkstoffe bekannt sein.

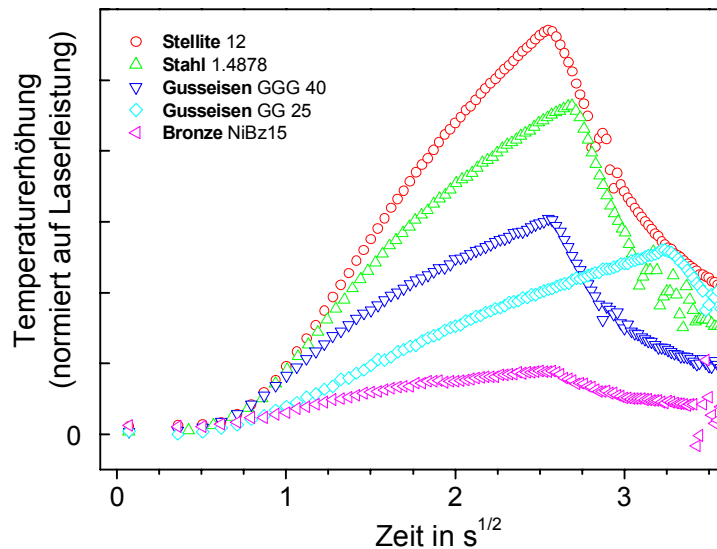


Abb. 3.16: Ansprechverhalten der eingelöteten Thermoelemente in Pressplatten aus verschiedenen Formenwerkstoffen. Aufgetragen ist die auf die auftreffende Laserleistung normierte relative Temperaturerhöhung⁹ in Abhängigkeit von der Belichtungszeit. Die unterschiedlichen thermischen Eigenschaften der Formenwerkstoffe führen zu stark unterschiedlichen Steigungen im Anfangsbereich.

3.3.1 Effektive Tiefe der Thermoelemente

Wie schon in Kap. 3.2 beschrieben, wurde durch Laserbeschuss (CO₂-Laser, mit der Wellenlänge $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$) das Ansprechverhalten der zu untersuchenden Formenwerkzeuge getestet. Dazu wurde die Temperaturerhöhung pro emittierter Laserleistung in Abhängigkeit der Belichtungszeit mit Hilfe eines Leistungsmessgerätes aufgezeichnet.

Betrachtet man in erster Näherung einen idealen Kontakt zwischen zwei einseitig unendlich ausgedehnten Körpern (Glas und Stempel), so gilt eindimensional, wenn das Glas zum Zeitpunkt $t=0$ die Temperatur T_{Glas} besaß und die Wärme dem Glas entzogen wird ($T_{\text{Glas}} > T_{\text{Stempel}}$), der Zusammenhang zwischen der Temperatur (im Stempel zur Zeit t und in der Tiefe z) und der Wärmestromdichte q [34]:

$$T(z, t) = T_{\text{Glas}} - \frac{1}{\lambda} \cdot \sqrt{\frac{a}{\pi}} \cdot \int_0^t dt' \left(q(t') \cdot \exp\left[-\frac{z^2}{4a(t-t')}\right] \cdot \frac{1}{(t-t')^{3/2}} \right) \quad (2)$$

⁹ Zu Beginn der Belichtung hatten die Formenwerkstoffplatten eine homogene Temperatur von $T_{\text{Start}} = 25^\circ\text{C}$.

wobei a die Temperaturleitzahl und λ die Wärmeleitfähigkeit des Formenwerkstoffs bedeuten. Die Problematik bei der allgemeinen Lösung der Gleichung (2) liegt in der sich ändernden Wärmestromdichte $q(t)$. Eine geschlossene Lösung des Integrals ist so nur selten möglich. Betrachtet man aber nicht den Kontakt Glas/Werkzeug (zeitlich veränderliche Wärmestromdichte) sondern den Spezialfall der konstanten Wärmestromdichte kann das Integral geschlossen gelöst werden. Experimentell wird dies durch den Beschuss mit einem Laser realisiert, mit dem die Stempel für eine Zeitdauer t mit konstanter Leistung bestrahlt werden. Mit zeitlich konstantem q erhält man aus (2) ausgehend von der Starttemperatur eine Temperaturerhöhung des Formenwerkzeug gemäß:

$$\Delta T(z, t) = \frac{2 \cdot q}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{\frac{a \cdot t}{\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{z^2}{4 \cdot a \cdot t}\right) - \frac{z}{2} \cdot \operatorname{erfc}\left(\frac{z}{2 \cdot \sqrt{a \cdot t}}\right) \right) \quad (3)$$

Für die Oberfläche, also für $z = 0$ gilt:

$$\Delta T(0, t) = \frac{2 \cdot q}{\lambda} \cdot \sqrt{\frac{a \cdot t}{\pi}} \quad (4)$$

Für große t geht (3) über in:

$$\Delta T(z, t) = \frac{2 \cdot q}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{\frac{a \cdot t}{\pi}} - \frac{z}{2} \right) \quad (5)$$

Die Formeln (4) und (5) ergeben, wenn sie gegen \sqrt{t} aufgetragen werden, Geraden mit gleicher Steigung, wobei (4) den Nullpunkt schneidet, während (5) um den Betrag

$$\sqrt{t_0} = \sqrt{\frac{\pi}{a}} \cdot \frac{z}{2} \quad (6)$$

auf der Abszisse verschoben ist. Ein Thermoelement in der Tiefe $z = z_{\text{eff}}$ „sieht“ einen Temperaturverlauf nach (5). Zur Bestimmung von z_{eff} trägt man die Messkurve über \sqrt{t} auf [33]. Der Schnittpunkt des linearen Bereichs liefert nach (6):

$$z_{\text{eff}} = \frac{2\sqrt{a}}{\sqrt{\pi}} \cdot \sqrt{t_0} \quad (7)$$

Eine typische Auswertung zur Bestimmung der effektiven Tiefe ist in Abb. 3.17 am Beispiel Stellite 12 gezeigt. Die Temperaturleitfähigkeit, sowie die gefitteten Werte für $\sqrt{t_0}$ sind in Tab. 1 aufgelistet.

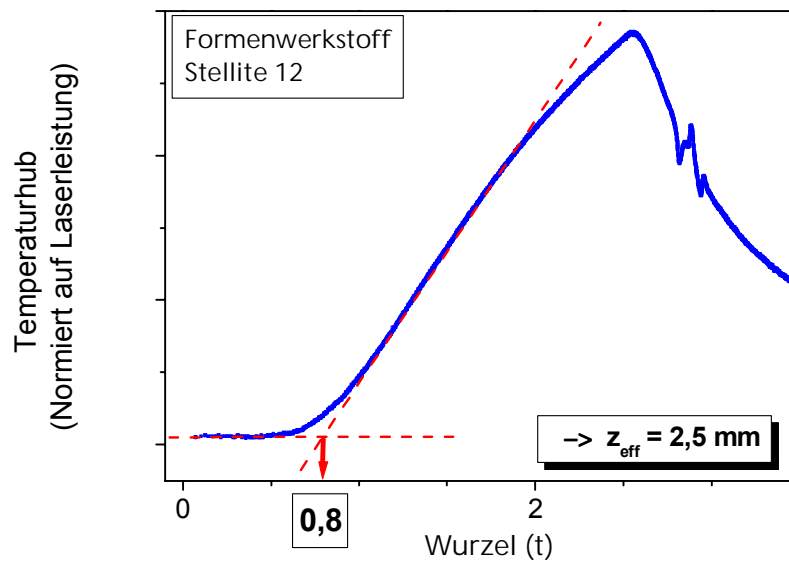


Abb. 3.17: Experimentelle Messkurve und Fit zur Bestimmung der effektiven Tiefe am Beispiel Stellite 12. Die Temperaturleitfähigkeit (bei 20°C) von Stellite beträgt: $a = 2,9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$.

Werkstoff	Wurzel t_0 (aus Fit)	Temperaturleitfähigkeit	Effektive Tiefe z_{eff}
Stellite 12	0,80	$2,9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$	2,50 mm
Gusseisen GGG40	0,72	$7,7 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$	2,35 mm
Bronze NiBz 15	0,49	$2,2 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$	2,55 mm

Tab. 1: Ergebnisse der Versuche zur Bestimmung der effektiven Tiefen an einigen typischen Werkstoffen. Die verwendeten Werte der Temperaturleitfähigkeiten a beziehen sich auf 20 °C.

Die Auswertung der Versuche an typischen Formenwerkstoffproben ergab:
 $z_{\text{eff}} = z_{\text{gebohrt}} \pm 0,15 \text{ mm}$. Somit ist der Beweis der Funktionstüchtigkeit erbracht und auch die gute thermischen Anbindung gezeigt.

3.4 Messdatenerfassung

Eine Aufzeichnung eines typischen Prüfexperiments (Abb. 3.18) umfasst inklusive Vor- und Nachlauf die gesamten relevanten Daten. Hierbei handelt es sich um die Temperaturen in den Stempeln ($T_{2,s}$), die Temperatur am Tropfring (T_{TR}), die Presskraft, das Schnittereignis und insbesondere den Ablösezeitpunkt.

Da sich die Messsignale zeitlich nur relativ langsam ändern, können sie mit einem Mehrkanal-Linienschreiber hinreichend gut verfolgt und dokumentiert werden. Testmessungen mit diversen digitalen Messwerterfassungssystemen zeigten keinerlei Unterschied. Lediglich zur Erfassung zeitlich hochaufgelöster Signale wurde ein digitales Mehrkanal-Speicheroszilloskop¹⁰ verwendet.

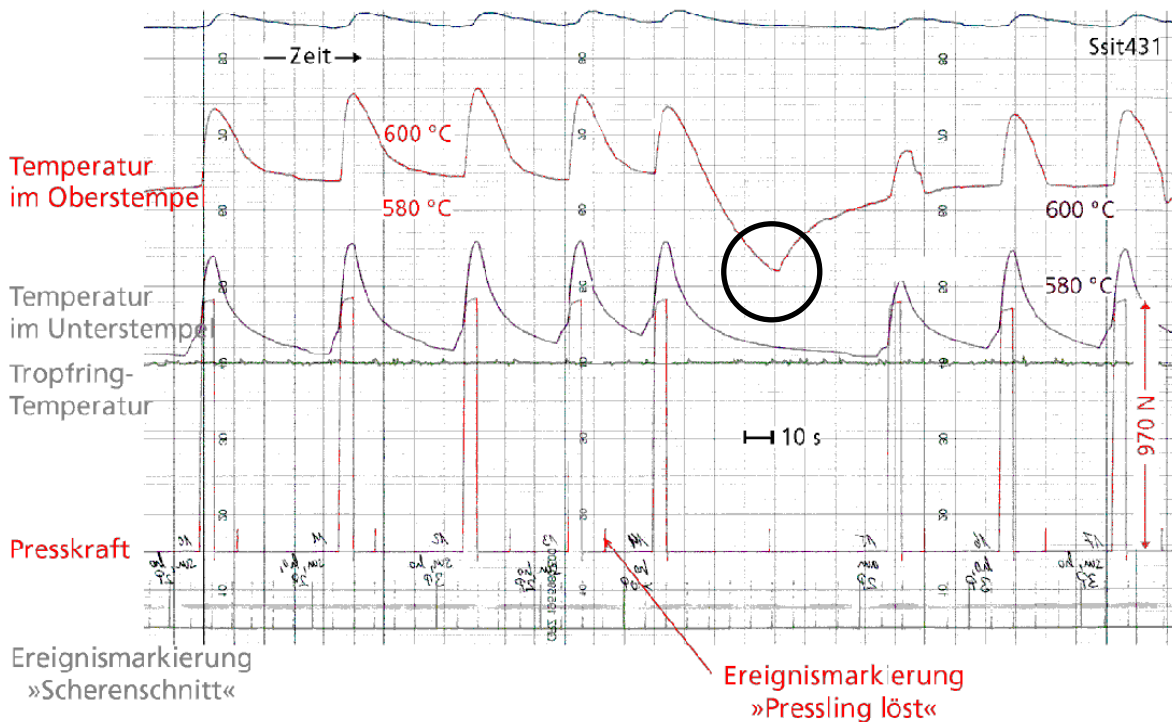


Abb. 3.18: Ausschnitt aus den erfassten Daten während eines Presseexperiments. Die erreichte Konstanz der Presskräfte und der Wärmeeinträge (bzw. der Temperaturerhöhungen) wurde durch eine Vielzahl von Umbaumaßnahmen erheblich gesteigert. Eingezeichnet gekennzeichnet ist der Temperaturverlauf bei längerer Haftung d.h. bei längerer Abkühlung mittels Pressluftkühlung.

¹⁰ Nicolet 4094

4 KLEBEVERHALTEN VON UNBESCHICHTETEN FORMENWERKSTOFFEN

Ein Schwerpunkt dieser Dissertation waren Untersuchungen zum Klebeverhalten von unterschiedlichen, unbeschichteten und beschichteten Formenwerkstoffen im Kontakt mit hochviskosen Glasschmelzen verschiedener Glasarten unter praxisähnlichen Beanspruchungsbedingungen. Im nachfolgenden Kapitel sind die Ergebnisse der Messungen an unbeschichteten Formenwerkzeugen dargestellt.

4.1 Reproduzierbarkeit

Um Haftdauermessungen an verschiedenen Formenwerkstoffen sinnvoll vergleichen zu können, muss die Reproduzierbarkeit der Pressungen über viele Versuchsreihen hinweg gewährleistet sein. Um dies zu erreichen, wurden zahlreiche Vorversuche und Optimierungen durchgeführt. Nach Umsetzen dieser Optimierungsmaßnahmen war es möglich, die Presskräfte und somit auch die Wärmeeinträge in den Stempel gegenüber früheren Messungen wesentlich konstanter zu halten. Dies wirkt sich ebenfalls positiv auf die Aussagegeschärfe der Experimente aus, da man nun in der Lage ist, exzentrisch verpresste Tropfen, aber auch anderweitig nicht reproduzierbare Messwerte, wie z.B. Pressungen nach überlangen Transferzeiten, die die Auswertung verfälschen würden, zu identifizieren und zu selektieren.

Abb. 4.1 zeigt die Ergebnisse verschiedener Messreihen an der selben Werkstoffprobe. Durch die Ergebnisse dieser Messungen, nämlich die gute Übereinstimmung der verschiedenen Messungen am selben Werkstoff ist die geforderte Reproduzierbarkeit erreicht, und man kann sich im Folgenden oftmals darauf beschränken, relevante Temperaturintervalle in einer oder nur in einigen wenigen Messreihen zu vermessen. Im Folgenden werden solche Messungen als „Sweep-Messungen“ bezeichnet. Im Gegensatz zu den „normalen“ Messungen, bei denen die Formtemperatur während einer Pressserie annähernd konstant gehalten wird, wird in diesem Fall während einer Pressserie die Temperatur der Stempel monoton erhöht (Abb. 4.2). Man erhält so sehr schnell Informationen zum Kleben bzw. einen Gesamtüberblick über das Klebeverhalten eines Formenwerkstoffs, was eine enorme Zeit- und Kosteneinsparung darstellt.

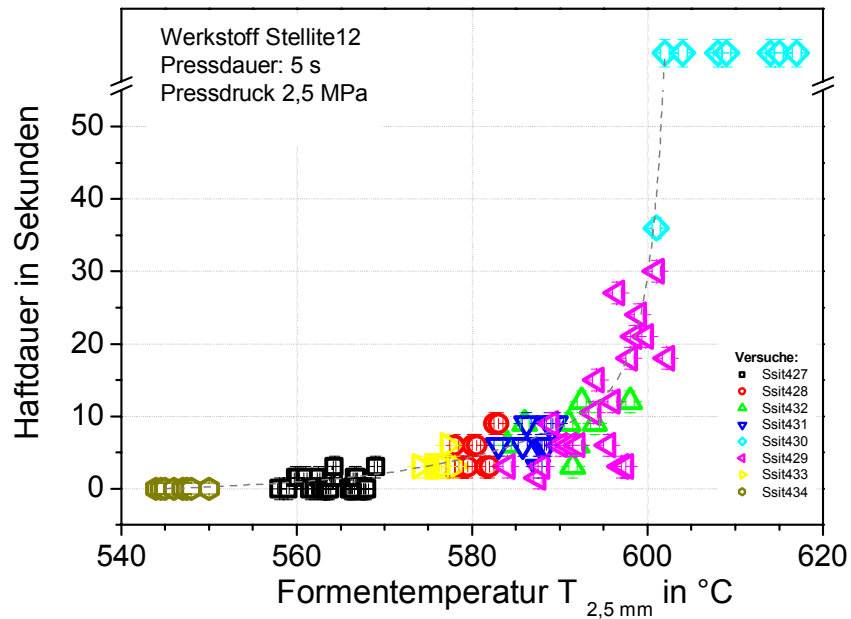


Abb. 4.1 Verschiedene Haftdauermessungen über mehrere Versuche hinweg mit dem Formenwerkstoff Stellite12 in Kontakt mit B270. Unterschiedliche Symbole stehen für verschiedene Messreihen, also für verschiedene Tiegelfüllungen. Mit eingezeichnet ist eine Hilfslinie als „guide-to-the-eye“.

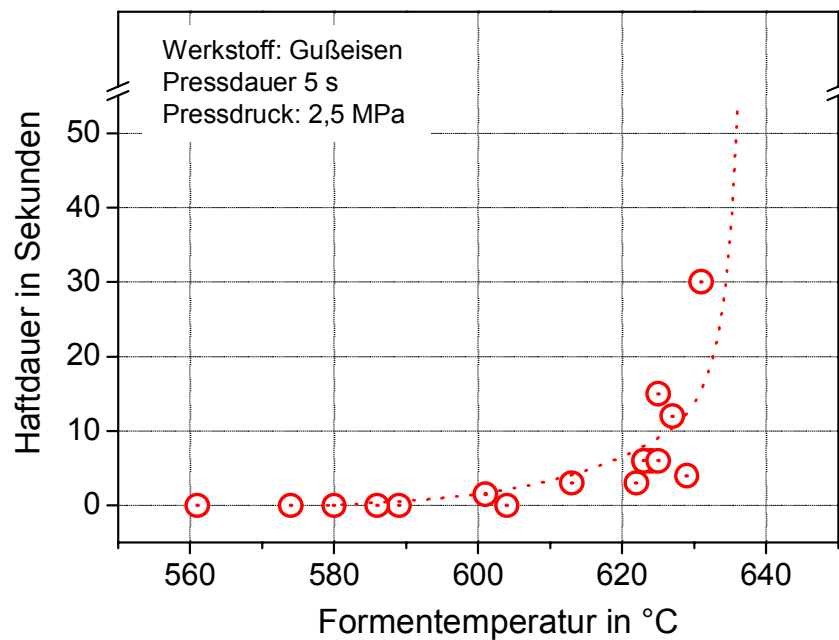


Abb. 4.2: Sweep-Messung am Werkstoff Gusseisen. Die dargestellten Messpunkte entstammen allesamt einer Messreihe.

4.2 Definition der unteren und oberen Klebetemperatur

Ein typisches Ergebnis einer Haftdauermessung ist in Abb. 4.3 gezeigt. Die Kurve kann durch 2 Kenngrößen beschrieben werden: die „untere“ und die „obere“ Klebetemperatur. Bei sehr niedrigen Formtemperaturen bewegt man sich in einem Temperaturbereich in dem das Glas mit an Sicherheit grenzender Wahrscheinlichkeit nicht anklebt ($T < 540\text{ °C}$). Erhöht man die Formtemperatur so erhält man erste Presslinge, die an der Formoberfläche anhaften ($T > 560\text{ °C}$). Die Haftdauer bis zum Lösen der Glaspresslinge in diesem Bereich liegt in der Größenordnung einiger Sekunden. Ein relativ unproblematisches Lösen ist noch möglich. Gerade aber für die hohlglasproduzierende Industrie ist dieser Bereich von besonderer Bedeutung. Bei der industriellen Herstellung von Flaschen muss höchstes Augenmerk darauf gelegt werden, dass es unter keinen Umständen zum Ankleben vom Glas an den Formenwerkstoffen kommt, da sonst der gesamte Fertigungsprozess zum Erliegen kommen würde. Aus diesem Grund wurde die „untere“ Klebetemperatur als Temperatur definiert, bei der das erste Anhaften einzusetzen beginnt. Erhöht man die Formtemperatur weiter, so nimmt die Haftdauer zu, bis man schließlich in einen Temperaturbereich gelangt, oberhalb dessen es nicht mehr möglich ist, Glas und Formenwerkzeug schädigungsfrei voneinander zu trennen. Bei weiterer Erhöhung der Formtemperatur ist oftmals selbst ein schädigendes Trennen nur bedingt möglich, d.h. es bleiben entweder Glasreste auf der Form kleben, oder aber Teile des Formenwerkstoffs bzw. der Beschichtungen werden auf den Glaspressling transferiert.

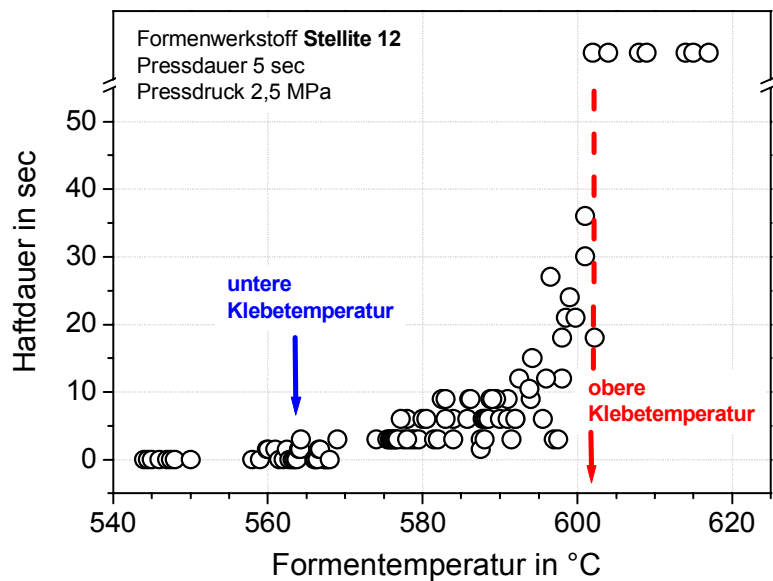


Abb. 4.3: Gemessene typische Haftdauerkurve hier am Beispiel Stellite12. Mit eingezeichnet sind die jeweilige untere und obere Klebetemperatur.

Möchte man spezielle feinstrukturierte Bauteile fertigen, wie z.B. mikrooptische Komponenten oder Komponenten für die Telekommunikationstechnik, muss man eine gewisse Viskosität der Glasschmelze erreichen, um die Strukturen ausformen zu können. Oftmals liegen die zugehörigen Formentemperaturen schon weit oberhalb der „unteren“ Klebetemperatur. Wichtiger Punkt in diesem Fall ist, bis zu welcher Formentemperatur man das Glas noch vom Formenwerkstoff separieren kann. Die in Abb. 4.3 eingezeichnete „obere“ Klebetemperatur (vgl. auch Abb. 4.5) ist die Formentemperatur, bei der die Haftdauer und damit auch die Haftkraft „sprungartig“ zunimmt (senkrechte Asymptote, $T = 602\text{ °C}$) und bis zu welcher ein Entformen üblicherweise zu erreichen ist, also die Temperatur, bis zu der die Formenwerkstoffe maximal geheizt werden sollten. Mit diesen beiden hier definierten Temperaturen kann jeder Formenwerkstoff eindeutig bezüglich seines Klebeverhaltens charakterisiert werden.

Einen detaillierteren Blick in den Bereich der unteren Klebetemperatur zeigt Abb. 4.4. Man kann deutlich erkennen, dass es statistische Schwankungen im Bereich des ersten Anhaftens gibt. Während einige Presslinge schon bei niedrigen Formenwerkzeugtemperaturen anhaften, gibt es Presslinge, die bei hohen Formenwerkzeugtemperaturen immer noch keine Haftung zeigen. Dies führt zu folgender Definition der „unteren“ Klebetemperatur:

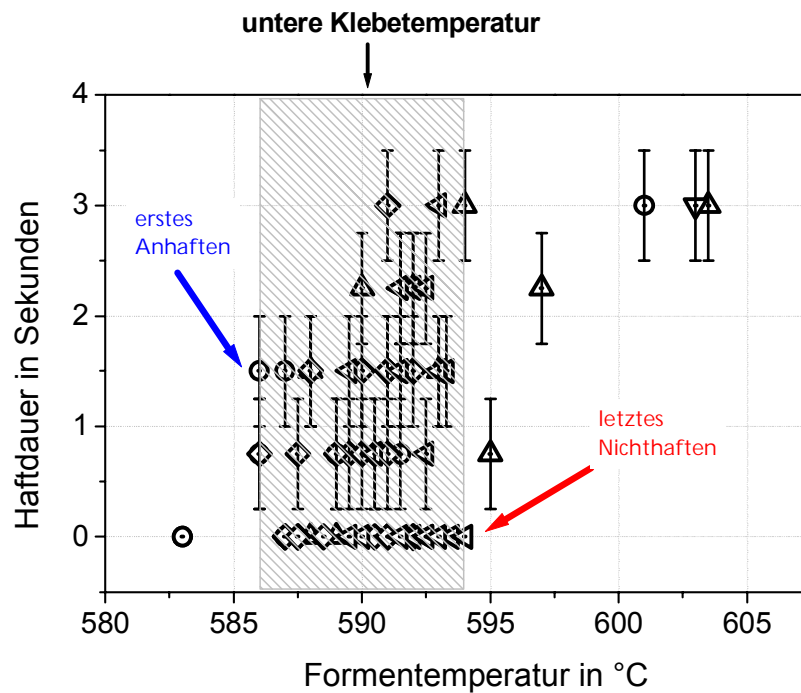


Abb. 4.4: Vergrößerter Ausschnitt einer typischen Haftdauerkurve im Bereich des ersten Anhaftens.

Die untere Klebetemperatur wird definiert als der Mittelwert des Intervalls, das wie folgt begrenzt ist: Die untere Grenze des Intervalls bildet die Formtemperatur, bei der der erste Glaspressling an der Formenoberfläche anhaftet (aufwärts zeigender Pfeil in Abb. 4.4). Die obere Grenze wird gebildet durch die Formtemperatur bei der der letzte Glaspressling gerade noch nicht anhaftet (abwärts zeigender Pfeil in Abb. 4.4). Die Definition der „oberen“ Klebetemperatur erfolgt in ähnlicher Weise. Der Unterschied besteht nur darin, dass das Intervall anstelle Haften/Nichthaften, durch starkes Haften ($t > 60$ s) / nicht starkes Haften ($t < 60$ s) begrenzt ist (vgl. Abb. 4.5).

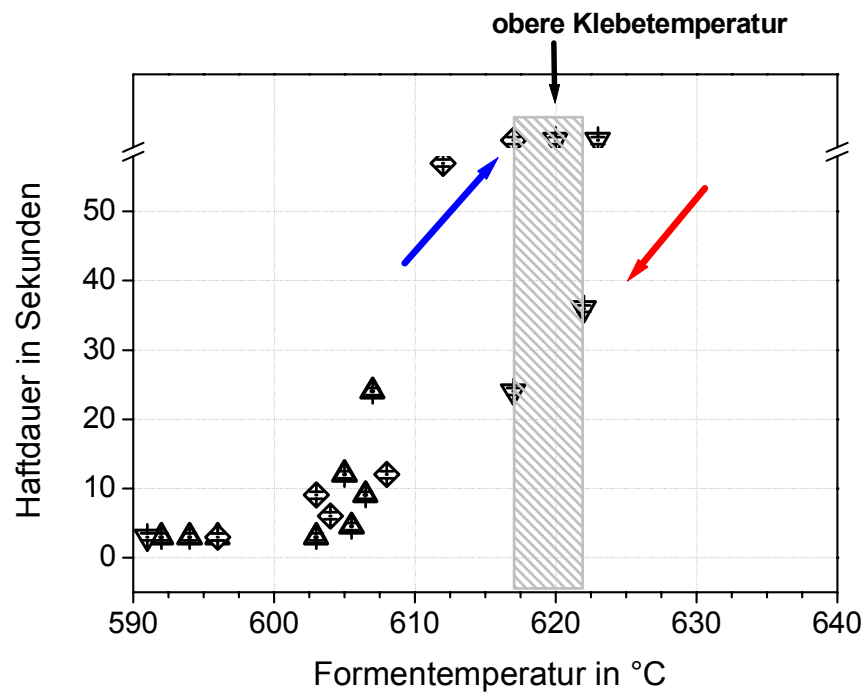


Abb. 4.5: Ausschnitt einer typischen Haftdauerkurve im Bereich der starken Haftung.

4.3 Messergebnisse

Für eine große Anzahl verschiedener Metalle, Legierungen und Keramiken wurde das Klebeverhalten für den Kontakt mit drei verschiedenen Glasarten ermittelt. In Kapitel 0 sind die genauen Bezeichnungen der verwendeten Formenwerkzeuge angegeben. Die Pressparameter (siehe Kap. 3.2) wurden, um einen quantitativen Vergleich zu ermöglichen, in den im Folgenden präsentierten Ergebnissen konstant gehalten, des Weiteren wurden die Oberflächen der Formenwerkzeuge auf Hochglanz ($R_a \approx 0,03 \mu\text{m}$) poliert. Dies ist wichtig, um keine Unterschiede im Kleben durch verschiedene Oberflächenrauheiten zu erzielen, wie sie in früheren Arbeiten z.B. [4] teilweise festgestellt wurden. Ziel der Untersuchungen war es, das Klebeverhalten verschiedener Formenwerkstoffe mit stark unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung im Kontakt mit Glasarten mit unterschiedlichen Viskositäts-Temperatur-Abhängigkeiten zu ermitteln.

4.3.1 Formenwerkstoffe in Kontakt mit Kalk-Natron-Silicatglas B270

Die meisten industriell gefertigten Gläser sind Silicatgläser. Durch Alkali-Zusatz kann die Schmelztemperatur im Vergleich zu Kieselglas abgesenkt und die gewünschten Eigenschaften der Gebrauchsgläser eingestellt werden. Typischerweise besteht ein Kalk-Natron-Silicatglas aus ca. 75% Sand (SiO_2), 12% Soda (Natriumoxid) und 12% Kalk (Calciumoxid). Mit einem solchen Silicatglas, nämlich mit B270 [35], wurde die Entwicklung der Prüfprozedur betrieben und auch die ersten Haftdauermessungen durchgeführt. Abb. 4.6 zeigt die gemessenen Haftdauerkurven für drei in der Glasindustrie häufig verwendete Formenwerkstoffe ($T_{\text{Glas, initial}} = 860 \text{ }^\circ\text{C}$)¹¹. Der qualitativ ähnliche Verlauf der Haftdauerkurven ist ebenso deutlich zu erkennen, wie auch die Unterschiede der verschiedenen Kurven in ihren Positionen bezüglich der Temperaturachse. In Tab. 2 sind die gemessenen Klebetemperaturen der verschiedenen Formenwerkstoffe in Kontakt mit B270 aufgelistet. Jeder angegebene Wert der Klebetemperatur setzt sich, wie vorab beschrieben, aus zahlreichen Einzelmessungen zusammen. Die Unsicherheit in der Bestimmung der Werte wird in Kap. 9 gesondert diskutiert.

Frühere Untersuchungen an Formenwerkstoffen aus Bornitrid und Formenwerkstoffen mit einer Bornitridbeschichtung (Kap. 2) zeigten klar einen deutlichen Abtrag des Bornitrids bzw. der Beschichtung im Kontakt mit heißem Glas. Auf der Oberfläche der gepressten Gläser konnten mikroskopisch und makroskopisch deutlich Partikel aus Bornitrid nachgewiesen werden. Das Bornitrid wirkt in diesem Fall also wie ein Trennmittel, das im

¹¹ bzgl. der Glasanfangstemperatur sei hier auf das folgende Kapitel (5.1.3) verwiesen.

Laufe der Versuche abgetragen wird. Eine Klebetemperaturbestimmung im o.g. Sinne ist somit nicht sinnvoll¹².

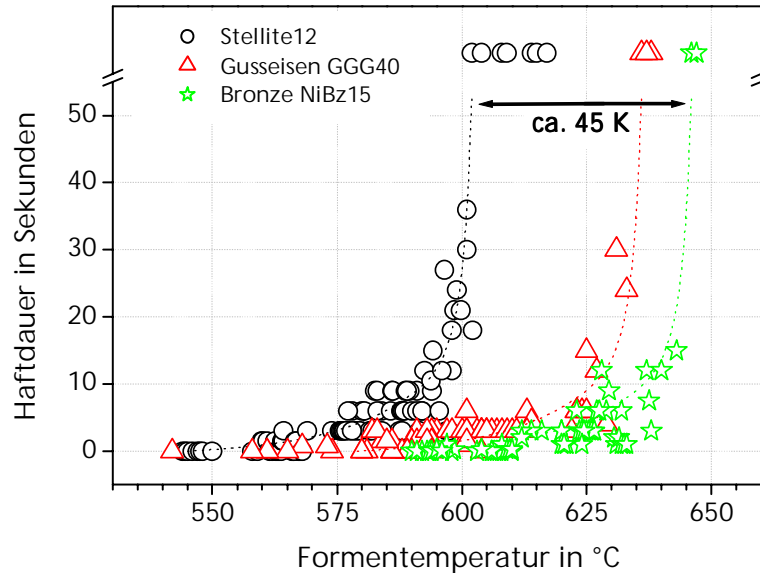


Abb. 4.6: Vergleich zwischen den Werkstoffen Stellite12, Gusseisen (GGG40) und Bronze NiBz15 im Kontakt mit B270.

Formenwerkstoff	Untere Klebetemperatur in °C	Obere Klebetemperatur in °C
Stellite 12	564	602
Gusseisen GGG40	580,5	636,5
Bronze NiBz 15	603,5	647
Stahl RGM17	574	625
Borierter Stahl	571,5	619,5
AlN	593	635,5
RSiC	584,5	609

¹² Bei Einsatz eines Trennmittels (im industriellen Fall oftmals ölhaltige Mittel) wird bei der beschriebenen Enthaltungsprozedur nicht die Haftung des Glases am Werkstoff, sondern die des Trennmittels am Grundwerkstoff gemessen.

Tab. 2: Ergebnisse der Klebetemperaturbestimmung von verschiedenen Formenwerkstoffen im Kontakt mit B270.

4.3.2 Formenwerkstoffe in Kontakt mit Bleikristallglas W3

Wird in einem Kalk-Natron-Silicatglas in größerem Umfang Calcium im Gemenge durch Bleioxid ersetzt, so erhält man den Glastyp Bleikristallglas. Mit teilweise den gleichen sowie auch zusätzlich anderen Werkstoffen wie in den Kap. 4.3.1 wurden Klebekurven für den Kontakt mit dem Bleikristallglas W3 [36] aufgenommen. Abb. 4.7 zeigt eine typische Messkurve; in Tab. 3 finden sich die gemessenen Klebetemperaturen wieder ($T_{\text{Glas, initial}} = 840 \text{ }^\circ\text{C}$).

Formenwerkstoff	Untere Klebetemperatur in $^\circ\text{C}$	Obere Klebetemperatur in $^\circ\text{C}$
Bronze NiBz 15	505	543
Stahl RGM17	505	533
ST 0020m	496	520
AlN	508	538
Quarzglas	260	268

Tab. 3: Ergebnisse der Klebetemperaturbestimmung von verschiedenen Formenwerkstoffen in Kontakt mit Bleikristallglas W3.

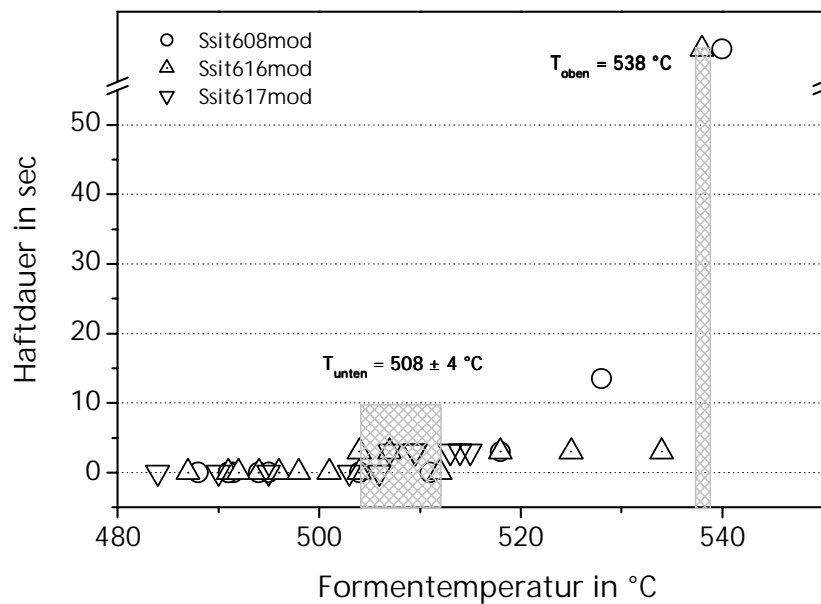


Abb. 4.7: Ergebnis einer Haftdauermessung an dem Formenwerkstoff AlN in Kontakt mit Bleikristallglas W3.

4.3.3 Formenwerkstoffe in Kontakt mit Borosilicatglas Boro 4.2

Viele wichtige technische Behälter werden aus Borosilicatgläser gefertigt, da diese sich durch geringe thermische Ausdehnung und gute chemische Resistenz auszeichnen. Als Beispiel für einen typischen Behälter aus Borosilicatglas sei hier das Reagenzglas genannt. Aufgrund der großen Bedeutung des Borosilicatglases sowie auch der relativ schwierigen Formgebung (bedingt durch die verhältnismäßig hohe Transformationstemperatur) wurde entschieden, zusätzlich Klebe- und Verschleißmessungen von Formenwerkstoffen in Kontakt mit dem Borosilicatglas Boro 4.2 [37] durchzuführen. Eine Messkurve und die gemessenen Klebetemperaturen verschiedener Formenwerkstoffe sind in Abb. 4.8 und Tab. 4 dargestellt ($T_{\text{Glas, initial}} = 1040 \text{ °C}$).

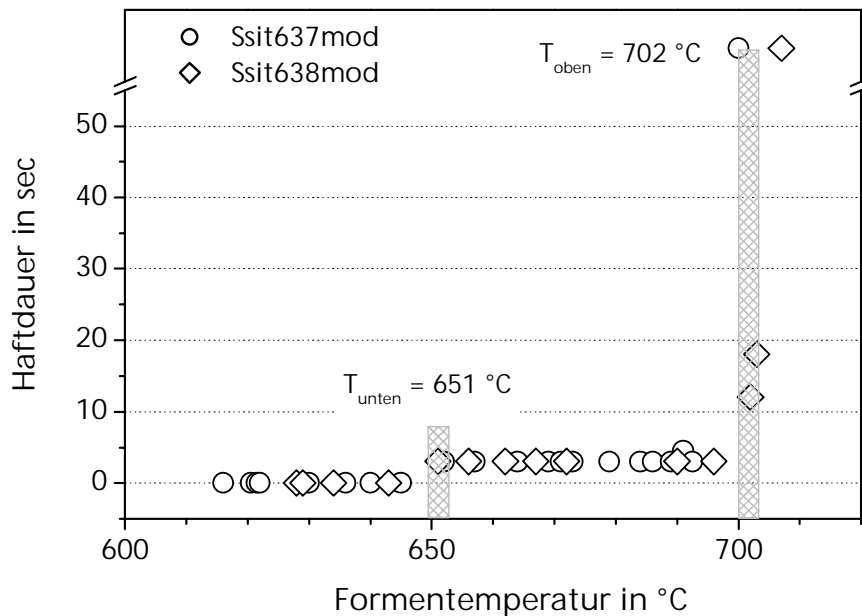


Abb. 4.8: Haftdauerkurve für den Werkstoff Bronze NiBz 15 in Kontakt mit Boro 4.2.

Formenwerkstoff	Untere Klebetemperatur in °C	Obere Klebetemperatur in °C
Stellite 12	625	Messung war nicht möglich ¹³
Bronze NiBz 15	651	702
Stahl RGM17	636	Messung war nicht möglich
ST 0020m	633	Messung war nicht möglich
AlN	650	685
Quarzglas	412	505

Tab. 4: Ergebnisse der Klebetemperaturbestimmung von verschiedenen Formenwerkstoffen mit Boro 4.2.

¹³ Mit der aufgebauten Prüfapparatur war es nicht immer möglich, die Formen auf genügend hohe Temperaturen zu heizen, um das obere Kleben beobachten zu können. Technisch bedingt ist ein Heizen der Formenwerkstoffproben auf eine maximale Temperatur (in der Form) von $T > 720$ °C beschränkt.

4.3.4 Parametervariation

Im Rahmen dieser Dissertation wurden ebenfalls Untersuchungen zum Einfluss der Abformparameter, in diesem Fall Presskraft und Pressdauer, durchgeführt. Sämtliche Untersuchungen dieser Art wurden mit dem Glas B270 und mit dem Formenwerkstoff AlN durchgeführt. Der Vorteil der AlN Keramik besteht in der sehr verschleißunempfindlichen Oberfläche im Vergleich zu konventionellen Formenwerkstoffen wie z.B. Stahl oder Guss-eisen. Selbst nach einer großen Anzahl von Pressungen hat sich die Oberfläche der Keramik kaum verändert. Dies ist insofern von Bedeutung, da die Ergebnisse der Haftdauer-messungen nur dann direkt vergleichbar sind, wenn sich auch nach längerer Einsatzdauer die Oberfläche des Formenwerkstoffs nicht wesentlich verändert hat. Neue und auch ältere Messungen geben Anlass zur Vermutung, dass die Struktur der Oberfläche einen signifikanten Einfluss auf das Klebeverhalten zwischen Formenwerkstoff und heißem Glas hat. Dies könnte direkt damit zusammenhängen, dass der Wärmeübergangskoeffizient (Glas/Werkstoff) eine deutliche Abhängigkeit von der Oberflächenstruktur des Formenwerkstoffes zeigt. Dies wird von Costa [4] explizit gezeigt. Sehr ähnliche Feststellungen wurden von verschiedenen Autoren früher schon beschrieben [38-40], jedoch nicht beim Kontakt zwischen Glas, sondern zwischen Polymeren und Formenwerkstoffen

Abb. 4.9 zeigt die gemessenen Haftdauerkurven einer Formenwerkstoffprobe aus AlN-Sinterkeramik bei Anwendung von zwei verschiedenen Presskräften. Im Bereich der unteren Klebetemperatur ist kein wesentlicher Unterschied erkennbar. Im oberen Temperaturbereich kann man erkennen, dass sich die obere Klebetemperatur mit höherer Presskraft und damit folgend mit höherem Pressdruck zu tieferen Temperaturen hin verschiebt.

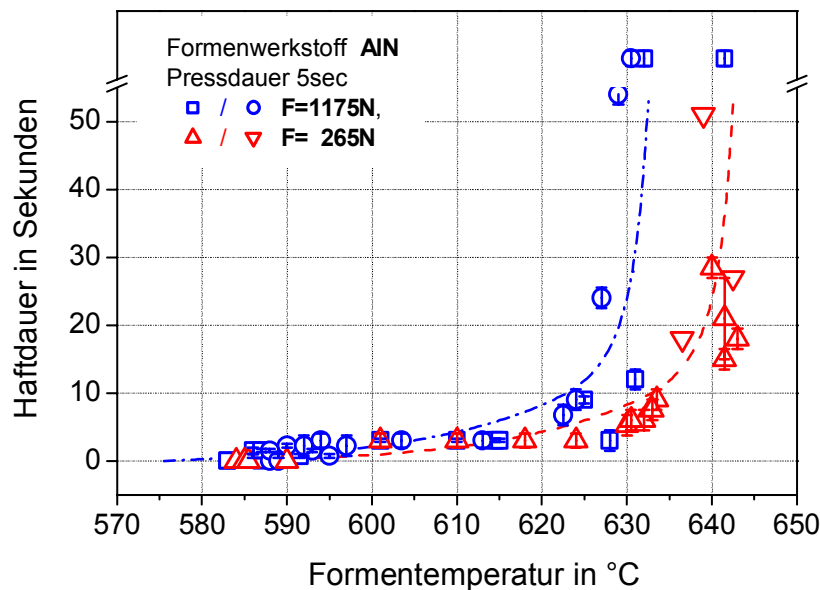


Abb. 4.9: Haftdauerkurve des Formenwerkstoffs AlN aufgenommen mit verschiedenen Pressdrücken bei konstanter Pressdauer von 5 sec.

Dieser Effekt, dass die untere Klebetemperatur gemessen an unstrukturierten Oberflächen nur sehr schwach auf Pressdruckvariationen reagiert, während sich die obere Klebetemperatur mit zunehmendem Pressdruck deutlich zu tieferen Temperaturen verschiebt, wurde bei allen getesteten Werkstoffen festgestellt. Dargestellt ist dies in Abb. 4.10. Ebenfalls mit dargestellt ist die Klebeneigung eines Formenwerkstoffes mit einer rauerer Oberfläche. Auch hier wird die untere Klebetemperatur nur leicht beeinflusst, die Abhängigkeit der oberen Klebetemperatur von den Anpressbedingungen ist jedoch wesentlich ausgeprägter als bei unstrukturierten Oberflächen.

Wie in Kap. 3.2 beschrieben, ist die Haftdauer als Zeitintervall zwischen Öffnen der Presse und Lösen des Presslings definiert. Für den Vergleich verschiedener Presszeiten hat es sich als zweckmäßig erwiesen, die im Vergleich kleinste Pressdauer als Referenz zu benutzen. Dies bedeutet, dass der Nullpunkt der Haftung unter Umständen verschoben werden muss. Möchte man zum Beispiel die Ergebnisse von Messungen mit Pressdauer 1 Sekunde mit Messungen der Pressdauer 5 Sekunden vergleichen, so definiert man den Zeitpunkt ab dem die Haftdauer gemessen wird als den Zeitpunkt des Öffnens nach der kürzesten Pressdauer. Diese Maßnahme führt zwar zu einer Unsicherheit der Haftdauer der Messung mit der größeren Pressdauer und zwar in der Größenordnung der Differenz der Pressdauern (in diesem Fall: 4 s), ein Vergleich der Klebetemperaturen bei verschiedenen Pressdauern erscheint jedoch ansonsten nicht sinnvoll. Im Rahmen der Messungengenauigkeit sind keine Unterschiede in der unteren Klebetemperatur zu erkennen. Die obere Klebetemperatur verschiebt sich mit zunehmender Pressdauer zu niedrigeren Temperaturen hin (Abb. 4.11).

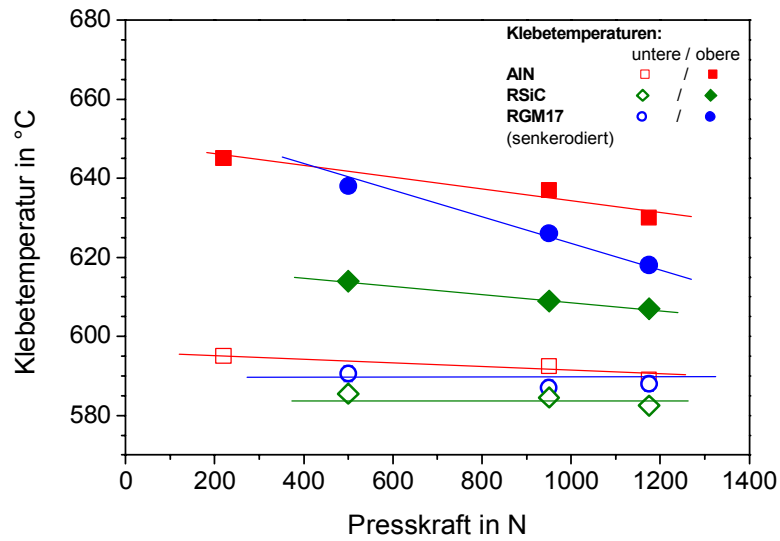


Abb. 4.10: Abhängigkeit der Klebetemperaturen von der Presskraft für die Werkstoffe AlN, RSiC und RGM 17 (strukturierte Oberfläche).

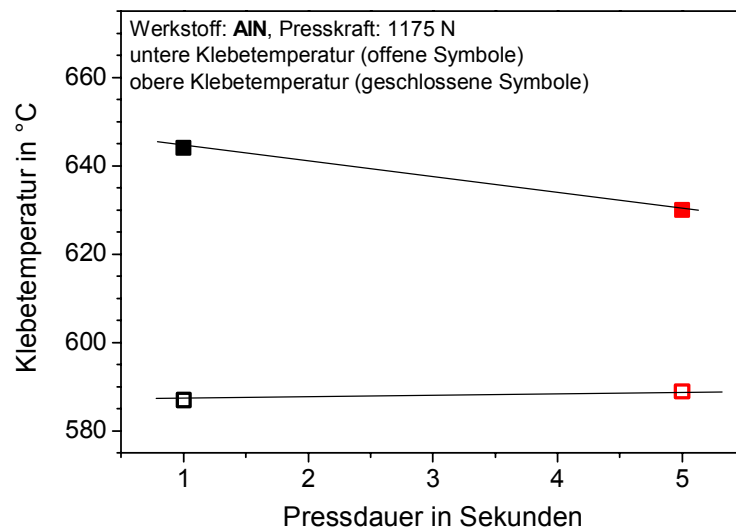


Abb. 4.11: Abhängigkeit der Klebetemperaturen von der Pressdauer am Beispiel AlN.

5 ANALYSE DER THERMISCHEN VERHÄLTNISSE IM VERSUCH

5.1 Die Temperatur des Glastropfens

Da die Temperatur des zu verpressenden Glastropfens einen wichtigen Einfluss auf den Formgebungsprozess nimmt, wird im nachfolgenden Kapitel eine Abschätzung sowie eine Messung der Glastemperatur vorgestellt.

5.1.1 Einfluss der Tropfentemperatur auf die Versuche

Im Vergleich mit sehr warmen Glasschmelzen, die sehr dünnflüssig sind, sind Glasschmelzen, die sich auf vergleichsweise niedrigen Temperaturen befinden, mechanisch relativ einfach zu handhaben. Andererseits beschädigen zu kalte Glaspfropfen die Oberfläche der Formenwerkstoffe nachhaltig. Hauptsächlich die Schnittmarken, also die Teile des Tropfens, die beim Abtrennen vom Strang mit den kalten Scherenmessern in Kontakt waren und dadurch besonders kalt sind, können die Oberfläche der Formenwerkstoffe stark schädigen. Dies ist deutlich zu sehen in Abb. 5.1.

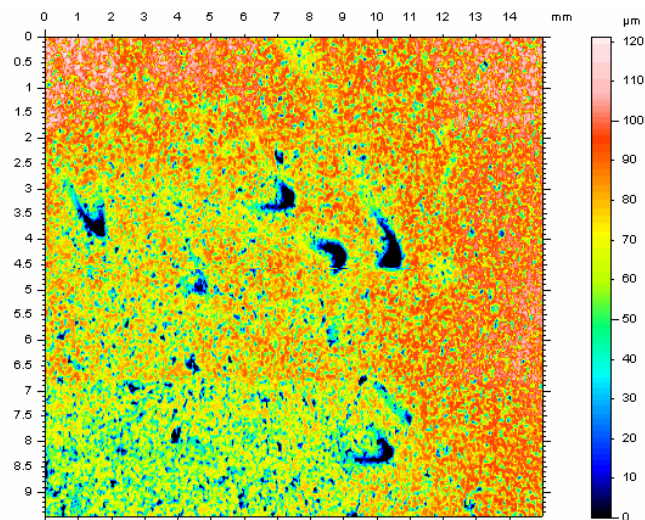


Abb. 5.1: Oberflächentopographie einer Formenwerkstoffprobe nach dem Verpressen von zu kaltem Glas.

Die halbmondförmigen Eindrücke stammen von zu kalten Schnittmarken. Um reproduzierbare Versuche durchführen zu können, wurden deshalb vor allen Messreihen mit neuen Gläsern zahlreiche Versuche zur Optimierung der Glastemperatur durchgeführt, deren Ziel es war, einen Mittelweg zwischen Beschädigung der Formenoberfläche und guter Handhabbarkeit zu finden.

Neben der Sicherstellung einer über viele Messreihen konstanten Glastemperatur ist jedoch auch die genaue Kenntnis der Glastemperatur von Bedeutung. Von großem Interesse ist nicht nur die Glastemperatur im Tiegel, sondern noch mehr die Glastemperatur instantan vor dem Verpressen des Glastropfens, in der industriellen Glasherstellung, ebenso wie hier in den durchgeführten wissenschaftlichen Untersuchungen. Der Glastemperatur kann direkt eine Viskosität zugeordnet werden [41]. Üblicherweise wird die Viskosität (η) in der SI-Einheit Pascal-Sekunde (Pas) gemessen. Zur Angleichung an Werte in früheren Messungen ist es aber oftmals zweckmäßig die Einheit dPas = 0,1 Pas (=Poise, P) zu verwenden.

Die Viskosität ist eine die Glasformgebung dominierende Eigenschaft. Charakteristisch für Glas ist, dass der Übergang vom viskosen ($< 10^4$ dPas) über den plastischen (10^4 - 10^8 dPas) und den viskoelastischen (10^8 - 10^{13} dPas) bis hin zum spröden ($> 10^{13}$ dPas) Zustand stetig verläuft. Bei Zimmertemperatur ist η im Bereich 10^{19} dPas sehr hoch, es liegt ein spröder Körper vor. Erhöht man die Temperatur nimmt η mehr und mehr ab und das Glas wird verformbar. Verschiedene Gläser haben durch ihre verschiedenen chemischen Zusammensetzungen verschiedene η -T-Verläufe. Manche Gläser weisen sehr steile Kurven auf. Kleine Temperaturänderungen führen in diesem Fall schon zu großen Änderungen der Viskosität. Dies bedeutet, dass bei Abkühlung der Gläser der Bereich, in dem eine Verformung möglich ist, schnell durchlaufen wird; man hat nur eine kurze Zeitspanne um die Verformung durchzuführen. Daher auch der Name: „kurze“ Gläser. Gläser mit flachen η -T-Verläufen werden analog als „lange“ Gläser bezeichnet. Bei nahezu allen Gläsern befindet sich der Wendepunkt der η -T-Kurve im Viskositätsbereich von $\eta=10^{13}$ dPas. Die zugehörige Temperatur wird in Anlehnung an [42] als Transformationstemperatur T_g bezeichnet. Viskositätskurven kann man recht gut durch die so genannte Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung kurz VFT-Gleichung beschreiben [43-45]:

$$\log \eta(T) = A + \frac{B}{T - T_0} \quad (8)$$

A, B und T_0 sind die sog. VFT-Koeffizienten die durch Anfitzen der Bestimmung von Viskositätsmesswerten berechnet werden [41]. Die VFT-Koeffizienten der 3 in dieser Arbeit verwendeten Glasarten sind in Tab. 5 angegeben. Abb. 5.2 zeigt die zugehörigen η -T-Kurven.

VFT-Koeffizienten	Bleikristallglas W 3	Kalk-Natron-Silicatglas B270	Borosilicatglas Boro 4.2
A	-4,001334	-2,789119	-2,889137
B in °C	6259,714	4496,030	6477,037
T ₀ in °C	79,15893	228,9953	133,8516

Tab. 5: VFT-Koeffizienten der verwendeten Gläser nach [37], [36] und [35] für den Fall, dass η in Pas gemessen wird.

Die Viskosität ist stark abhängig von der chemischen Zusammensetzung der Gläser, auf die sehr komplexen Zusammenhänge soll hier jedoch nicht näher eingegangen werden. Für eine detaillierte Betrachtung sei auf [41] verwiesen. Durch Beimischung verschiedener Bestandteile ändern sich natürlich auch die anderen physikalischen Größen, wie z.B. Dichte, Wärmeausdehnung, Wärmeleitfähigkeit etc. Diese Größen können in den oben genannten Datenblättern der jeweiligen Glashütten nachgeschlagen werden.

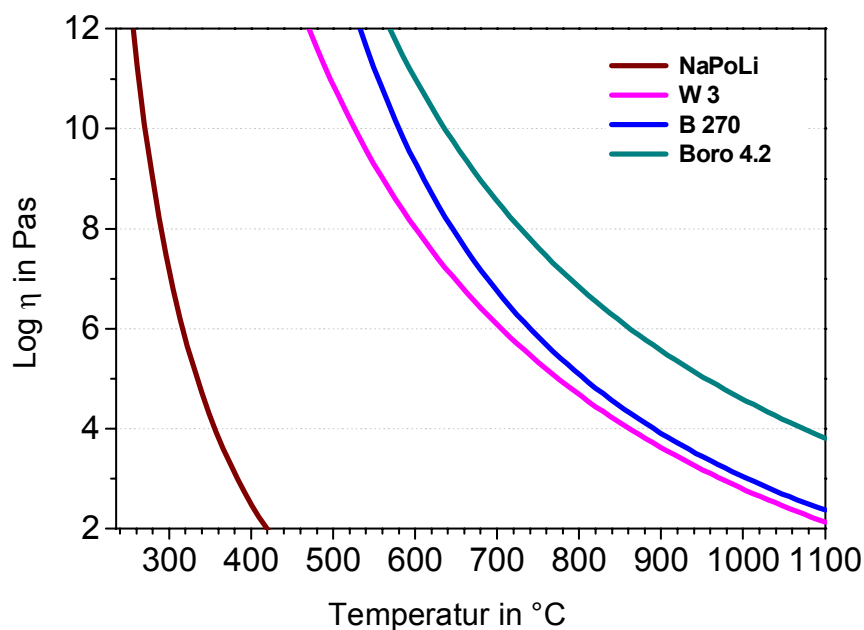


Abb. 5.2: Viskositäts-Temperaturverlauf der verwendeten „langen“ Gläser. Zusätzlich im Diagramm eingezeichnet ist der Verlauf eines „kurzen“ Phosphatglases (NaPoLi) [46].

5.1.2 Mathematische Abschätzung

Bedingt durch den Zeitablauf zwischen Schnitt und dem Transfer des Tropfens in die Pressposition resultieren Wärmeverluste, die zu einer Erniedrigung der ursprünglichen Tropfentemperatur von ca. 990 °C, gemessen am Ausflussloch (Tropfring), führen. Um die Temperatur des Tropfens bei Pressbeginn eingrenzen zu können, werden die Wärmeverluste, die hauptsächlich durch Strahlung verursacht werden, abgeschätzt. Darüber hinaus wird durch Messungen mittels der Methode der Mischkalorimetrie die mittlere Tropfentemperatur bei Pressbeginn experimentell bestimmt (vgl. Kap. 5.1.3).

Für die Abstrahlung gilt das Gesetz von Stefan und Boltzmann. Die Temperatur des Tropfens entwickelt sich gemäß der Wärmebilanzgleichung:

$$V \cdot c \cdot \rho \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = -\sigma \cdot \varepsilon \cdot A \cdot (T^4 - T_2^4) \quad (9)$$

Hier sind A und V die Oberfläche und das Volumen des Glastropfens, c , ρ und ε sind seine spezifische Wärme, seine Dichte und der Emissionsgrad, T_2 ist die Umgebungstemperatur und σ ist die Strahlungskonstante. Gleichung (10) wurde numerisch mit einem Zeitschritt von 0,1 Sekunden über die Zeit integriert¹⁴. Abb. 5.3 zeigt das Ergebnis.

Nach 5 Sekunden, was ungefähr der Transferdauer vom Tropfring bis zur Presse entspricht, hat sich der Tropfen des Kalk-Natron-Silicatglases, ausgehend von $T_0 = 990^\circ\text{C}$ auf ca. 850°C abgekühlt. Eine unter Umständen leicht abweichende reale Temperatur scheint möglich, da es sich bei dieser Abschätzung nur um eine Näherung handelt (reine Strahlungsverluste, keine Konvektion).

Statt der numerischen Integration der Wärmebilanzgleichung ist auch eine analytische Lösung möglich, wenn $T_2 \ll T$ ¹⁵: Durch Integration nach Separation der Variablen erhält man aus Gleichung (9):

$$T/T_0 = \left(1 + \frac{3 \cdot A \cdot \varepsilon \cdot \sigma \cdot T_0^3}{V \cdot c \cdot \rho} t\right)^{\frac{1}{3}} \quad (10)$$

¹⁴ Vereinfachend wurde der Tropfen als zylinderförmiges Objekt betrachtet. Daraus folgt für die Oberfläche: $A = \pi \cdot d^2/2 + \pi \cdot d \cdot h$ und das Volumen $V = \pi \cdot d^2 \cdot h/4$. Die verwendeten Zahlenwerte finden sich in Kap. 0. Es muss darauf geachtet werden, die Temperaturen in der Einheit Kelvin zu verwenden.

¹⁵ In dem hier vorliegenden Fall gilt: $T_2 \approx 300 \text{ K}$ und $T > 1020 \text{ K}$.

wobei T_0 die Glasanfangstemperatur ist.

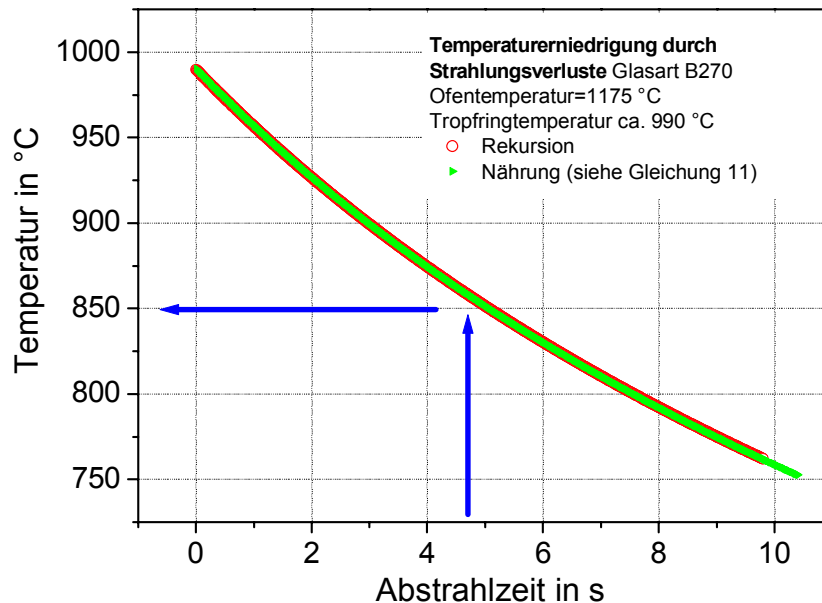


Abb. 5.3: Abgeschätzte Abkühlung (rot) des Glastropfens durch Strahlungsverluste nach Gleichung (9). Rekursion in Schritten von $t = 0,1$ Sekunden. Beim Verlassen des Tieglens ($t=0$ Sekunden) besitzt ein Glastropfen der Glasart B270 eine Temperatur von ca. 990 °C. Zusätzlich mit eingezeichnet ist die Näherung (grün) nach Gleichung (10). Die Kurven liegen im betrachteten Zeitintervall praktisch deckungsgleich übereinander. Bei einer Handlingdauer von annähernd 4-5 Sekunden erhält man eine Temperatur vor dem Verpressen von ca. 850°C.

5.1.3 Kalorimetrische Messungen

Um eine kalorimetrische Messung des Wärmehaltes des Glastropfens, und damit die mittlere Temperatur zu bestimmen, wird der heiße Glastropfen anstelle des Verpressens mit gleichem Zeitverzug in einem Dewargefäß aufgefangen, in dem sich eine abgewogene Menge deionisiertes Wasser bekannter Temperatur befindet. Wenn c_1, m_1, T_1 und c_2, m_2, T_2 die spez. Wärmekapazitäten, Massen und Temperaturen der Körper 1 und 2 vor der Mischung sind und T_M die gemeinsame Temperatur nach der Mischung, dann gilt die „Richmannsche Mischungsregel“ [47]:

$$c_1 \cdot m_1 \cdot (T_1 - T_m) = c_2 \cdot m_2 \cdot (T_m - T_2) \quad (11)$$

Bevor eine exakte Temperaturmessung durchgeführt werden kann, muss jedoch zuerst die Wärmemenge bestimmt werden, die durch das Erwärmen des Dewargefäßes für die

Messung verloren geht. Diese wird durch Mischung von 2 Teilen Wasser mit unterschiedlichen Temperaturen und Ermittlung der Mischtemperatur bestimmt. Die Abweichung vom theoretischen Wert ist die Wärmemenge, die durch Erwärmen des Dewargefäßes verloren geht. In diesem Fall beträgt die durchschnittliche Verlustwärmemenge ca. 880 Joule.

Fällt nun ein 2,5 g schwerer Glastropfen (B270) in 50 g deionisiertes Wasser und erhöht die Temperatur dadurch um 9 K, erhält man mit den bekannten Werten für Wasser und Glas eine Glasanfangstemperatur von ca. 860 °C. Dies stimmt gut mit der obigen Abschätzung überein, in der die Wärmeverluste durch Strahlung beim Transport des Glastropfens vom Ofen zur Presse berechnet wurden. Derartige kalorimetrische Messungen wurden wiederholt stichprobenartig an allen Glasarten, die verpresst wurden, durchgeführt. Tab. 6 zeigt die erhaltenen Glastemperaturen vor dem Verpressen. Die Unsicherheit bei derartigen Messungen ist relativ groß. In Kap. 9 wird anhand einer Sensibilitätsanalyse gezeigt, dass die Glastemperatur und damit verbunden der große Fehler in ihrer Bestimmung nur einen vergleichsweise kleinen Einfluss auf die späteren Aussagen hat.

	Borosilicatglas Boro 4.2	Kalk-Natron- Silicatglas B270	Bleikristallglas W3
Eingestellte Ofentemperatur	1350 °C	1175 °C	1005 °C
Initialtemperatur	1040 °C	860 °C	820 °C
Unsicherheit	ca. ± 20 K	ca. ± 20 K	ca. ± 20 K

Tab. 6: Kalorimetrisch bestimmte Initialtemperaturen der verschiedenen Glassorten vor Beginn des Pressens.

5.2 Die Temperatur an der Grenzfläche Formenwerkzeug/Glastropfen

5.2.1 Analytische Betrachtung

Um für die Effekte, die zum Ankleben des Glases führen, ein erstes Verständnis zu entwickeln, ist es hilfreich, die thermischen Verhältnisse des Verbunds Formenwerkstoff/Glas näher zu betrachten. Die thermischen Verhältnisse bzw. die Wärmetransport-

prozesse zwischen Glas und Formenwerkstoff sind im industriellen Prozess nur sehr schwierig zu erfassen. Formenkühlungen, Zusatzerwärmung bzw. Nacherwärmung des Glases und nicht zuletzt die Glas- und Formtemperaturen sind oftmals empirisch eingestellte Parameter deren Zahlenwerte nur ungenau oder aber gar nicht bekannt sind. Eine einfache analytische Beschreibung der ablaufenden Wärmetransportprozesse ist durch die unbekannt Randbedingungen in diesem Fall nicht möglich. Mit der anwachsenden Rechnerleistung der letzten Jahre findet man aber immer mehr numerische Beschreibungen der Glasformungsprozesse in der wissenschaftlichen Literatur, die mit Hilfe inverser Rechnungen versuchen, den Prozess zu rekonstruieren und näherungsweise zu beschreiben [2, 48-51]. Teilweise wird schon versucht den kompletten Prozess in 3D numerisch nachzubilden [52, 53]. Im Gegensatz zur industriellen Fertigung sind die thermischen Verhältnisse in Form und Glas bei Abformung in der aufgebauten Prüfapparatur und die für eine mathematische Beschreibung unbedingt benötigten Temperaturverläufe an ausgezeichneten Stellen gut bekannt. Durch den geometrisch einfach gehaltenen Versuchsaufbau ist es möglich, durch einige wenige vereinfachende Annahmen eine mathematisch geschlossene Beschreibung der Temperaturverläufe zu erhalten.

Der einseitige, ideale Kontakt

Im Nachfolgenden werden diese Näherungen kurz erläutert.

– **Näherung 1:**

Es wird angenommen, dass die beiden beteiligten Körper unendlich ausgedehnt sind. Aus den Messergebnissen und den in Kap. 5.2.2 beschriebenen Simulationsdaten zeigt sich, dass an den Rändern des Systems (Abb. 5.8, Konten 18) nur minimale Temperaturerhöhungen festgestellt werden. Es scheint also, dass diese Näherung in erster Ordnung gerechtfertigt ist. Eine quantitativere Abschätzung dieser Näherung, die auch teilweise für industrielle Simulationsrechnungen angenommen wird, findet sich in [54].

– **Näherung 2:**

In den oben genannten numerischen Rechnungen werden jeweils dem speziellen Prozess angepasste Wärmeübergangskoeffizienten verwendet. In dem vorliegenden Modell soll davon ausgegangen werden, dass Glas und Form sich sehr nahe kommen, d.h. dass nahezu idealer Kontakt vorherrscht. In vielen Veröffentlichungen wird detailliert darauf hingewiesen, dass sich zwischen Glas und Formenwerkstoff ein mit der Zeit ändernder Wärmeübergangskoeffizient ergibt [49, 55, 56]. Dieser Wärmeübergangskoeffizient ist endlich; es stellt sich also kein idealer Kontakt ein. Neue, mathematische Untersuchungen zeigen jedoch, dass am Punkt, an dem das Kleben einsetzt, der Wärmeübergangskoeffizient sprunghaft ansteigt [48]. Inwieweit in der Realität idealer Kontakt besteht, bedarf weiterer grundlegender Untersuchungen. Für den Fall, dass das Kleben eingesetzt hat, sich Glas und Formenwerkstoff verbunden haben, scheint diese Näherung aber gerechtfertigt.

– **Näherung 3:**

Im vorliegenden Fall wird angenommen, dass der Hauptteil des Wärmetransportes durch Wärmeleitung bestimmt wird. Strahlungsbeiträge werden nicht berücksichtigt. Im Fall, dass das Kleben eingesetzt hat und zwischen Glas und Werkzeug ein inniger Kontakt herrscht, scheint diese Annahme gerechtfertigt. Zusätzlich wurden nur Versuche mit farblosem Glas durchgeführt, welches tendenziell weniger Strahlungsbeitrag beim Formgebungsprozess liefert [57]. Eine mathematische Abschätzung zur Güte dieser Annahme findet sich in [4]. Aktuelle, sehr ausführliche, zum Teil jedoch nicht konsistente, numerische Betrachtungen zum Strahlungsbeitrag bei der Heißformgebung von anorganischen Gläsern finden sich in [13, 58, 59] und [60]. In diesen Arbeiten sind jedoch meist, im Gegensatz zu dem vorliegenden Fall, farbige Gläser untersucht (grün, braun etc.).

Mit diesen Näherungen soll nun im Folgenden der Temperaturverlauf an der Grenzfläche zwischen Glas und Form berechnet werden. Abb. 5.4 zeigt vereinfacht die Ausgangssituation. Glas und Form befinden sich, kurz bevor sie in Kontakt gebracht werden, auf unterschiedlichen Temperaturen ($T_{\text{Glas}} = 1100^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Form}} = 500^\circ\text{C}$). Typische thermische Kennwerte von Glas und Formenwerkstoff sind in der Abbildung mit aufgeführt. Bringt man nun zum Zeitpunkt $t = 0$ Sekunden Form und Glas in Kontakt, erhält man mit fortschreitender Zeit ein Angleichen der Temperaturen.

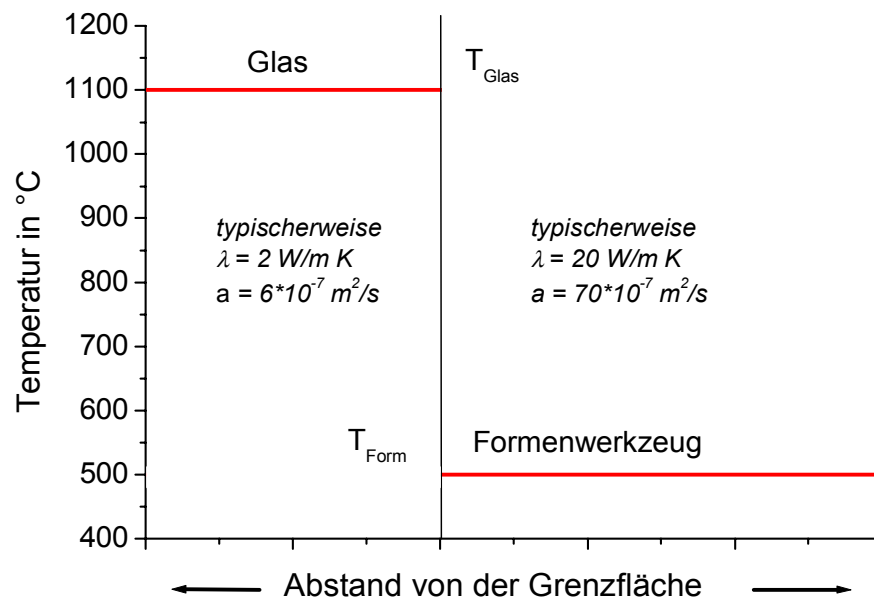


Abb. 5.4: Ausgangssituation vor dem Kontakt des heißen Glases mit dem kälteren Formenwerkzeug. Die Grenzfläche ist durch den senkrechten Strich gekennzeichnet.

Für die Kenntnis der Temperaturverläufe in Abhängigkeit der Zeit und des Ortes ist es erforderlich, die Fourier-Differential-Gleichung

$$\frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} - \frac{1}{a} \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = 0 \quad (12)$$

zu lösen, wobei für die Temperaturleitfähigkeit a gilt:

$$a = \frac{\lambda}{c \cdot \rho} \quad (13)$$

Mit folgenden Randbedingungen in der Grenzfläche (Stetigkeit, Kontinuität bzw. Gleichheit der Wärmeströme):

$$T_{\text{Glas}}(0, t) = T_{\text{Form}}(0, t) \quad (14)$$

$$\lambda_{\text{Form}} \frac{\partial T_{\text{Form}}}{\partial x} = \lambda_{\text{Glas}} \frac{\partial T_{\text{Glas}}}{\partial x} \quad (15)$$

lässt sich dieses mathematische Problem geschlossen lösen. Eine Lösung der partiellen Differentialgleichung auf der Seite des Formwerkstoffes lautet [34]:

$$T(x, t) = T_{\text{Form}} + (T_{\text{Kontakt}} - T_{\text{Form}}) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2 \sqrt{a_{\text{Form}} t}}\right) \quad (16)$$

wobei die Temperatur in der Grenzfläche T_{Kontakt} , durch folgenden Ausdruck gegeben ist:

$$T_{\text{Kontakt}} \doteq T(0, t) = T_{\text{Form}} + \frac{T_{\text{Glas}} - T_{\text{Form}}}{1 + \frac{\lambda_{\text{Form}}}{\lambda_{\text{Glas}}} \sqrt{\frac{a_{\text{Glas}}}{a_{\text{Form}}}}} \quad (17)$$

Führt man die Wärmeeindringzahl (\equiv thermische Effusivität) b ein,

$$b = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c_p} \quad (18)$$

so vereinfacht sich (17) zu.

$$T_{\text{Kontakt}} = \frac{b_{\text{Glas}}}{b_{\text{Glas}} + b_{\text{Form}}} T_{\text{Glas}} + \frac{b_{\text{Form}}}{b_{\text{Glas}} + b_{\text{Form}}} T_{\text{Form}} \quad (19)$$

Aus (17) bzw. (19) ist zum einen ersichtlich, dass die Höhe der Kontakttemperatur nur von den Anfangstemperaturen und den Wärmeeindringzahlen der beteiligten Partner abhängt. Zum anderen sieht man, dass die Kontakttemperatur keine Zeitabhängigkeit besitzt. Dies ist eine Folge des angenommenen Spezialfalls und wird noch deutlicher wenn man sich die Temperaturverläufe nach verschiedenen Zeiten betrachtet (Abb. 5.5). Dies bedeutet, dass sich nach dem Kontakt instantan eine feste Temperatur in der Grenzfläche einstellt.

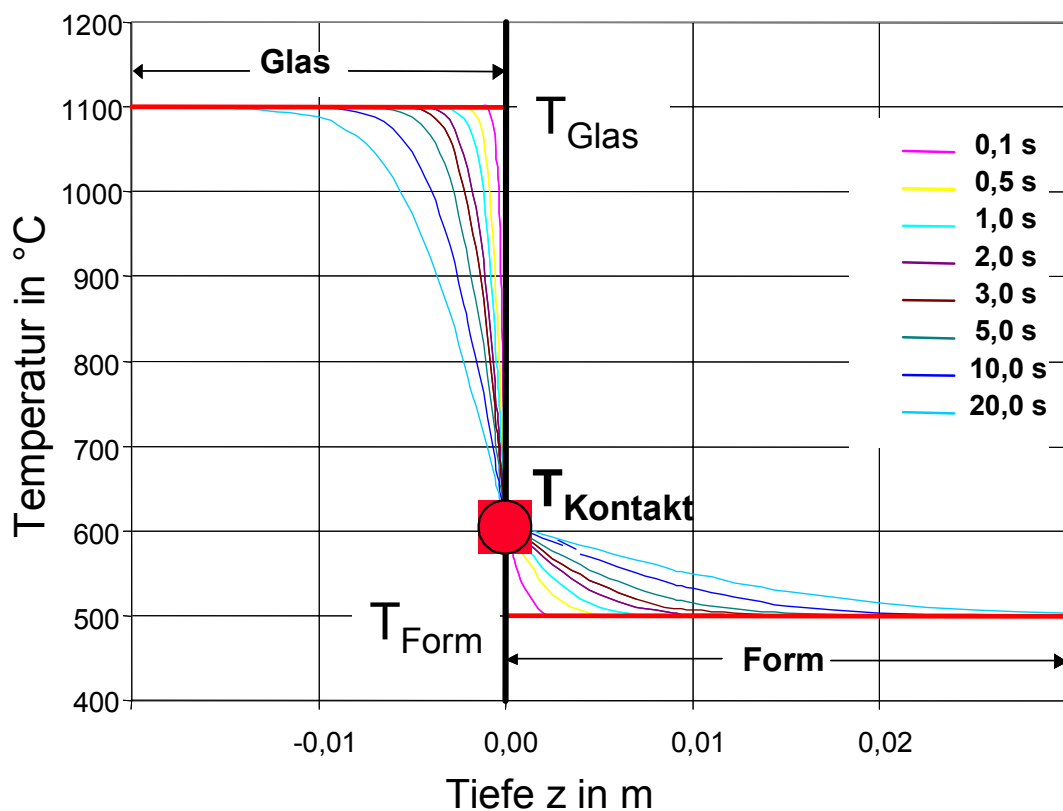


Abb. 5.5: Temperaturverlauf im Bereich Glas, Formenwerkzeug und Grenzfläche. Die verschiedenen Farben stehen für die berechneten Temperaturverteilungen zu verschiedenen Zeiten [61].

5.2.2 Numerische Betrachtung / Simulationsrechnungen

Zusätzlich zu der oben aufgeführten, analytischen Lösung wurden numerische Rechnungen mit Hilfe der Finiten Elemente Methode durchgeführt, um die sich einstellende Temperatur in der Kontaktzone zu bestimmen [62]. Die Anfangstemperatur des Glastropfens zu Beginn des Pressens wurde durch Lösung der Wärmeleitungsgleichung berechnet mit der Randbedingung, dass die Abkühlung allein durch Strahlung erfolgt. Die berechnete mittlere Temperatur stimmt erwartungsgemäß mit dem in Kapitel 5.1.2 abgeschätzten und in Kapitel 5.1.3 gemessenen Wert überein.

Das Simulationsmodell

Das Simulationsmodell berechnet die Temperaturänderungen, die sich aufgrund der Wärmeleitung während des Pressens einstellen. Strahlungsverluste während des Pressprozesses bleiben unberücksichtigt. Die Geometrie ist axialsymmetrisch. Bei der realen Pressung ändert sich die Form des Glastropfens stark. Die Simulation wurde mit der Endgeometrie durchgeführt, das heißt, die Formänderung wurde nicht berücksichtigt. Zu Beginn wird eine Art „Steady-State-Zustand“ in den Stempeln durch Vorgabe einer Oberflächentemperatur so eingestellt, dass für den jeweiligen Formenwerkstoff an der Messstelle 2.5 mm im Oberstempel die gemessene bzw. als Bezugstemperatur gewählte Temperatur (hier: 592.5 °C) vorherrscht. Daneben wird dem Messpunkt zwischen den Heizpatronen eine Temperatur von 600 °C vorgegeben. Um eine rechentechnische Vereinfachung zu erhalten, wurde zwischen Glas und Stempel eine sehr dünne Zwischenschicht, die später den Wärmeübergangskoeffizienten repräsentiert, angenommen [63].

Nachdem rechentechnisch ein stationärer Zustand erreicht ist, wird in einem sehr kurzen Zeitschritt von 0.01 μ s dem Glas der vorher berechnete axiale Temperaturverlauf vorgegeben. In einem dritten Schritt wird dann die eigentliche Temperaturfeldberechnung durchgeführt. Hier wird nur noch die Temperatur der Heizpatrone vorgegeben, alle anderen Temperaturen können sich frei einstellen. Die nachstehende Tabelle zeigt die Lage der später verwendeten Knotennummern.

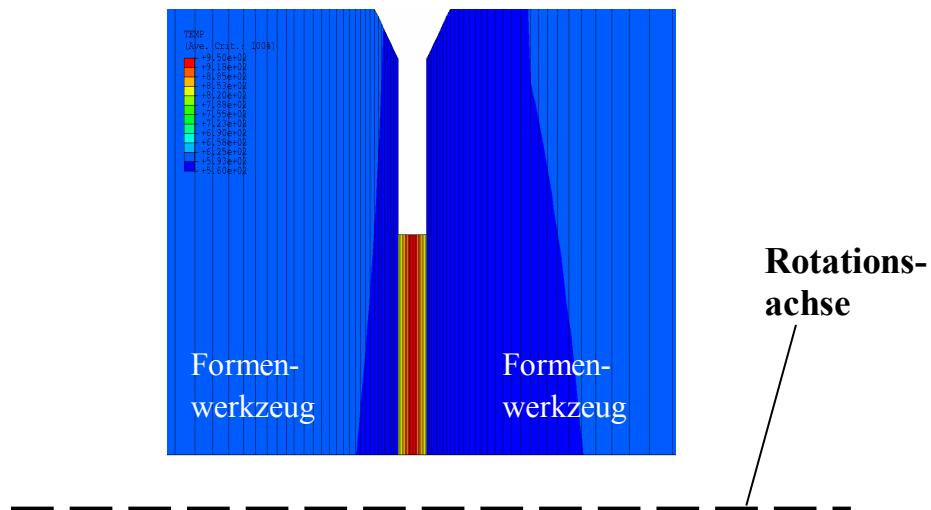
Knotennummer	Lage
6	Zwischen den Heizpatronen oben
18	Zwischen Heizblock und Pressformplatte im Oberstempel
29	2,5 mm unterhalb der Oberfläche des Oberstempels ($T_{2,5}$)
39	Oberfläche Oberstempel
43	Oberfläche Glas oben
53	Mitte Glas
63	Oberfläche Glas unten
67	Oberfläche Unterstempel
77	2,5 mm unterhalb der Oberfläche des Unterstempels ($T_{2,5}$)
88	Zwischen Heizblock und Pressformplatte im Unterstempel

100	Zwischen den Heizpatronen unten
-----	---------------------------------

Tab. 7: Position der auf der Rotationsachse liegenden Knotenpunkte. Die entsprechenden Kontennummern am Rand sind jeweils um 1000 erhöht (vgl. Abb. 5.7 und Abb. 5.8).

Berechnete Temperaturverläufe

Die berechneten Temperaturen zeigen die folgenden Bilder. Die fiktive Wärmeleitfähigkeit der Grenzschicht wurde so angepasst, dass der gemessene Temperaturverlauf in 2.5 mm Tiefe im Oberstempel möglichst gut den experimentell bestimmten Verlauf wiedergibt. Ein typischer Temperaturverlauf im Stempel am Beispiel des Bronzewerkstoffs in Kontakt mit B270 ist in Abb. 5.6, die Temperaturverläufe an verschiedenen Knoten sind in Abb. 5.7 und Abb. 5.8 dargestellt. Bezüglich der Lage der Punkte sei auf Tab. 7 verwiesen.



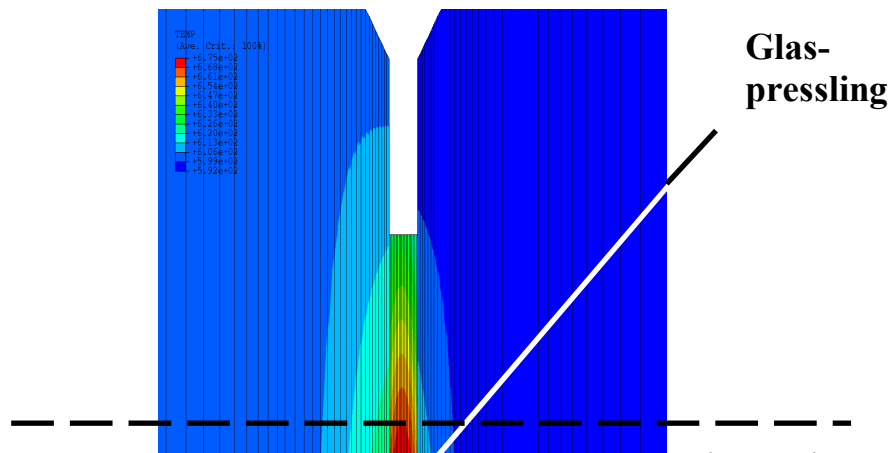


Abb. 5.6: Oben: Temperaturfeld in den Formenwerkzeugen mit Glaspressling zu Beginn der Pressung. Unten: Temperaturfeld in den Formenwerkzeugen nach 5 Sekunden Pressdauer am Beispiel von Pressformplatten aus Stellite12. Die beiden Bilder sind mit verschiedenen Farbskalen dargestellt.

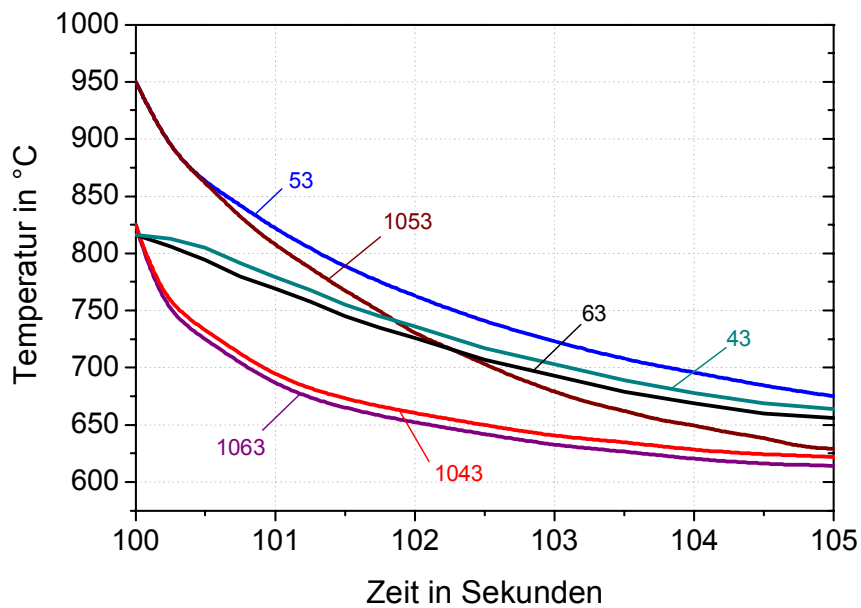


Abb. 5.7: Temperaturänderung einiger Punkte im Glas. Die Knotennummern sind mit angegeben. Man sieht deutlich die relativ schnelle Abkühlung zu Beginn des Pressprozesses (bei $t=100$ s) mit Pressplatten aus Stellite 12.

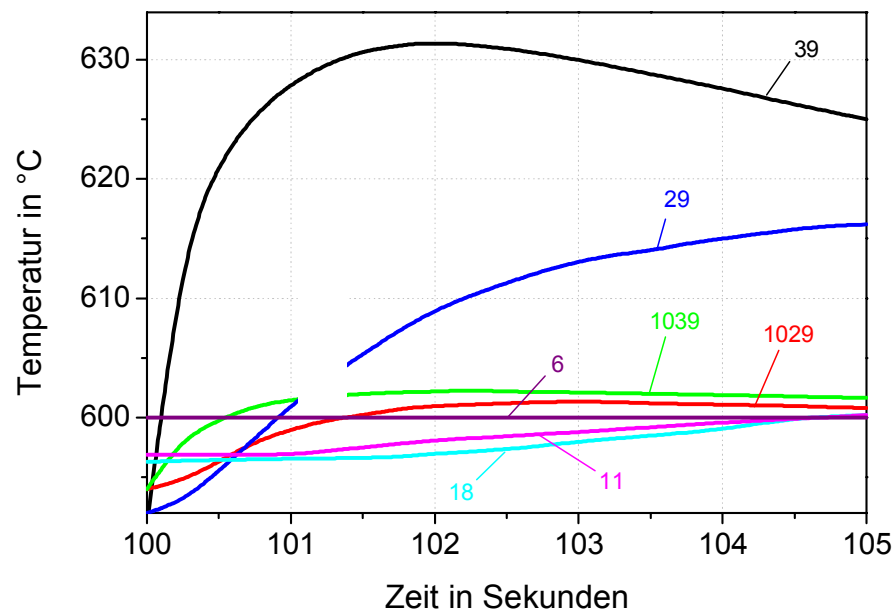


Abb. 5.8: Typische Temperaturänderung einiger Punkte im Oberstempel (Stellite). Die Knotennummern sind mit angegeben. Man kann erkennen, dass die Temperatur an der Oberfläche (Knoten 39) deutlich über der in 2,5 mm Tiefe gemessenen Temperatur (Knoten 29) liegt.

In den nachfolgenden Graphen sind die errechneten Temperaturverläufe in 2,5 mm Tiefe und an den Oberflächen der verschiedenen Formenwerkzeuge im Kontakt mit der Glasart B270, ausgehend jeweils von den Formenanfangstemperaturen, die dann zum ersten Kleben führen, gezeigt. Die werkstoffspezifischen Daten entstammen den Glasdatenblättern, den Datenblättern der Formenwerkstoffhersteller [35-37], sowie den Angaben der Lieferanten der Werkstoffproben.

Die Ergebnisse der Simulationsrechnungen zeigen, dass bei verschiedenen Formenwerkstoffen im Kontakt mit derselben Glasschmelze (B270) die gemessenen, stark unterschiedlichen stationären Formentemperaturen (untere Klebetemperaturen) zu annähernd gleichen maximal auftretenden Oberflächentemperaturen der Stempel führen.

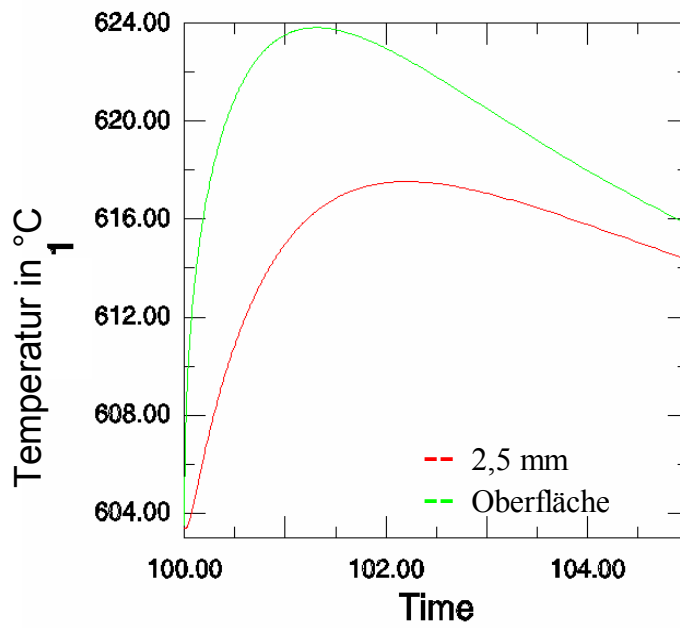


Abb. 5.9: Temperaturänderung der Oberfläche und in 2,5 mm Tiefe des OS, Pressformplatte aus Bronze bei Klebebeginn mit B270.

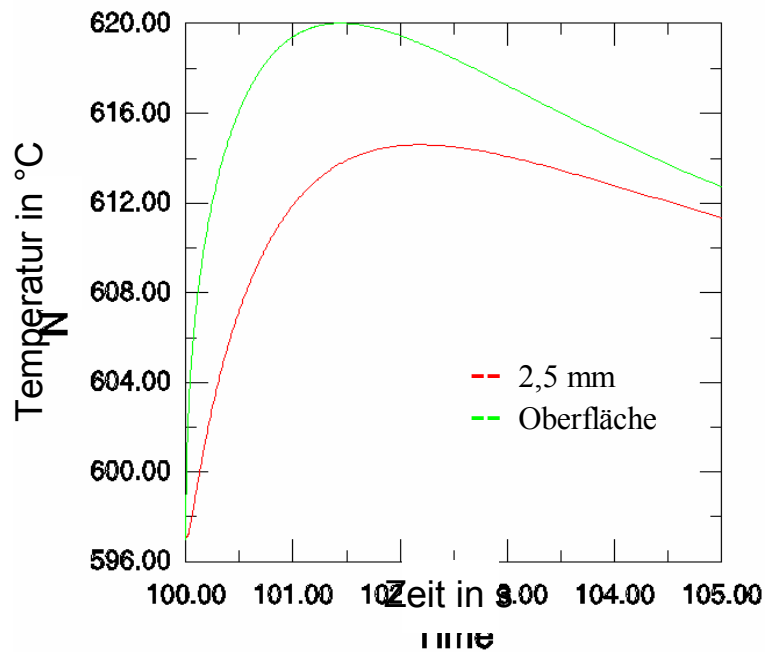


Abb. 5.10: Temperaturänderung der Oberfläche und in 2,5 mm Tiefe des OS, Pressformplatte aus AlN bei Klebebeginn mit B270.

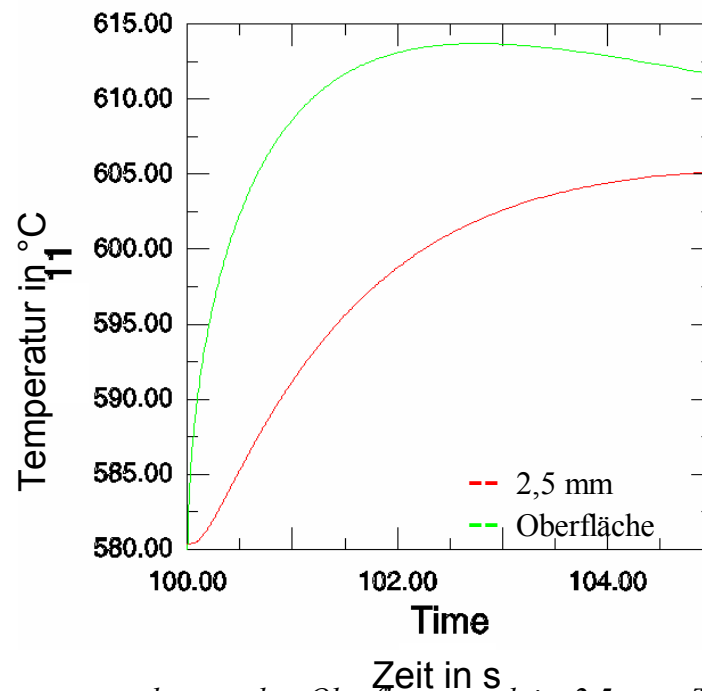


Abb. 5.11: Temperaturänderung der Oberfläche und in 2,5 mm Tiefe des OS, Pressformplatte aus GGG bei Klebebeginn.

5.3 Temperaturmessung an der Grenzfläche Pressling/Formwerkzeug

Wie aus den Betrachtungen aus Kap.5.2 ersichtlich, ist eine Temperaturmessung in der Grenzschicht zwischen Glas und Formenoberfläche von enormem Interesse, da die dort vorherrschenden Temperaturen und damit die Viskosität η unter Umständen maßgeblichen Einfluss auf die Haftung nehmen [10]. In der wissenschaftlichen Literatur findet man hierzu nur sehr wenige Informationen. Mehrfach wurde versucht, mit Hilfe von verschiedenen Simulationsrechnungen den Temperaturverlauf eines definierten Punktes im Werkzeug an die Grenzfläche zurück zu rechnen [11, 33, 48, 59]. Die Ergebnisse weichen jedoch mehr oder weniger stark voneinander ab, was teilweise an den verschiedenen Näherungen der Autoren liegen könnte. Im Rahmen dieser Untersuchungen wurde eine Methode entwickelt, mit der man die Temperaturverhältnisse in unmittelbarer Umgebung der Grenzflächen erfassen kann. Für diese Messungen werden spezielle, selbst gefertigte Miniaturthermoelemente verwendet, da bei Verwendung von „großen“ Mantelthermoelementen die Wärmebilanz wegen der großen Wärmekapazität solcher Thermoelemente gestört würde. Zur Messung wird das Miniaturthermoelement vor dem Pressen mit einem speziell für diesen

Versuch aufgebauten Zusatzmodul zentral unter dem Oberstempel platziert. Das Thermoelement registriert deshalb zunächst eine Temperatur, die zwischen der Oberflächentemperatur des Stempels und der Temperatur der Umgebung liegt (ca. 400°C). Beim Verpressen wird das Thermoelement in den Pressling gedrückt (Abb. 5.12) und registriert den Temperaturverlauf in der Nähe der Grenzfläche Tropfen-Formenoberfläche (Abb. 5.13). In diesem Fall wurde ein Temperatur-Peak von 725°C registriert, die Formtemperatur betrug ungefähr 580 °C. Diese Temperatur liegt deutlich über den Werten, wie sie aus den Simulationsrechnungen (Kap. 5.2.2) folgen. Dies ist jedoch nicht verwunderlich, da im vorliegenden Fall (vgl. Abb. 5.12) nicht die reale Grenzflächentemperatur gemessen wird, sondern eine Temperatur, die in Richtung der Glastemperatur (ca. 860 °C) hin verschoben ist.

Im Hinblick auf Simulationsrechnungen, wie sie in einem anderen AiF-Forschungsvorhaben¹⁶ durchgeführt werden, könnte diese Art der Temperaturmessung sehr hilfreich sein. Diese Temperatur regelmäßig bei jeder Pressung zu messen war aufgrund des enormen experimentellen Aufwandes möglich.

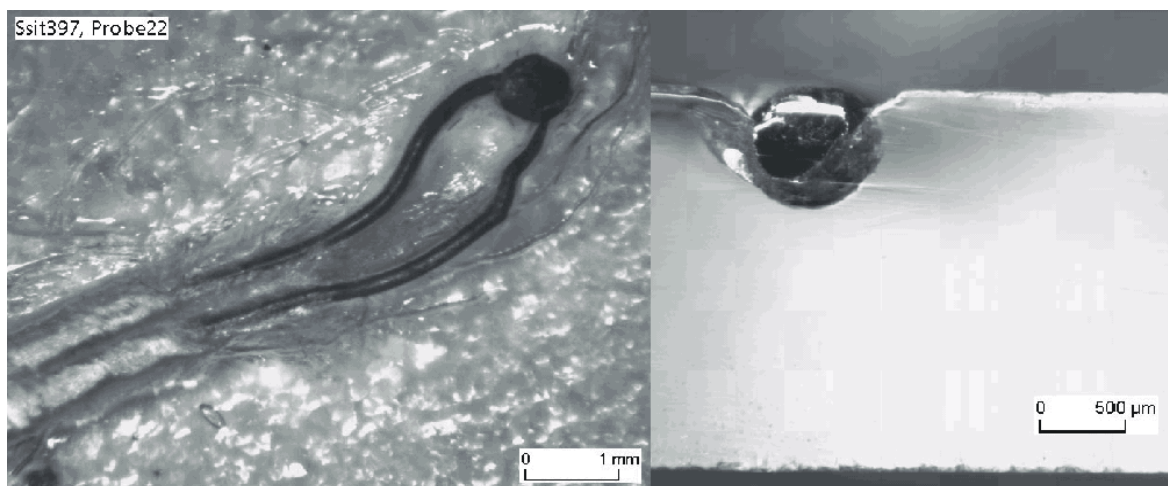


Abb. 5.12: Links: Miniaturthermoelement zur Messung der Temperatur nahe der Grenzschicht. Rechts: Schliff durch den Glaspressling (hell). Man sieht, dass die Messstelle (die Schweißperle) zwar in der Nähe der Zwischenschicht zwischen Glas und Formenwerkzeug liegt, jedoch nicht ideal im Interface. Die wiedergegebene Temperatur ist somit nicht die Grenzflächentemperatur, sondern zur Temperatur des Glases hin verschoben.

¹⁶ AG100; „Messung und Modellierung des Wärmetransports bei Formgebungsprozessen unter besonderer Berücksichtigung der Wärmeübergangskoeffizienten und des Wärmetransports durch Strahlung“ (Bergakademie TU Freiberg)

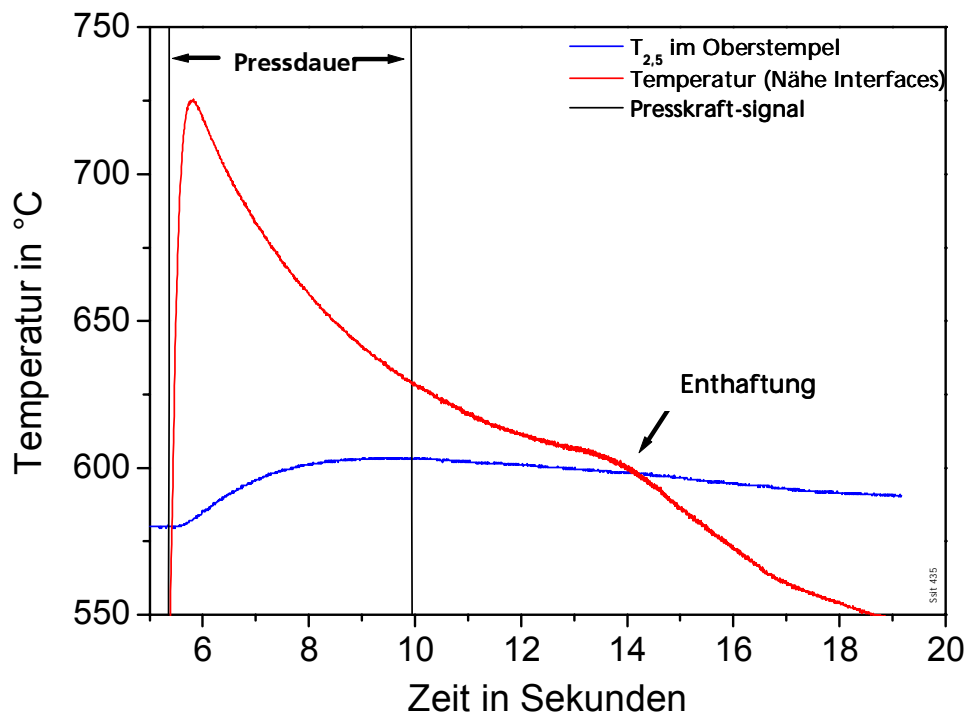


Abb. 5.13: Mit einem Miniaturthermoelement gemessener Temperaturverlauf im Glas in der Nähe der Grenzfläche Glas / Formenwerkzeug.

6 DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE VON UNBESCHICHTETEN FORMENWERKSTOFFEN

Die numerischen Rechnungen zur Temperaturverteilung (Kap. 5.2.2) ergaben, dass die maximale Temperatur der Werkzeugoberfläche am unteren Klebepunkt nur wenig vom Formenwerkstoff abhängt. Dieser Befund wird nun für alle Glasarten und Formenwerkstoffe auf der Basis der in Gleichung (19) gegebenen analytischen Lösung untersucht. Abb. 6.1 zeigt das Ergebnis dieser Auswertung. Wie man deutlich sehen kann, sind die Kontakttemperaturen, wie sie sich am unteren Klebepunkt einstellen, für verschiedene Werkstoffe in Kontakt mit einem Glas in erster Näherung unabhängig von der Wärmeindringzahl b . Die Kontakt-Temperaturen der verschiedenen Glasarten sind jedoch stark unterschiedlich. Ebenfalls stellt man fest, dass die mit der mathematischen Näherung analytisch errechneten Kontakt-Temperaturen für B270 (ca. 625 °C) in erster Ordnung mit den numerisch erzielten maximalen Oberflächentemperaturen (ca. 609-624 °C) übereinstimmen.

Über die „Kontakt-Temperatur“¹⁷ kann man dem Glas in der Grenzfläche direkt eine Viskosität, die sog. Kontakt-Viskosität η_{Kontakt} zuordnen:

$$\log \eta_{\text{Kontakt}}(T) = A + \frac{B}{T_{\text{Kontakt}} - T_0} \quad (20)$$

Die aus den Näherungen (Kap.5.2.1) folgende Zeitunabhängigkeit der Kontakt-Temperatur wirkt sich ebenfalls direkt auf die Kontakt-Viskosität aus, die unter den beschriebenen Annahmen wiederum eine zeitunabhängige Größe des Systems darstellt. Mit Gleichung (20) kann man die Kontakt-Viskositäten von verschiedenen Gläsern im Kontakt mit verschiedenen Formenwerkstoffen, die sich auf unterschiedlichen Temperaturen befinden, berechnen. Für die drei gemessenen Gläser im Kontakt mit den verschiedenen Formenwerkstoffen ist dies am Punkt des unteren Klebens in Abb. 6.2 graphisch dargestellt.

¹⁷ siehe Gleichung (19)

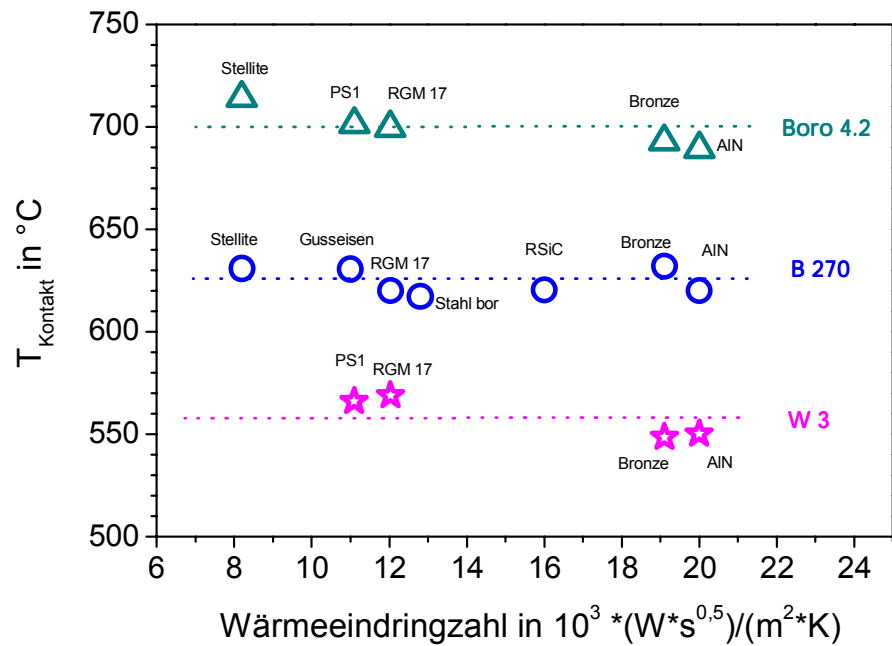


Abb. 6.1: Berechnete Kontakttemperaturen verschiedener Werkstoffe bei der unteren Klebetemperatur in Kontakt mit verschiedenen Gläsern.

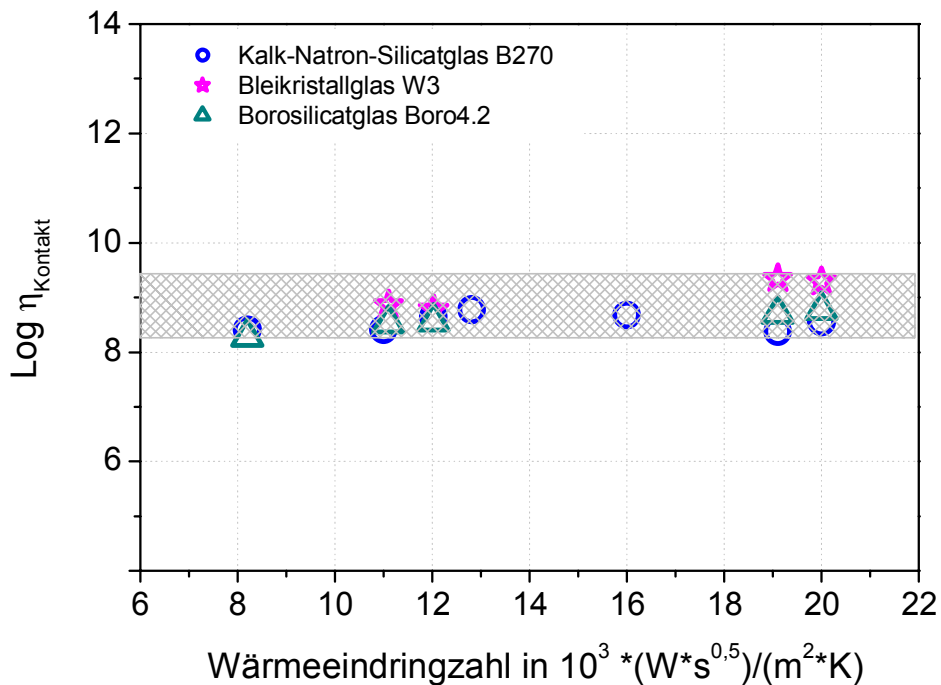


Abb. 6.2: Berechnete Kontaktviskosität ($\eta \approx 10^{8.8}$ Pas) verschiedener Gläser in Kontakt mit verschiedenen Formenwerkstoffe.

Es zeigt sich also, dass das untere Ankleben durch die sich einstellende Viskosität in der Grenzfläche dominiert wird. Wird diese kritische Viskosität unterschritten, bei den hier angewendeten Pressbedingungen $\eta=10^{8,8}$ Pas, beginnt das Glas am Formenwerkstoff anzukleben. Diese Viskositätsgrenze ist im Wesentlichen unabhängig von den chemischen Eigenschaften der Formenoberfläche und auch von der chemischen Zusammensetzung des Glases. Diese Feststellung wird im Folgenden als Viskositätshypothese bezeichnet. Graphisch ist die Feststellung in Abb. 6.3 deutlich gemacht.

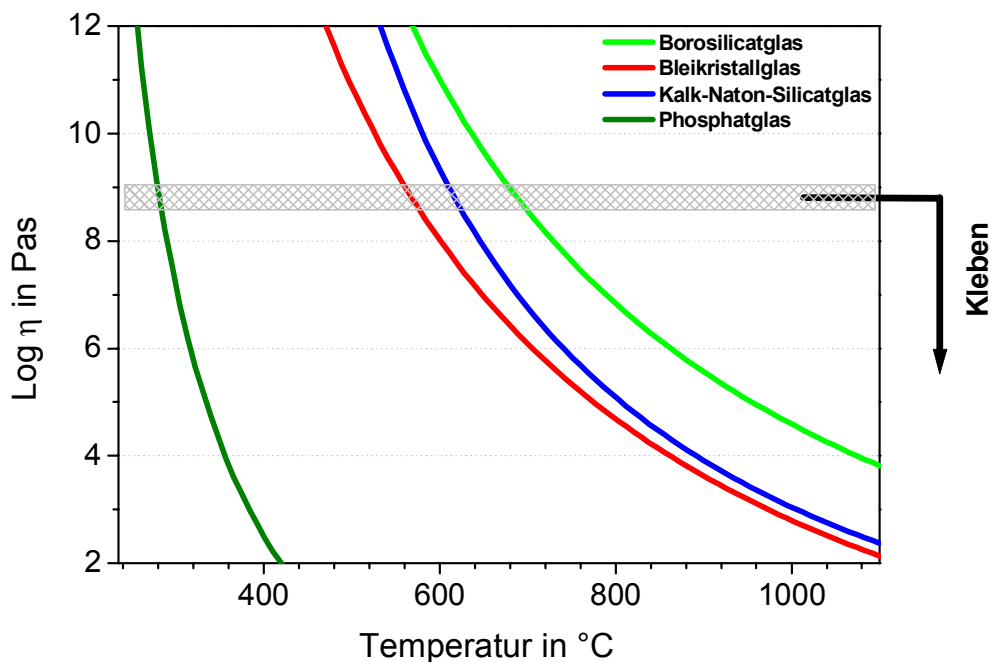


Abb. 6.3: Typische Viskositäts-Temperaturkurve. Bei Unterschreiten einer allgemeingültigen Viskositätsgrenze (grau schraffiert) setzt das erste Ankleben ein.

In wie weit die Hypothese Gültigkeit besitzt, soll im nachfolgenden Kapitel explizit aufgezeigt und diskutiert werden.

6.1 Test der „Viskositäts-Hypothese“

Um die Gültigkeit der Hypothese zu testen, wurden Haftdauermessungen an einem Modellwerkstoff durchgeführt, der in der Glasindustrie als Formenwerkstoff nicht eingesetzt wird. Durch den Test an einem solchen Modellwerkstoff mit sehr großer bzw. sehr kleiner Wärmeindringzahl ist es möglich, den Wertebereich der Wärmeindringzahl sehr

weit zu spreizen (vgl. Abb. 6.1) und somit die Hypothese auf einem großen Gebiet der Werkstoffe zu testen.

Nimmt man nun an, dass die mikroskopisch ablaufenden Vorgänge beim Anhaften von Glasschmelzen an den Formenoberflächen durch die makroskopische Größe „Viskosität“ dominiert wird, das heißt, dass das erste Ankleben ab einer kritischen Kontakt-Viskosität einsetzt, ist man in der Lage, die Formentemperaturen die zu genau dieser Viskosität führen, zu berechnen. Man kann also aus dem Wert für die Wärmeeindringzahl des Formenwerkstoffs, der η -T Abhängigkeit des Glases und der Glasinitialtemperatur vor dem Verpressen die untere Klebetemperatur vorhersagen. Nimmt man an, dass jeweils am Punkt des ersten Anhaftens (untere Klebetemperatur) $\eta_{\text{Kontakt}} = 10^{8,8}$ Pas = konstant ist für alle Glasarten und für alle Formenwerkstoffe, folgen direkt für die jeweiligen Gläser die zugehörigen Kontakt-Temperaturen

$$T_{\text{Kontakt}} = \frac{B}{\log \eta_K - A} + T_0 \quad (21)$$

Durch einfaches Umformen von Gleichung (19) und Einsetzen von Gleichung (21) erhält man die jeweiligen Formentemperaturen die zum Kleben führen:

$$T_{\text{Klebe, unten}} = \frac{B}{\log \eta_K - A} + T_0 - \frac{b_{\text{Glas}}}{b_{\text{Form}}} \left(\frac{B}{\log \eta_K - A} + T_0 - T_{\text{Glas}} \right) \quad (22)$$

In Abb. 6.4 sind die Ergebnisse dieser Umformung für die drei unterschiedlichen Gläser graphisch illustriert.

Um die Belastbarkeit der Annahme zu prüfen, wurde versucht, das Klebeverhalten mit Modellwerkstoffen zu messen. Um eine möglichst aussagekräftige Messung, in diesem Fall stark unterschiedliche Klebetemperaturen zu erzielen, wurden Untersuchungen an einem Werkstoff mit sehr kleiner Wärmeeindringzahl durchgeführt - nämlich an schwarzem Quarzglas. Die sehr kleine Wärmeleitfähigkeit des Quarzglases im Bereich $\lambda \approx 1,3 \text{ m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{W}$ hat eine ebenfalls sehr kleine Wärmeeindringzahl von $b \approx 2,56 \cdot 10^3 \text{ W} \cdot \text{s}^{-1/2} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ zur Folge. Die Ergebnisse der Prüfexperimente mit Quarzglas und die gemessenen „unteren“ Klebetemperaturen sind in Abb. 6.5 eingezeichnet. Wie man ersehen kann, liegen die gemessenen Klebetemperaturen des Formenwerkstoffs Quarzglas im erwarteten Bereich der prognostizierten Kurven aus Abb. 6.4. Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass die Viskositäts-Hypothese allgemeine Gültigkeit hat. Weitere Detailtests der Hypothese mit Formenwerkstoffen mit sehr hoher Wärmeeindringzahl schienen angesichts des u. U. geringen Aussagewertes (die Klebetemperaturen würden nur geringfügig höher als die Klebetemperatur von AlN bzw. Bronze erwartet werden) nicht notwendig.

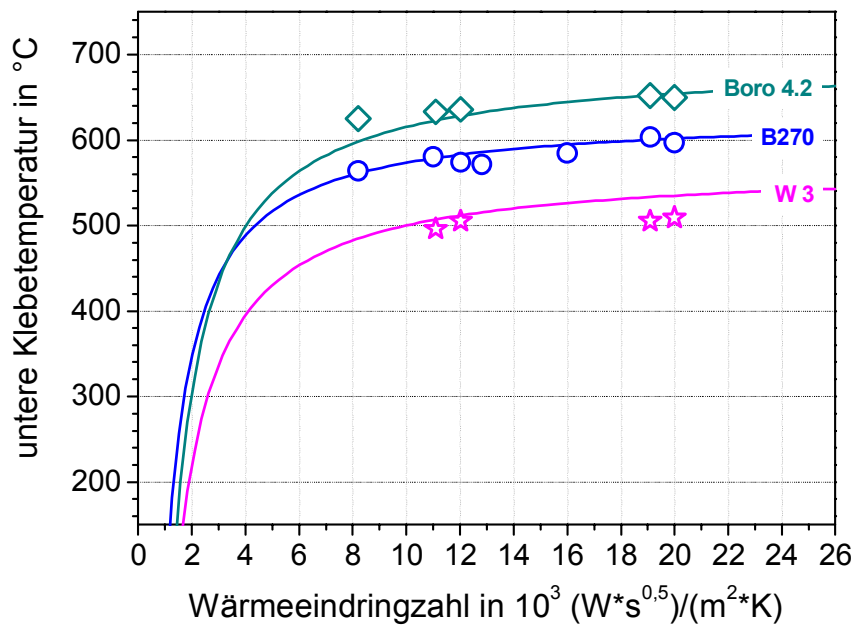


Abb. 6.4: Berechnete Formentemperaturen als Funktion der Wärmeeindringzahl der Formenwerkstoffe für die verschiedenen Gläser, die zur kritischen Viskosität führen als Linien dargestellt. Die Punkte im Graph repräsentieren die gemessenen Klebetemperaturen.

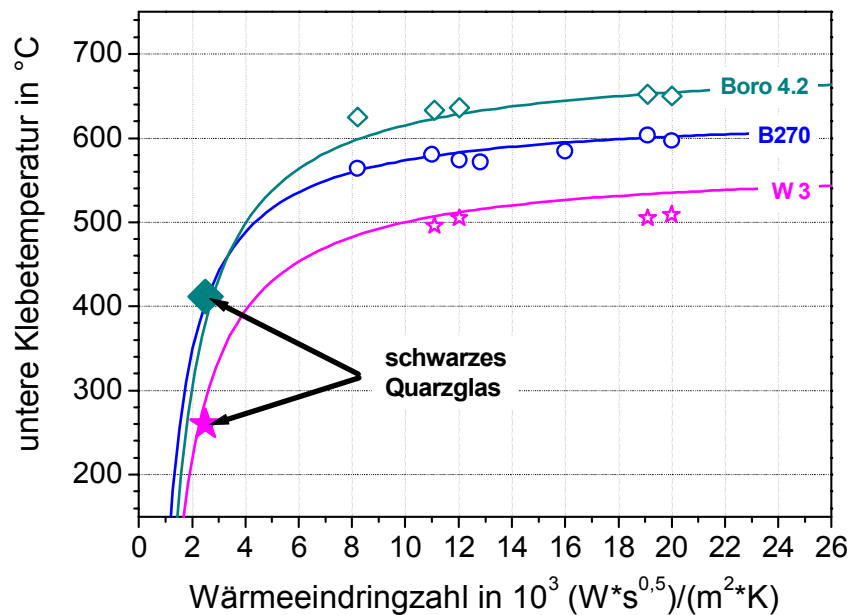


Abb. 6.5: Berechnete Vorhersage (Linien) und Messwerte (Punkte) der unteren Klebetemperaturen inklusive des Formenmodellwerkstoffs Quarzglas (mit Pfeil markiert) im Kontakt mit den 3 Glasarten.

6.2 Vergleich mit früheren Arbeiten

Nachfolgend sollen sowohl die Messergebnisse als auch deren Interpretation im Umfeld früherer bislang als widersprüchlich erscheinender Veröffentlichungen zum Klebeverhalten betrachtet werden. In Kap. 6.1 wurde gezeigt, dass die Viskositätsgrenze, die zum Kleben führt, praktisch unabhängig von den chemischen Eigenschaften der Formenoberfläche und auch von der chemischen Zusammensetzung des Glases ist. Die chemische Zusammensetzung des Glases bestimmt jedoch die η -T Kurve des Glases. Was dies bedeutet, wird sehr deutlich, wenn man die Arbeit von Winther/Schaeffer [5] unter diesem Aspekt betrachtet. Die Autoren bestimmen mittels isotherm durchgeführten Abzugskraftmessungen eine der in dieser Arbeit vorgestellten unteren Klebetemperatur ähnliche Größe von verschiedenen metallischen Formenwerkstoffen im Kontakt mit einer typischen Kalk-Natron-Silicatglasschmelze. Die verschiedenen Formenwerkzeuge zeigen annähernd gleiche Klebetemperaturen im Bereich 650 °C. Eine wesentlich interessantere Feststellung der durchgeführten Untersuchungen ist jedoch, dass durch Auslagern der Glasproben vor dem Verpressen in HCl-Atmosphäre die Klebetemperatur eines Aluminium-Bronzewerkstoffs deutlich um 110 K erhöht werden konnte (Abb. 6.6). Zusätzlich wurde festgestellt, dass

eine minimale HCl Konzentration, sowie eine Mindestauslagerungsdauer notwendig ist, um den Effekt der Erhöhung der Klebetemperatur festzustellen.

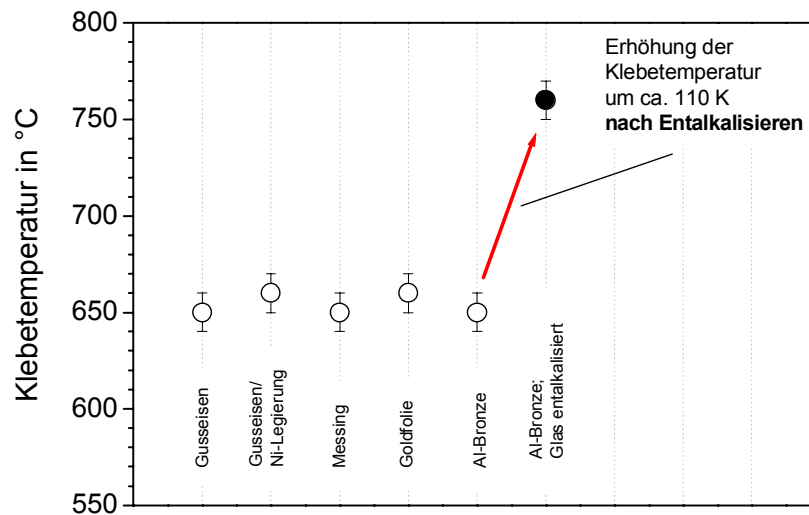


Abb. 6.6: Auszug aus den gemessenen Klebetemperaturen [5] von verschiedenen Formenwerkstoffen in Kontakt mit einem typischen Kalk-Natron-Silicatglas.

Die Autoren geben als Gründe hierfür zum einen die verringerte Alkalikonzentration in der Glasoberfläche und damit die verringerte Neigung Bindungen einzugehen an, zum andern wird, wenn auch nur am Rande, die durch die veränderte Glaszusammensetzung sich ergebende höhere Glastransformationstemperatur angeführt. Genau dies jedoch scheint im Bild der Viskositäts-Hypothese der wichtigere Punkt zu sein. Durch das Verringern des Alkaligehalts in der Glasschmelze wird sich die η -T Kurve des ehemaligen Kalk-Natron-Silicatglases zu höheren Temperaturen hin verschieben und schließlich auf die η -T Kurve von Kieselglas zustreben. Die Kontakttemperatur, die dann zum Unterschreiten der kritischen Viskosität führt, liegt deutlich höher. Somit setzt das erste Kleben erst bei höheren Formtemperaturen ein. Der geänderte Viskositäts-Temperatur-Verlauf wird mittlerweile auch von den Autoren als Hauptgrund für die Erhöhung der Klebetemperatur gesehen [64]. Dieses Beispiel zeigt deutlich, wie die chemische Zusammensetzung des Glases Einfluss auf das Kleben nimmt und zwar nicht wegen der an der Oberfläche ablaufenden anderen chemischen Prozesse, sondern durch die Änderung der Viskositätskurve.

Ebenso gehen aber auch die thermischen Eigenschaften der Werkstoffe in die Messungen ein. Kleine Werte der Wärmeindringzahlen führen zum Verringern der Klebetemperatur. Vermeintliche Widersprüche weiterer Veröffentlichungen die teilweise verschiedene Klebetemperaturen, teilweise keine Unterschiede feststellen konnten, können wie im Folgenden gezeigt wird, mit der hier aufgestellten Viskositäts-Hypothese erklärt werden.

Als Beispiel seien hier die Arbeiten von Fairbanks [6, 14-16] angeführt, der eine der unteren Klebetemperatur sehr ähnliche Größe („initial adherence“) misst. Abb. 6.7 zeigt qualitativ die Ergebnisse der Messungen von Fairbanks aufgetragen über der Wärmeeindringzahl der Formenwerkstoffe.

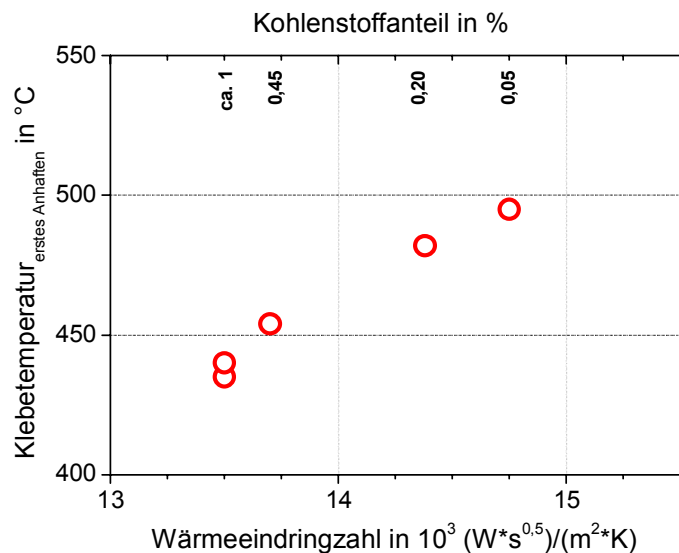


Abb. 6.7: Gemessene Klebetemperaturen [6] an Stählen mit verschiedenen Kohlenstoffanteilen.

Fairbanks stellt unter stark nichtisothermen Bedingungen fest, dass bei Stählen in Kontakt mit einer Kalk-Natron-Silicatschmelze mit zunehmendem Kohlenstoffanteil im Stahl das Kleben immer früher einsetzt. Eine Erklärung für diesen gemessenen Effekt gibt Fairbanks nicht. Im Bild der Viskositäts-Hypothese kann man diesen Effekt verstehen: Mit zunehmendem Kohlenstoffanteil nehmen die Wärmeeindringzahlen der verwendeten Stahlsorten immer mehr ab [65]. Effektiv erhält man in der Grenzfläche dadurch immer höhere Kontakttemperaturen, die letztlich zum Unterschreiten der kritischen Viskosität ausreichen. Das Kleben setzt also bei diesen getesteten Stahlproben mit großem Kohlenstoffanteil früher ein. Vergleicht man die Abhängigkeiten der unteren Klebetemperatur von den Wärmeeindringzahlen, so stellt man bei Fairbanks eine wesentlich stärkere Abhängigkeit fest. Auf welchen Effekten diese relativ großen Unterschiede beruhen, konnte nicht mit Sicherheit geklärt werden, da eine quantitative Beurteilung der Messwerte von Fairbanks aufgrund teilweise fehlender detaillierter Angaben zu den Experimenten (Pressdruck, Pressdauer, Punkt der Temperaturmessung etc.) nicht möglich war. Qualitativ passen jedoch auch die Ergebnisse von Fairbanks in das Bild der hier vorgestellten Viskositätshypothese.

Im Gegensatz zu den nichtisothermen Untersuchungen von Fairbanks zeigen die Arbeiten von Smrcek [10, 22, 23] das vermeintliche Gegenteil der bislang diskutierten Arbeiten. Smrcek zeigt anhand vieler Messreihen, dass die Zusammensetzung der Werkstoffe in erster Ordnung keinen Einfluss auf das Kleben nimmt. Die Versuchsführung von Smrcek war jedoch isotherm, was enorme Vereinfachungen bei der Ermittlung der Kontakttemperaturen mit sich bringt; so müssen z.B. bei den durchgeführten Berechnungen keine Wärmetransportprozesse berücksichtigt werden, da das Glas und die Formenwerkstoffe immer auf dem selben Temperaturniveau sind. Genau diese aber, nämlich die unterschiedlichen Wärmetransporteigenschaften der verschiedenen Werkstoffe, führen wie in der vorliegenden Dissertation und auch bei Fairbanks beobachtet, zu teilweise gravierenden Unterschieden in den Klebetemperaturen. Smrcek stellt zusätzlich fest, dass die verschiedenen Versuchsparameter wie z.B. Pressdauer und Pressdruck einen Einfluss auf die Klebeviskosität nehmen (vgl. Abb. 6.8).

Vergleicht man die in dieser Arbeit bestimmte Klebe-Viskosität mit der von Smrcek, so stellt man fest, dass bei einer ersten Betrachtung keine Übereinstimmung besteht. Bei einer Pressdauer von 5 Sekunden ergeben die Messwerte von Smrcek eine Klebeviskosität von $\eta \approx 10^{9,6}$ Pas. Es ist jedoch nicht möglich, die isotherm bestimmte Klebeviskosität 1 zu 1 direkt auf den stark nichtisothermen Fall zu übertragen. Führt man sich noch einmal die durch die Simulationsrechnungen (Kapitel 5.2.2) erhaltenen Temperaturverläufe in der Nähe der Grenzfläche vor Augen (Abb. 5.7 und Abb. 5.8), so stellt man fest, dass schon nach sehr kurzer Zeitdauer ein Großteil der Wärme aus dem Glas in den Stempel abgeführt wurde. Da davon ausgegangen wird, dass das Anhaften des Glases nur durch die Temperatur bzw. die Viskosität dominiert wird, muss man, um den isothermen (Glas bleibt lange auf gleicher hoher Temperatur) mit dem nichtisothermen Fall vergleichen zu können, in erster Ordnung bei verschiedenen Pressdauern vergleichen und zwar bei der Pressdauer, bei der das Glas im nichtisothermen Fall noch auf relativ hoher Temperatur/niedriger Viskosität ist. Nach den Ergebnissen der Simulationsrechnungen ist dies etwa im Bereich $t \leq 1,5$ Sekunden der Fall. Ermittelt man für diese Press- bzw. Kontaktdauer die kritische Viskosität im Diagramm von Smrcek, erhält man eine kritische Viskosität im Bereich von $\eta \approx 10^9$ Pas, die recht gut mit den in dieser Arbeit ermittelten Klebeviskositäten übereinstimmt.

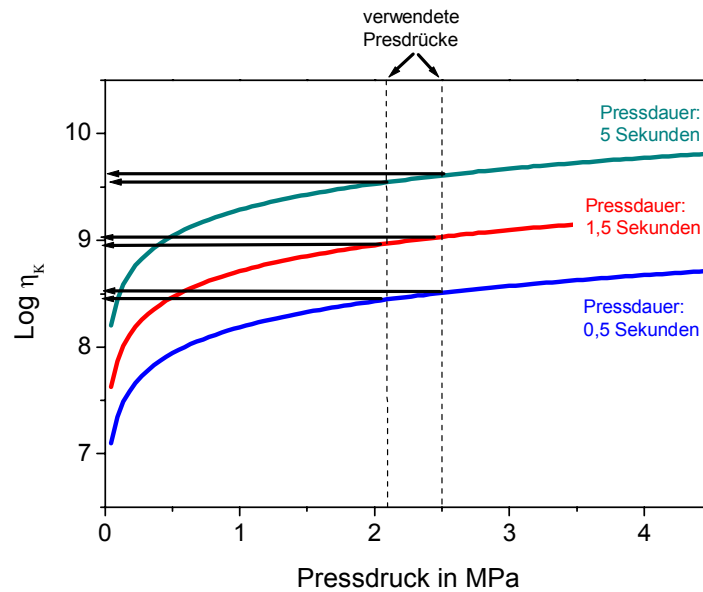


Abb. 6.8: Kritische Viskosität, die zum Kleben führt, als Funktion des Pressdrucks und der Pressdauer aus isothermen Messungen von Smrcek [10, 22, 23].

Es lässt sich also zusammenfassen:

Die Kernaussage von Smrcek, dass die Viskosität die das Kleben am stärksten beeinflussende Größe ist, deckt sich mit den hier erzielten Ergebnissen. Die von ihm festgestellte Abhängigkeit der Klebetemperaturen und damit der Klebeviskositäten vom Parameter Presskraft, die teilweise auch in anderen Veröffentlichung [20] und [66] beobachtet wurde, konnten aufgrund von technischen Randbedingungen¹⁸ im Rahmen dieser Dissertation nicht untersucht werden.

Eine kürzlich durchgeführte Untersuchung [13] an einem Spezialglas (Natron-Phosphat-Lithiumglas, Abk.: „NaPoLi“) bestätigt ebenfalls die hier vorgestellte Hypothese. In der Arbeitsgruppe von Hessenkemper wurden drei verschiedene Formenwerkstoffproben mit dem schmelzflüssigen Glas übergossen. Aus den Ergebnissen wird geschlossen, dass das Kleben bei Unterschreiten einer kritischen Viskosität einsetzt. Der Effekt der Viskosität wird in diesem Fall besonders deutlich, da sich die η -T-Kurve des NaPoLi-Glases enorm von den in dieser Arbeit verwendeten Gläsern unterscheidet. In Zahlen ausgedrückt heißt dies, dass das Kleben bei Kontakt-Temperaturen von ca. 300 °C einsetzt. Bestimmt man die dazugehörige Kontakt-Viskosität, erhält man einen Wert im Bereich $\eta \approx 10^{7,8}$ Pas, wobei

¹⁸ Mit der aufgebauten Prüfapparatur ist es nicht möglich, Presskraftvariationen über mehrere Größenordnungen hinweg wie in [10, 64, 65] durch zu führen.

der Wert eine relativ große Unsicherheit aufweist¹⁹. Vergleicht man diesen Wert mit den in dieser Arbeit ermittelten kritischen Viskositäten, die zum Kleben führt, so stellt man zwar nur eine ungefähre Übereinstimmung der kritischen Größe, jedoch eine klare Übereinstimmung der Kernaussage, nämlich die Existenz einer kritischen Viskosität, ab der das Kleben einsetzt, fest.

Es lässt sich zusammenfassend herausstellen, dass all diese Argumente und Übereinstimmungen dafür sprechen, dass die hier vorgestellte Hypothese der Grenzflächenviskosität allgemein gültig ist.

¹⁹ Bedingt durch den experimentellen Aufbau erhält man große Unsicherheiten in der Viskosität in der Größenordnung einer Zehnerpotenz.

7 KLEBEVERHALTEN VON BESCHICHTETEN FORMENWERKSTOFFEN

Ausgehend von den Messergebnissen aus Kap. 4, der Betrachtung der thermischen Verhältnisse in Kap. 5, der Diskussion in Kap. 6 und der dort aufgezeigten Tendenz, dass das erste Ankleben von Glas an allen Formenwerkstoffen hauptsächlich durch die Grenzflächenviskosität des Glases dominiert wird, werden in diesem Kapitel Ergebnisse von Messungen an beschichteten Formenwerkstoffen präsentiert und im Anschluss daran diskutiert.

7.1 Messungen an beschichteten Formen

Für die Messungen an beschichteten Formenwerkzeugen wurden teilweise in der Industrie schon gebräuchliche, sowie auch innovative Beschichtungen des Fraunhofer IWM herangezogen. Durch die Auswahl von Schichten mit hoher/niedriger Wärmeeindringzahl auf Grundmaterialien mit jeweils hoher und niedriger Wärmeeindringzahl wurde versucht, den Einfluss der thermischen Kenngrößen der Schichten auf das Kleben zu testen. Auf ausführliche Untersuchungen an mit Trennmittel bzw. ölhaltigen Schmiermitteln vorbehandelten Formenwerkstoffen wurde verzichtet, da dieser Effekt schon in zahlreichen früheren Arbeiten untersucht wurde [9, 67, 68]. Es ist zu erwarten, dass die Klebetemperaturen aller behandelten Werkstoffe signifikant angehoben würde. Die Gründe sind in Kapitel 8 diskutiert.

7.1.1 Ergebnisse

Die im Rahmen der Dissertation getesteten Formenwerkstoffe mit PVD-Schichten²⁰ wiesen Schichtdicken im Bereich von 1 μm auf. Die Schichtdicke der industriell gebräuchlichen Schicht (Jetcode) betrug ca. 3 μm . In Tab. 8 und Tab. 9 sind die getesteten Systeme mit den gemessenen Klebetemperaturen im Kontakt mit den Gläsern B270 und W3 aufgeführt:

²⁰ PVD = Physical Vapour Deposition.

<i>In Kontakt mit B270</i>	Untere Klebe- temperatur in °C	Obere Klebe- temperatur in °C
Jetcode auf Stahl (1.7335)	587,5	656,5
TiAlN auf Stellite	551	596
AlN auf AlN Keramik	576	608
Zwei AlN-Schichten auf AlN Keramik	533	625
TiAlN/ZrN (super lattice) auf Gusseisen GGG 40	570	592
Nickelbasislegierung mit chromhaltiger Schicht	573,5	670
TiAlN auf RGM 17 ²¹	551	602

Tab. 8: Ergebnisse der Klebetemperaturbestimmung von verschiedenen beschichteten Formenwerkstoffen im Kontakt mit B270.

<i>In Kontakt mit W3</i>	Untere Klebe- temperatur in °C	Obere Klebe- temperatur in °C
TiAlN auf RGM 17	493	533
PtAu5 auf RGM17	498	522,5

Tab. 9: Ergebnisse der Klebetemperaturbestimmung von verschiedenen beschichteten Formenwerkstoffen mit W3

Aus Gründen der übersichtlicheren Darstellung der nachfolgenden Graphen wurde jedem unbeschichteten/ beschichteten Werkstoff eine Zahl zugeordnet. Die Zuordnung ist nachfolgend für B270 aufgelistet:

- | | |
|-------------------------|----------------------------------|
| (1) Stellite | (2) TiAlN auf Stellite, |
| (3) NBL ²² , | (4) Chromhaltige Schicht auf NBL |

²¹ CrNi-Stahl (1.4057)

²² Spezielle Nickelbasislegierung

- | | |
|--|---|
| (5) Gusseisen GGG40 | (6) TiAlN/ZrN (superlattice) [69] auf GGG40 |
| (7) RGM 17 | (8) TiAlN auf RGM 17 |
| (9) borierter Stahl ²³ (1.7335) | (10) Jetcode auf Stahl (1.7335) |
| (11) AlN Keramik | (12) AlN-Schicht auf AlN Keramik |
| (13) Zwei AlN-Schichten auf AlN Keramik | |

Die Zuordnung der mit W3 getesteten unbeschichteten und beschichteten Formenwerkstoffe ist:

- | | |
|----------------------|----------------------|
| (14) RGM 17 | (15) TiAlN auf RGM17 |
| (16) PtAu5 auf RGM17 | |

Abb. 7.1 und Abb. 7.2 zeigen mit der Glasart B270 das typische Verhalten. Mit dem Aufbringen von dünnen Schichten verschiebt sich die untere Klebetemperatur mit einer einzigen Ausnahme zu kleineren Werten hin. Ein ähnlich einheitliches Verhalten ist bei den gemessenen oberen Klebetemperaturen nicht festzustellen. Einerseits findet man ebenfalls ein Absinken der oberen Klebetemperaturen, andererseits stellt man bei speziellen Grundmaterial-Schicht-Kombinationen ein Ansteigen der oberen Klebetemperatur fest. Analog hierzu sind auch die Ergebnisse mit Bleikristallglas (Abb. 7.3 und Abb. 7.4). Auf Untersuchungen von beschichteten Formenmaterialien in Kontakt mit Borosilikatglas wurde verzichtet.

²³ Eine komplett unbehandelte Stahlprobe (1.7335) stand als Vergleich nicht zur Verfügung.

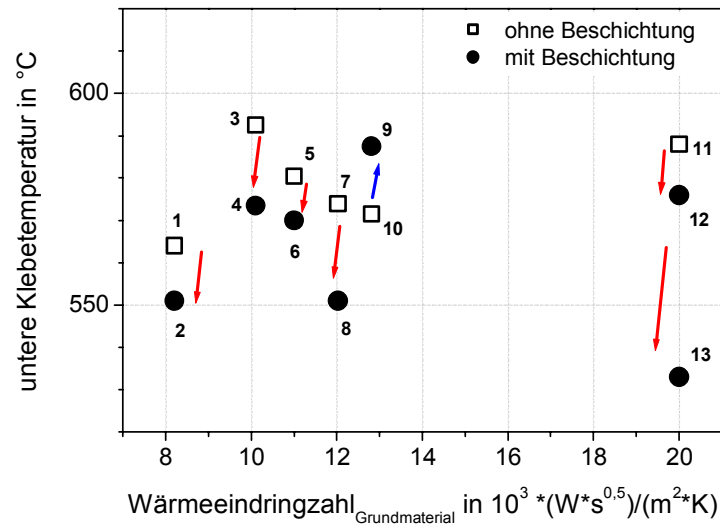


Abb. 7.1: Gemessene untere Klebetemperaturen von unbeschichteten und beschichteten Formenwerkstoffen in Kontakt mit B270. Die Zahlen neben den Messpunkten bezeichnen die jeweiligen Formenwerkstoffe (siehe Text).

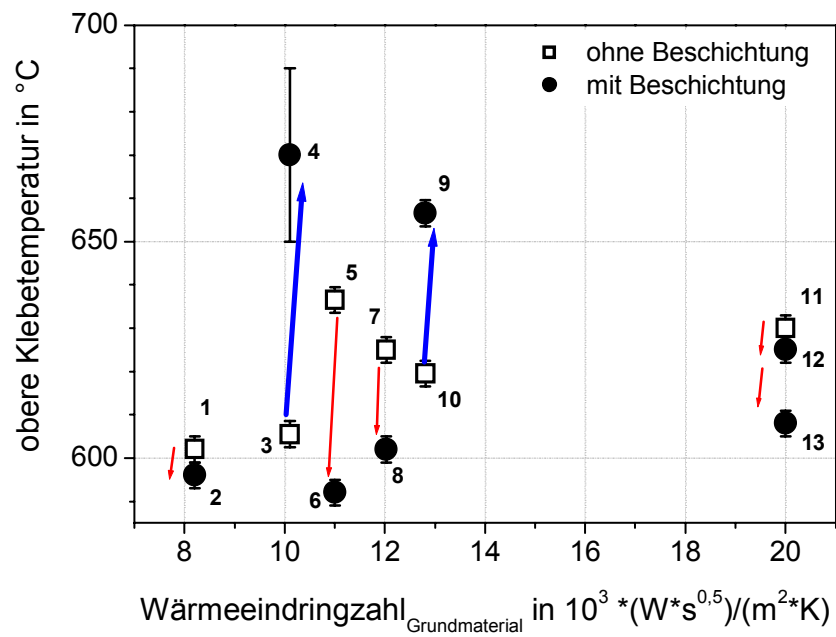


Abb. 7.2: Gemessene obere Klebetemperaturen von unbeschichteten und beschichteten Formenwerkstoffen in Kontakt mit B270 (Beschriftung wie in Abb. 7.1).

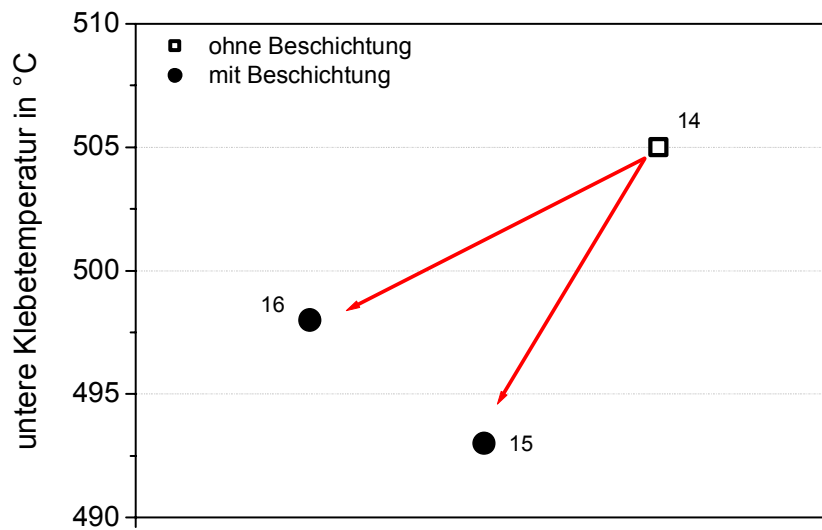


Abb. 7.3: Graphische Darstellung der gemessenen unteren Klebetemperaturen von unbeschichtetem (offenes Symbol) und beschichtetem Edelstahl (geschlossene Symbole) der Sorte RGM 17 in Kontakt mit W3.

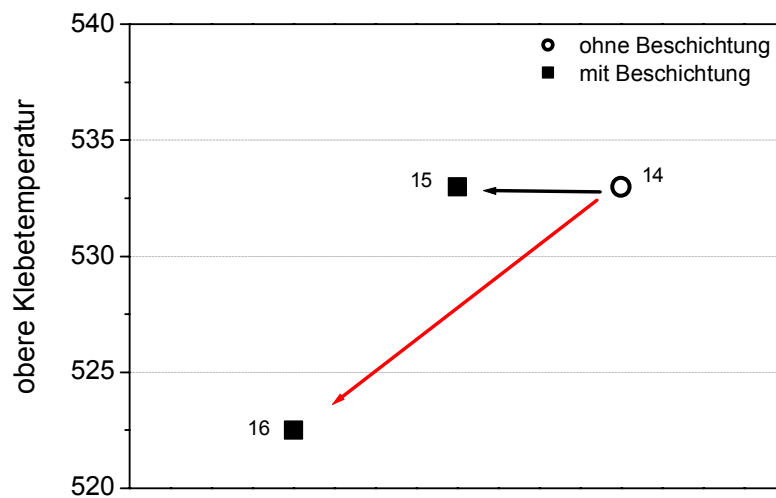


Abb. 7.4: Graphische Darstellung der gemessenen oberen Klebetemperaturen von unbeschichtetem (offenes Symbol) und beschichtetem Edelstahl (geschlossene Symbole) der Sorte RGM 17 in Kontakt mit W3.

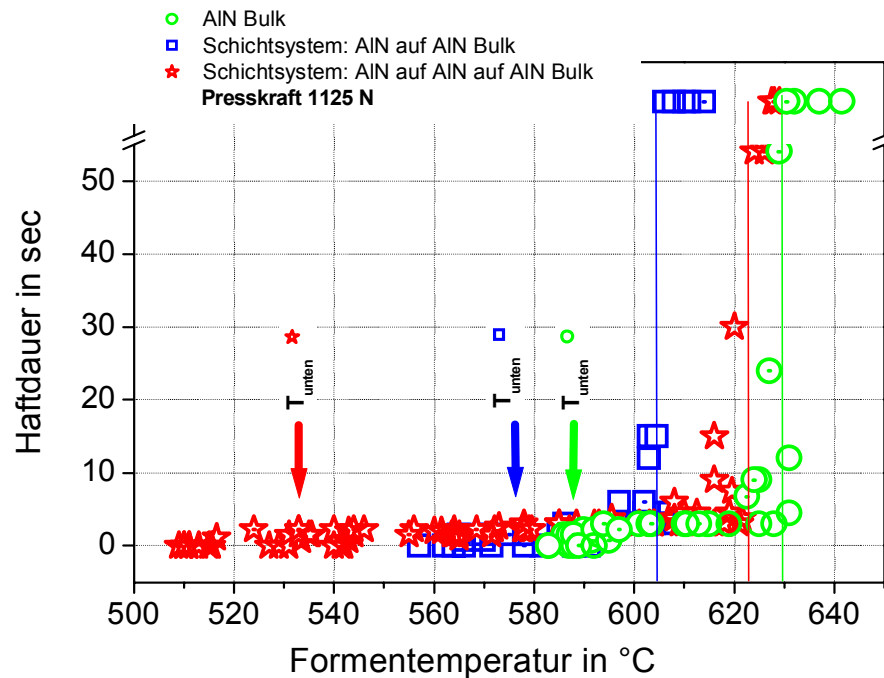


Abb. 7.5: Gemessene Haftdauerkurven jeweils mit gleichen Pressparametern am Werkstoff AlN, AlN mit AlN Beschichtung und AlN mit 2 AlN Beschichtungen.

Abb. 7.5 zeigt den gemessenen Effekt noch einmal besonders eindrucksvoll am Beispiel der Aluminiumnitridkeramik. Zwischen den gemessenen unteren Klebetemperaturen besteht eine Temperaturdifferenz von ca. 55 K. Die Schichtdicke der ersten AlN-Schichten betrug ca. 1 μm , die Schichtdicke der zweiten Schicht betrug ca. 3 μm .

7.2 Diskussion

Aus den Ergebnissen ist deutlich zu erkennen, dass das erste Kleben durch Aufbringen einer dünnen Beschichtung schon bei niedrigeren Temperaturen im Vergleich mit dem Grundwerkstoff auftritt. Der Effekt ist bei Schichten mit relativ großen Wärmeindringzahlen (PtAu_5) und Schichten mit kleinen Wärmeindringzahlen (TiAlN) annähernd gleich stark ausgeprägt. Es scheint, dass weder thermischen Eigenschaften, noch die chemische Zusammensetzung der Schicht die dominierenden Faktoren sind, die zum Absenken der Klebetemperatur führen. Aus diesem Grund wurden Versuche mit dem Werkstoff AlN bzw. mit AlN-Beschichtungen auf dem AlN Grundwerkstoff durchgeführt. Es kann davon ausgegangen werden, dass in der aufgebrachtten AlN-Schicht annähernd gleiche Wärme-transportbedingungen vorherrschen wie in dem AlN-Bulkmaterial. Der Grund für das bei

tieferen Temperaturen beobachtete Kleben (Abb. 7.2) muss demnach ein anderer sein. Aus verschiedenen Gebieten der Physik ist wohl bekannt, dass dünne Schichten im Bereich kleiner $1\mu\text{m}$ thermisch isolierend wirken können, also eine Wärmebarriere bilden können, selbst dann, wenn die aufgetragenen Schichten hohe Wärmeleitfähigkeiten bzw. Wärmedurchdringungszahlen vorweisen, wie in [70] am Beispiel von dünnen Goldschichten gezeigt. Da die ankommende Wärmemenge somit langsamer abgeführt wird, steigt die Temperatur in der Grenzfläche an, u. U. wird die Kontakt-Temperatur die zur Klebe-Viskosität führt überschritten, und das untere Kleben setzt bei niedrigeren Formtemperaturen ein. Durch Aufbringen einer weiteren Schicht und damit verbunden einer weiteren Grenzfläche-/Wärmebarriere wird der Effekt verstärkt. Die untere Klebetemperatur sinkt noch weiter ab. Deutlich ist dies für die Werkstoffprobe mit zwei AlN Schichten auf dem AlN-Bulkmaterial zu sehen (Abb. 7.5).

Dieser hier unerwünschte Effekt, dass dünne Schichten Wärmebarrieren an der Grenzfläche bilden und den Abtransport der ankommenden Wärme blockieren, wird in anderen Gebieten der Heißformgebung technisch ausgenutzt. So werden z.B. auf die Werkzeugsätze von Spritzgussmaschinen für die Herstellung von Kunststoffbauteilen dünne Schichten aufgebracht [71]. Diese Maßnahme dient dazu, ohne zusätzliche Werkzeugheizung höhere Formgebungstemperaturen zu erreichen. Die Energieeinsparung durch verringerte Heizleistungen ist offensichtlich.

Eine Ausnahme bildet die mit Jetcode industriell beschichtete Stahlprobe. Sie ist die einzige Probe, bei der die untere Klebetemperatur durch das Beschichten ansteigt. Der Grund hierfür findet sich schnell bei der optischen Charakterisierung der Glaspresslinge. Auf einem Großteil der Gläser finden sich Abriebpartikel, die wahrscheinlich Bestandteile der Beschichtung waren. Dies führt im Allgemeinen zu einem Ansteigen der unteren Klebetemperatur. Für die Erklärung sei an dieser Stelle auf Kapitel 8 verwiesen, wo die Gründe, die dazu führen, ausführlich diskutiert werden.

Das Verhalten der oberen Klebetemperatur differiert stark von dem der unteren Klebetemperatur. Durch Aufbringen einer Beschichtung kann man durchaus erreichen, dass die obere Klebetemperatur deutlich erhöht wird. Man kann durch Beschichtungen also erreichen, dass das Temperaturintervall zwischen unterer und oberer Klebetemperatur vergrößert wird. Das bedeutet, dass anhaftende Presslinge länger ohne Beschädigung der Formenwerkzeugoberfläche wieder abgelöst werden können - das Formenwerkzeug verhält sich in der Glasproduktion „gutmütiger“, da das Überschreiten der unteren Klebetemperatur um einige 20 Kelvin nicht immer automatisch zu einem totalen Zerstören der Formen führt. Die Gründe für das Erhöhen der oberen Klebetemperatur sind noch nicht geklärt. Es wird jedoch vermutet, dass durch das Aufbringen von speziellen Schichten, eine Diffusionsbarriere erzeugt wird und dadurch die starke Haftung unterdrückt wird (Nr. 3 und 4).

Deutlich wird dies am Beispiel der chromhaltigen Schicht auf der Nickellegierung. Ein ähnlicher Effekt ist in [67] beschrieben. Pahnke stellt fest, dass das Aufbringen von chromhaltigen Schichten starkes Ankleben verhindern kann. Sie zeigt weiter mittels mikroskopischer Untersuchungen an Schliffen von eingesetzten Formen, dass die im Glaskontakt sich bildende Cr_2O_3 -Schicht [72] den darunter liegenden Stahl vor Oxidation schützt (Abb. 7.6). Zusätzlich konnte durch chemische Analysen nachgewiesen werden, dass sich im Laufe des Versuchs in der Schicht kein Eisen angereichert hat. Die chromhaltige Schicht wirkt also als Diffusionsbarriere für die Eisenatome. Pahnke geht davon aus, dass dieser Effekt für das vermindert starke Ankleben verantwortlich ist. Andere getestete Schichten wie z.B. NiW zeigten diesen Effekt der Diffusionsbarriere und damit der verringerten Klebeigung nicht. Um mehr Informationen über die ablaufenden Vorgänge im Bereich der oberen Klebetemperatur zu gewinnen und den Prozess besser beschreiben zu können, sind jedoch weiterführende Untersuchungen notwendig.

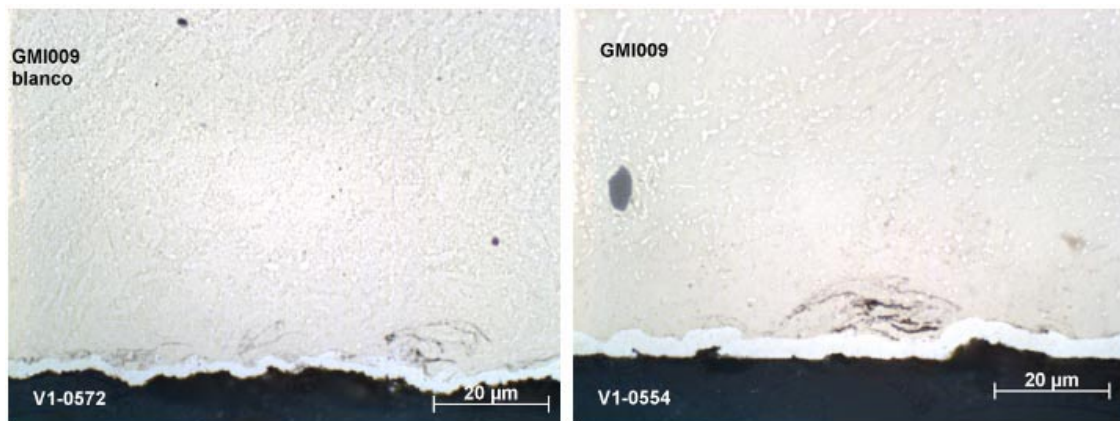


Abb. 7.6: Lichtmikroskopische Aufnahme im Querschnitt vor und nach dem Glaskontakt (Cr-Schicht auf Edelstahl). Es sind keinerlei Zerstörungen des unten liegenden Stahls sichtbar. Die leichten Beschädigungen stammen von der Probenpräparation [73].

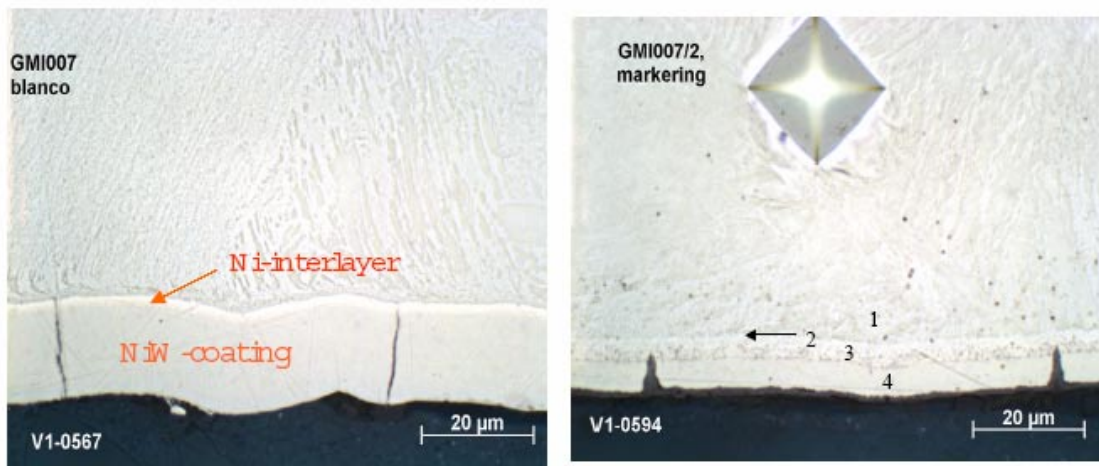


Abb. 7.7: Lichtmikroskopische Aufnahme im Querschnitt vor und nach dem Glaskontakt (NiW-Schicht auf Edelstahl). Deutlich zu sehen sind die Risse in der Beschichtung. Die Metallprobe ist durch den Kontakt mit der Glasschmelze zerstört [67]. Die Zahlen im rechten Bild haben in diesem Fall keine Bedeutung.

In anderen Bereichen der Heißformgebung z.B. in der Herstellung von Präzisionsoptiken, Mikrolinsen etc. ist es nahezu immer notwendig, weit oberhalb der unteren Klebetemperatur zu arbeiten. Die Viskosität des Glases muss niedrig genug sein, damit die gewünschten Strukturen ausgeformt werden können. In diesen Fällen wird der Effekt, dass das Aufbringen von speziellen Schichten das starke Kleben, das zu einer nicht mehr separierbaren Bindung führt, unterbindet, technisch ausgenutzt. Abgeschlossene und teilweise noch laufende Forschungsvorhaben zielen genau auf diese Thematik [69, 74]. Abb. 7.8 zeigt den genannten Fall am Beispiel eines unbeschichteten Werkstoffs. An einem Formenwerkstoff mit rauer Oberfläche wurden zuerst Klebemessungen mit B270 durchgeführt. Trägt man die Rauheit der Glasoberflächen als Funktion der Formentemperatur auf und vergleicht diese mit der Oberfläche des Formenwerkstoffs, stellt man fest, dass man, um eine weitgehende Ausformung der Topographie zu erreichen, weit oberhalb der unteren Klebetemperatur arbeiten muss. Ein schadensfreies Separieren war in diesem Fall schon weit unterhalb der vollständigen 1:1 Ausformung nicht mehr möglich. Hätte man die Option die obere Klebetemperatur zu erhöhen so wäre es möglich, ein Ausformen zu erreichen und dabei Form und Glas noch schadensfrei zu separieren.

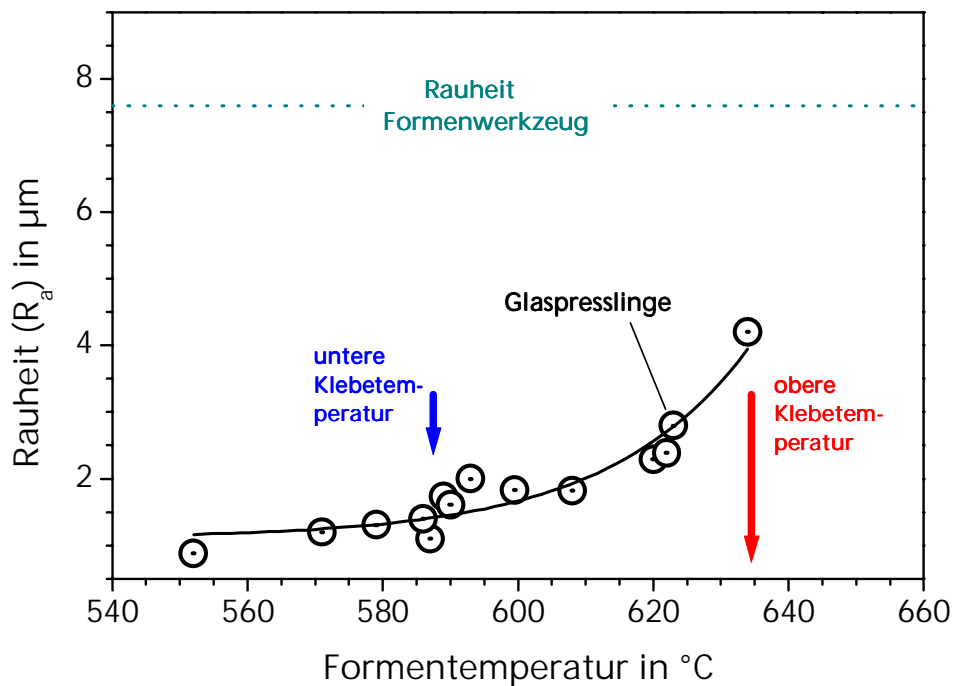


Abb. 7.8: Mittels Rauheitsmessgerät gemessene Ausformung der Glaspresslinge als Funktion der Formtemperatur. Mit eingezeichnet ist die Rauheit der Formenoberfläche.

Trotz alledem findet man in der Glasliteratur zahlreiche Vorschläge von Schicht-Substrat-Kombinationen, die zum Erhöhen der „Klebetemperatur“ führen sollen. Teilweise handelt es sich hierbei um Beschichtungen wie beispielsweise BN. Diese „Beschichtungen“ haben jedoch nicht die Wirkung einer festen Schicht, sondern verhalten sich tendenziell wie ein Schmiermittel. Die aufgetragenen Schichten geben nach und nach Partikel an die Gläser ab, was zwar scheinbar die Klebetemperatur erhöht, aber auch die Qualität der hergestellten Glasartikel mindert [24]. Ein klarer Beleg hierfür ist, dass diese Beschichtungen relativ häufig erneuert werden müssen und dass Teile der Beschichtung auf den Glasoberflächen nachgewiesen werden können.

8 OBERFLÄCHENRAUHEIT, VERSCHLEIß UND ABRIEB

Zusätzlich zu der Möglichkeit, die Heißformgebung noch ohne Kleben durchführen zu können, sind minimaler Verschleiß, sowie möglichst abriebfreie Abformung weitere wichtige Forderungen der Glasindustrie an die Formenhersteller. Im nachfolgenden Kapitel werden die Ergebnisse der praxisähnlichen Tests dieser wichtigen Eigenschaften präsentiert und anschließend diskutiert. Parallel zu den Klebemessungen wurden an den selben Formenwerkzeugen auch Messungen zum Verschleiß und zur Partikelabgabe durchgeführt.

8.1 Verschleiß und Oberflächenrauheit

Um die Möglichkeit zu erhalten, die Alterung bzw. den Verschleiß und damit direkt verbunden die Zunahme an Rauheit mit fortschreitender Zahl der verpressten Glasposten zu untersuchen, wurden die Oberflächen der Stempel vor Beginn der Tests, soweit dies aufgrund der Werkstoffstruktur möglich war, auf annähernd gleiche Oberflächenrauheiten mit Werten in der Größenordnung $R_{ms} \approx 0,04 \mu\text{m}$ poliert. Abb. 8.1 zeigt die Oberflächenprofile einiger verwendeter Stempel nach ihrem Einsatz in der Prüfapparatur nach dem Kontakt mit B270. Die Rauheitsmessungen wurden mit einem Tastschnitt-Messgerät²⁴ durchgeführt. Wie deutlich aus der Graphik entnommen werden kann, ist der Stellite nach 2,5-facher Einsatzdauer gegenüber der Bronze und dem Gusseisen immer noch wesentlich glatter. Wenngleich die verschlissenen Oberflächen der Formen nicht im Maßstab 1:1 abgeformt werden, so sieht man trotzdem die großen Rauheitsunterschiede der Oberflächen der mit den jeweiligen Formenwerkzeugen verpressten Glasposten (Abb. 8.2). Inwieweit sich die im Laufe der Untersuchungen ändernde Oberflächetopographie auf die Kontakt- bzw. Wärmeübergangsbedingungen (Kapitel 5.2) auswirkt, wurde in dieser Arbeit nicht näher untersucht. Die Problematik bei der industriellen Glasherstellung, die sich aus dem Verschleiß der Werkstoffe ergibt, sei hier noch einmal explizit aufgezeigt: Das Herstellen eines hochwertigen Glasartikels, wie zum Beispiel eines Parfümflakons, ist mit verschlissenen Werkzeugen wie in Abb. 8.1 gezeigt nicht mehr möglich. Glasartikel deren Oberflächenqualität von untergeordneter Bedeutung ist, können unter Umständen noch hergestellt werden. Dem Schwund der Form bedingt durch den Verschleiß wird bis zu einem

²⁴ Hommel-Tester T8000

bestimmten Grad durch Mehrzugabe von Glas in die Form begegnet, was jedoch mit einem zusätzlichen Kostenaufwand verbunden ist.

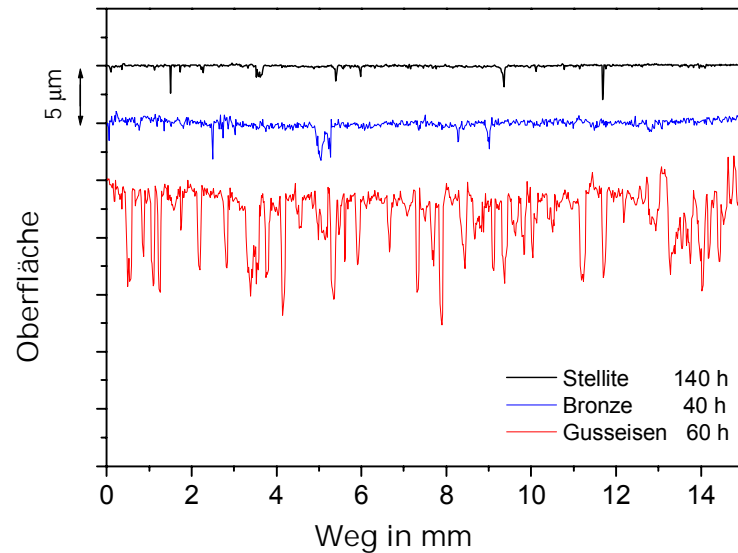


Abb. 8.1: Profile einiger Stempelmateriale mit zuvor gleicher Anfangsoberflächenrauheit nach verschiedenen Stunden Einsatz in Kontakt mit B270.

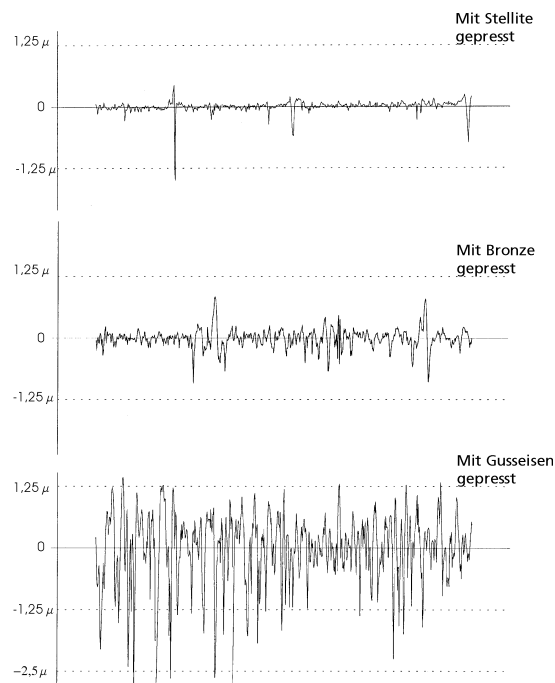


Abb. 8.2: Rauheiten der Glasoberflächen nach dem Verpressen mit verschiedenen Formwerkzeugen bei jeweils gleichen Stempeltemperaturen ($T_{2,5mm} = 600^{\circ}\text{C}$).

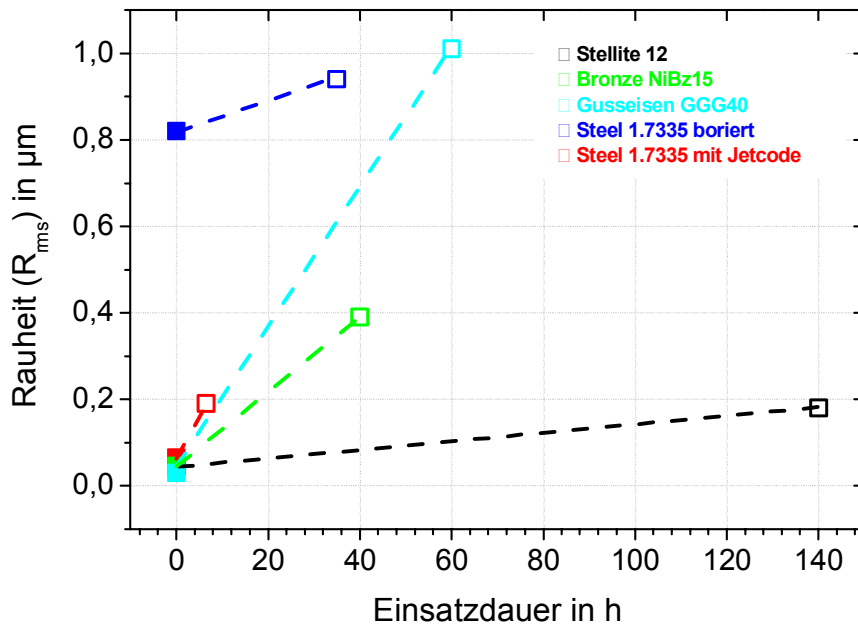


Abb. 8.3: Zunahme der Oberflächenrauheit verschiedener Werkstoffe im Kontakt mit B270 als Funktion der Einsatzdauer (lineare Interpolation).

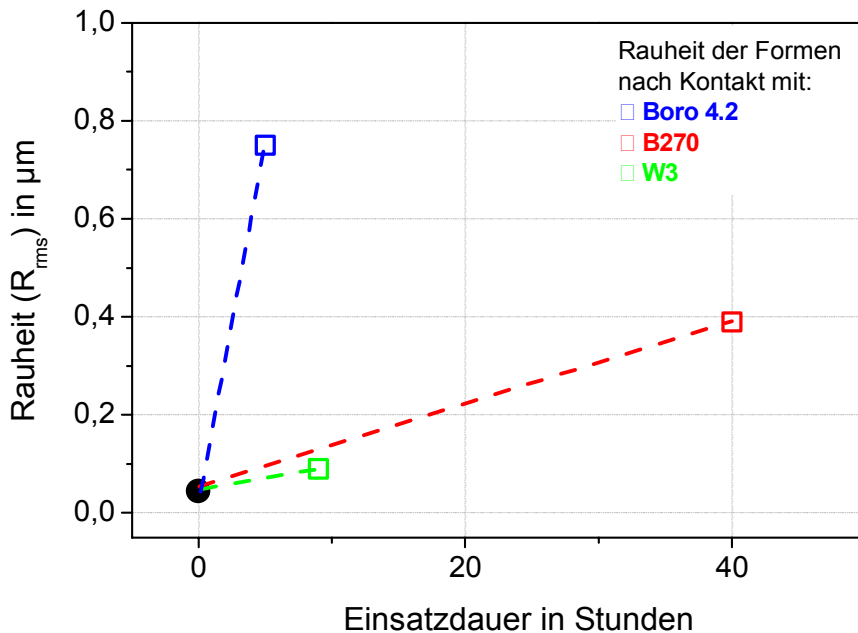


Abb. 8.4: Zunahme der Oberflächenrauheit des Formenwerkstoffs Bronze (NiBz15) nach Kontakt mit den verschiedenen Gläsern (lineare Interpolation). Die Formenwerkzeuge wurden verschieden lang in der Prüfapparatur betrieben.

Abb. 8.3 zeigt in linearer Interpolation den Verschleiß der getesteten Formenwerkstoffe in Kontakt mit B270. Deutlich zu sehen ist, dass der Formenwerkstoff aus Gusseisen und die mit Jetcode beschichtete Stahlprobe wesentlich stärker verschleifen als alle anderen Formenwerkstoffe. Auf diesen Sachverhalt wird in der Diskussion noch näher eingegangen.

Verschleißmessungen der Formenwerkstoffe in Kontakt mit den anderen Glasarten ergeben qualitativ ähnliche Graphen. Vergleicht man den Verschleiß der verschiedenen Formenwerkstoffe nach Kontakt mit den unterschiedlichen Glasarten, so sieht man qualitativ eine ähnliche Graphik wie Abb. 8.3. Man erhält jedoch absolut betrachtet verschieden starken Verschleiß, abhängig davon mit welcher Glasart der Werkstoff beaufschlagt wurde. Abb. 8.4 zeigt dies besonders deutlich am Beispiel des Bronzeworkstoffs.

8.2 Abrieb

Der dritte Gütefaktor in der Beurteilung eines Formenwerkstoffs ist seine Beständigkeit gegenüber Partikelabgabe an das verpresste Glas. Wird nach dem Verpressen die Presse geöffnet und Glas und Form getrennt, so verläuft der Trennriss „normalerweise“ entlang der Grenzfläche. Unter Umständen kann es aber auch dazu kommen, dass die Rissfront in eine der beiden Phasen abgelenkt wird. Es entsteht so ein Kohäsionsbruch [9]. Dies kann dazu führen, dass Teile der auf der Formenoberfläche entstandenen Zunderschicht (oder aber der aufgetragenen Trennmittelschicht) bis hin zu größeren Bruchstücken aus dem Formenwerkzeug herausgerissen werden und auf dem Glas anhaften (Abb. 8.5).

Um sich bei den mikroskopischen Charakterisierungen besser auf den Presslingen und den Stempeln orientieren zu können, wurde zuvor auf dem Unterstempel ein Fadenkreuz eingeritzt. Dadurch wird es möglich, auch die Lage sehr kleiner Partikel auf der Glasoberfläche (vgl. Abb. 8.7) und auf der Stempeloberfläche zuzuordnen. Partikel wurden im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen nur auf Presslingen gefunden, die mit dem Formenwerkzeug aus Gusseisen und dem mit Jetcode beschichteten Stahl verpresst wurden. Ein Beispiel eines solchen Partikelübertrags ist in Abb. 8.6 (lichtmikroskopisch) und in Abb. 8.7 (elektronenmikroskopisch) dargestellt. Abb. 8.8 zeigt das Ergebnis der durchgeführten detaillierten Elementanalyse des Partikels und bestätigt die Vermutung, dass es sich um einen übertragenen Zunderpartikel handelt.

Auch nach intensiven mikroskopischen Untersuchungen wurden auf den mit anderen Formenwerkstoffen verpressten Gläsern keine Partikel gefunden, was den Schluss nahe legt, dass diese Formenmaterialien wesentlich resistenter gegen Partikelabgabe sind.

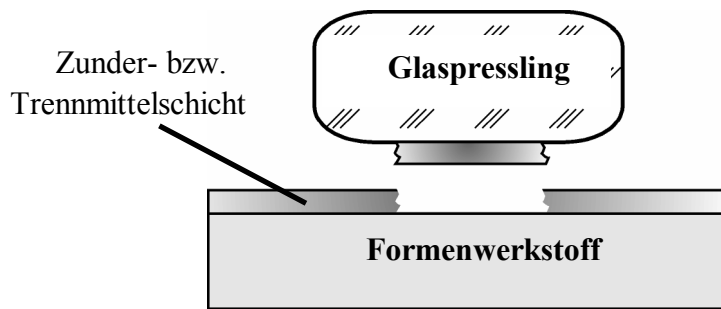


Abb. 8.5: Schema zum Trennvorgang Pressling / Gusseisenform im Bereich der Klebetemperatur. Nach der Pressung verläuft der Trennriss, der zur Enthftung führt, nicht in der Grenzfläche zwischen Glas und Formenwerkstoff, sondern teilweise in der Zunder- schicht des Formenwerkzeugs und löst Teile dieser Schicht ab.

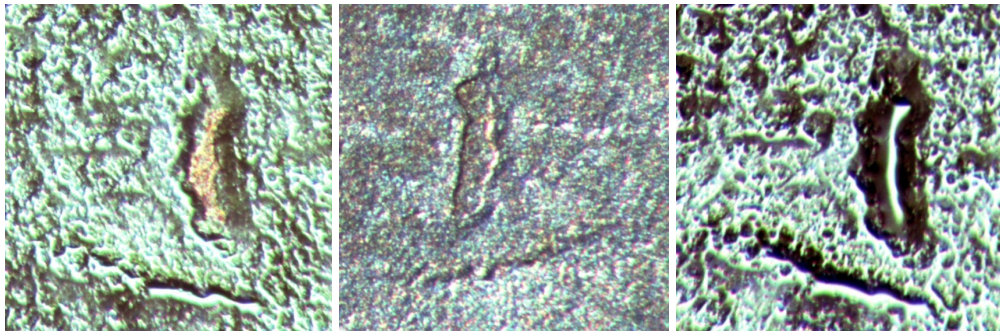


Abb. 8.6: Lichtmikroskopische Aufnahmen. Links: Glasoberfläche mit übertragenem Zunderpartikel (brauner Bereich); Mitte: Oberfläche des Formenwerkstoffs mit Defekt; Rechts: Nachfolgender Pressling mit abgeformtem Defekt.

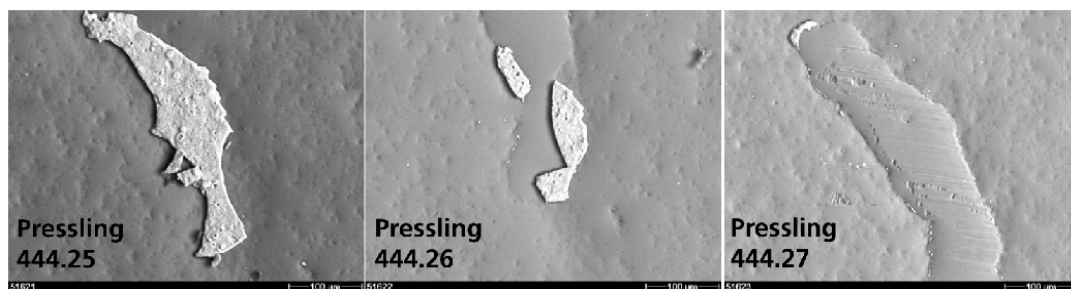


Abb. 8.7: REM-Aufnahmen des gleichen Oberflächenbereichs von 3 aufeinander folgenden Presslingen. Links ist deutlich ein beim Ablösen abgerissener eisenhaltiger Partikel zu sehen. Beim darauf folgenden Pressling (Mitte) wird immer noch ein wenig Material übertragen. Beim nächsten Pressling (rechts) findet man nur noch wenige eisenhaltige Reste auf dem Glas.

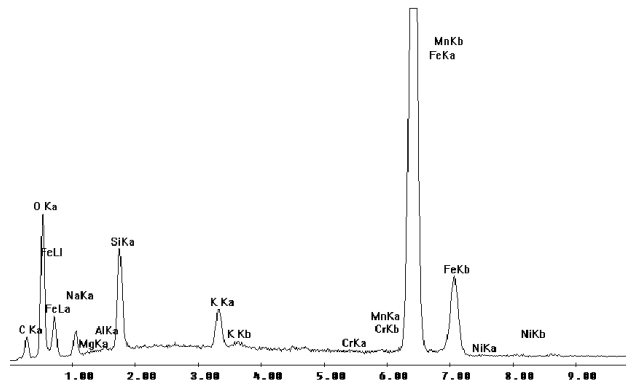


Abb. 8.8: Ergebnis der energiedispersiven Röntgenanalyse des übertragenen Partikels auf der Glasoberfläche. Eine quantitative Auswertung belegt, dass der Partikel im Wesentlichen aus Eisen und Sauerstoff besteht.

8.3 Diskussion

Der Effekt der Alterung der Stempel kann deutlich an den nachfolgenden Graphen diskutiert werden. Abb. 8.9 zeigt Ergebnisse erster Haftdauermessungen an Gusseisen.

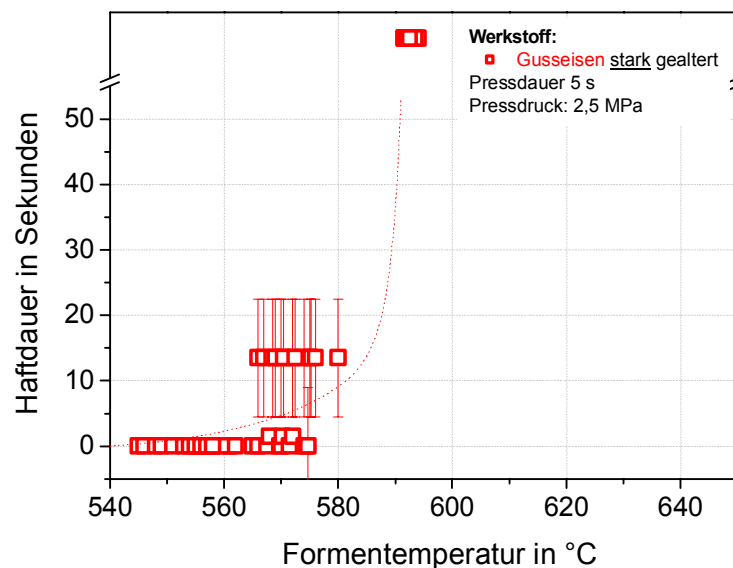


Abb. 8.9: Ergebnisse erster Haftdauermessungen am Werkstoff Gusseisen, die (noch) eine relativ große Streuung zeigen (siehe Text), da an dieser Form die Enthaftungsprozedur entwickelt wurde.

Zu den Ergebnissen ist folgendes anzumerken:

Im Laufe dieser und nachfolgender Messreihen wurde die Enthaftungsprozedur entwickelt, was sich in der großen Messunsicherheit einiger Punkte widerspiegelt. Insgesamt wurden mit dieser Gusseisenform sehr viele Messreihen durchgeführt. Somit war diese Form mit einer erheblichen Betriebsstundenzahl vorbelastet, bevor die in Abb. 8.9 dargestellten Ergebnisse gemessen wurden. Im Gegensatz dazu zeigen die mit einer zuvor unbenutzten Gusseisenform durchgeführten Messungen einen deutlichen Unterschied, wie in Abb. 8.10 zu erkennen ist. Und zwar eine geringere Streuung und, was noch bemerkenswerter ist, einen Unterschied in der oberen Klebetemperatur, die um ca. 40 K zu höheren Temperaturen hin verschoben ist.

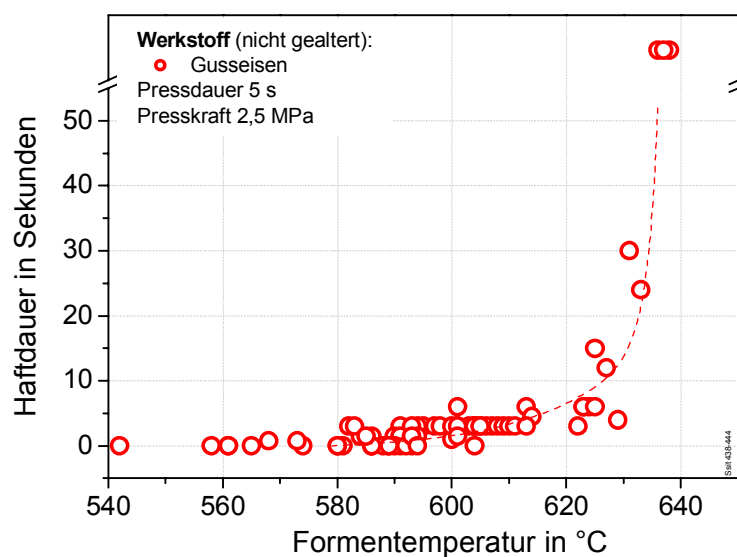


Abb. 8.10: Ergebnis einer Haftdauermessung an einer zuvor unbenutzten Gusseisenform.

Da es sich um das gleiche Material handelt (GGG 40), liegt die Vermutung nahe, dass die Einsatzdauer einen nicht unwesentlichen Einfluss auf die Haftneigung eines Formwerkstoffes hat. Grund hierfür könnte die fortschreitende Oxidation sein, durch die tiefe Oxidationskanäle entstehen [9]. Um dies quantifizieren zu können, wurde das Gusseisen für ca. 40 Stunden auf eine Temperatur von 600°C aufgeheizt. Die erneuten Messungen ergaben keinen erkennbaren Unterschied in der Haftneigung. Das heißt, der Effekt der Alterung der Formen setzt häufiges Verpressen von frisch geschnittenen Glasposten voraus. Durch reines Heizen der Formen wurden im Rahmen dieser Untersuchungen keine signifikanten Effekte in den Klebetemperaturen beobachtet. Es wird vermutet, dass ein reines Heizen die Oberfläche des Formwerkzeugs chemisch passiviert, während durch viele Pressungen die Stempel zusätzlich mechanisch wesentlich stärker strapaziert werden. Dieser beobachtete Effekt, dass das Aufrauen der Oberfläche die Klebetemperatur zu niedrigeren Temperaturen hin verschiebt, ist jedoch nicht allgemein gültig. Erste Expe-

perimente mit periodisch strukturierten Oberflächen haben gezeigt, dass die Struktur und insbesondere das Aspektverhältnis (speziell die Größe der berührenden Fläche) einen enormen Einfluss auf das Abformverhalten und damit direkt auf das Löseverhalten Glas/Form hat. In Abb. 8.11 ist dies schematisch dargestellt.

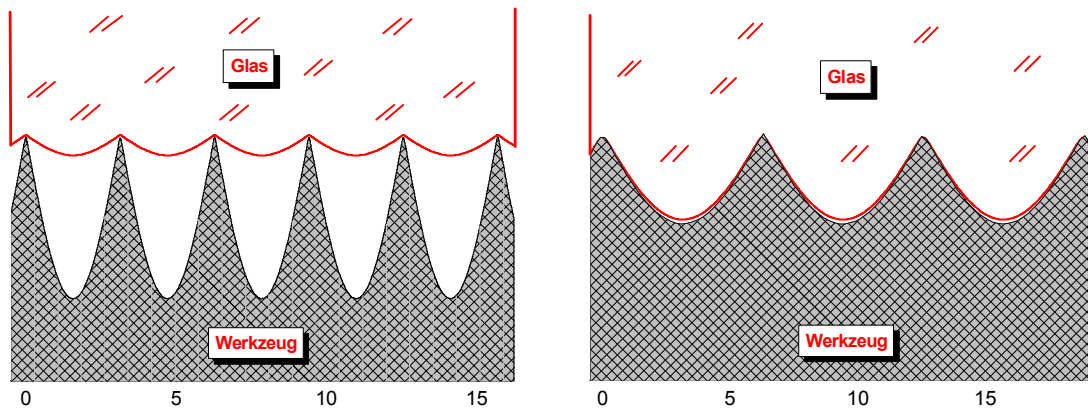


Abb. 8.11: Schematisches Bild zum Ausformverhalten von Werkzeugen mit verschiedenen Oberflächenstrukturen. Strukturen mit hohem Aspektverhältnis werden teilweise vom heißen Glas überspannt (links), während Strukturen mit niedrigem Aspektverhältnissen nahezu komplett ausgeformt werden (rechts). Dies kann zu unterschiedlichem Löseverhalten führen.

Frühere Untersuchungen am Fraunhofer-IWM zeigten, dass strukturierte Oberflächen den Enthftungsprozess erleichtern, d.h. dass der Trennriss zwischen Glas und Form leichter und stabiler läuft. Werden die Strukturen der Oberfläche aber sehr tief, wie dies für das o.g. Gusseisen der Fall war, so kann der Effekt invertiert werden. Das Glas kann in die tiefen Strukturen eindringen und es kann davon ausgegangen werden, dass man, zusätzlich zur auftretenden Adhäsion, teilweise mechanisches Verhaken erhält (Abb. 8.12). Zusätzlich vergrößert sich auch die berührende Fläche (Glas/Werkzeug). Der Zeitpunkt des Lösens kann dadurch länger hinausgezögert werden, man misst somit längere Haftdauern. Die Klärung der genauen Ursachen, die diesen oben beschriebenen Ergebnissen zu Grunde liegen und die Erforschung der Zusammenhänge der Grenzflächenviskosität im Fall strukturierter Oberflächen scheinen wissenschaftlich äußerst interessant und teilweise auch industriell sehr wichtig, müssen jedoch weiterführenden Arbeiten vorbehalten sein.

Die Effekte, die durch Partikelabgabe hervorgerufen werden, können anhand einiger Beispiele erklärt werden. Im Rahmen der Untersuchungen zu den oberen Klebetemperaturen wurde festgestellt, dass Gusseisen und die mit Jetcode beschichtete Stahlprobe ein sehr großes Intervall zwischen unterer und oberer Klebetemperatur zeigen. Wie oben beschrieben, wurden auf die Presslinge, die mit diesen Formen verpresst wurden, Partikel

von der Formenoberfläche übertragen. Führt man in diesem Fall Klebetemperaturmessungen durch, so misst man nicht die Haftung zwischen Glas und Form, sondern die Haftung zwischen Zunderschicht und Grundwerkstoff. Wenn die Zunderschicht nur sehr schwach an das Grundmaterial gebunden ist, erhält man schnelleres Lösen im Temperaturbereich der Haftung. Dieser Effekt führt also zu einem Lösen der Glaspresslinge von den Gusseisen/ bzw. Stahlformen nach kürzerer Kühldauer mit weniger Anklopffzyklen und damit zu kleineren Messwerten der Haftdauer, so dass sich insgesamt der Eindruck einer höheren oberen Klebetemperatur ergibt. Man könnte auch sagen, dass diese Formen bzw. Beschichtungen die Wirkung eines Trennmittels haben. Der Partikelübertrag nimmt im Bereich des ersten Anhaftens (untere Klebetemperatur) wenig Einfluss auf die Haftdauer. Es kann davon ausgegangen werden, dass in diesem Temperaturbereich die Haftung der Zunderschicht noch stärker ist, als die Haftung Glas/Formenoberfläche. Ein kleiner Effekt scheint jedoch vorhanden zu sein. Im Bereich der unteren Klebetemperatur zeigt die Gusseisenprobe im Vergleich mit den anderen getesteten Werkstoffen eine überdurchschnittlich große Streuung der gemessenen Haftdauern.

Ob und in wie weit diese Hypothesen auch für andere Formenmaterialien Gültigkeit haben, und in welchem Ausmaß die Dicke von Korrosions- bzw. Zunderschichten die Klebetemperaturen beeinflusst, bedarf weitergehender experimenteller Untersuchungen. In einem kürzlich angelaufenen AiF-Forschungsvorhaben (Nr. 13508N) sollen die benötigten detaillierteren Untersuchungen dazu durchgeführt werden.

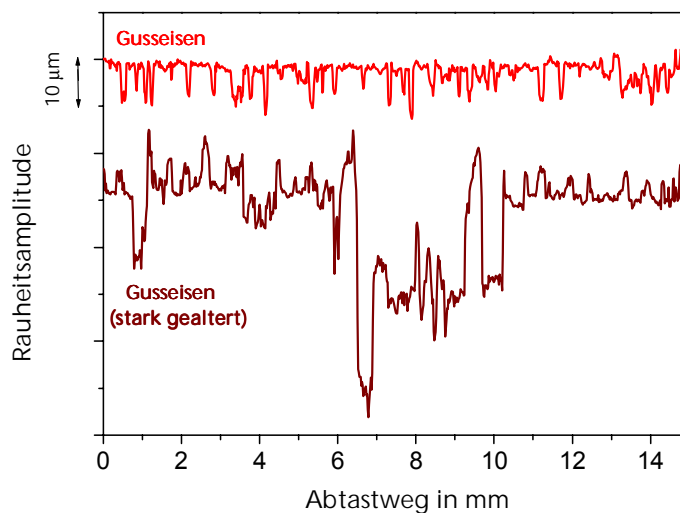


Abb. 8.12: Oberflächentopographie (Tastschnittmessung) der Formenwerkstoffproben nach dem Einsatz. Die untere Kurve zeigt die starke Zunahme der Oberflächenrauheit von Gusseisen nach sehr langer Einsatzdauer.

9 FEHLERBERTRACHTUNG UND SENSIBILITÄTSANALYSE

Zur Ermittlung des Fehlers bzw. der Unsicherheit in der Bestimmung der Kontakt-Viskosität, die zum Kleben führt, muss eine Fehlerfortpflanzungsanalyse durchgeführt werden. Die Kontakt-Viskosität ist eine Funktion von mehreren Variablen. Die beiden Variablen mit der größten Unsicherheit in der Bestimmung sind die Glas- und Formen-temperatur. Die Unsicherheiten in den Konstanten (b, A, B etc.) können im Vergleich dazu als klein angesehen werden. Zur Berechnung des Fehlers in η_K muss man wie folgt vorgehen [75]:

Man bestimmt die Fehler in den Primärgrößen T_{Form} und $T_{\text{Glas,Initial}}$ und den Zusammenhang zwischen diesen Größen und η_K und errechnet den Gesamtfehler nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz. Für den ungünstigsten Fall, dass alle Fehler in die gleiche Richtung wirken, erhält man bei gegebener Funktion $y=f(x_i)$ für den absoluten Größtfehler des Ergebnisses Δy :

$$\Delta y = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f(x_i)}{\partial x_i} \cdot \Delta x_i \right| \quad (23)$$

In diesem Fall erhält man für $\Delta(\log \eta_K)$ folgenden Ausdruck:

$$\Delta \eta(T_{\text{Form}}, T_{\text{Glas}}) = \left| -B \cdot c_1 \cdot d^{-2} \right| \cdot \Delta T_{\text{Form}} + \left| -B \cdot c_2 \cdot d^{-2} \right| \cdot \Delta T_{\text{Glas}} \quad (24)$$

wobei

$$d = c_1 T_{\text{Glas}} + c_2 T_{\text{Form}} - T_0 \quad (25)$$

und

$$c_1 = \frac{b_{\text{Glas}}}{b_{\text{Glas}} + b_{\text{Form}}} \quad \text{bzw.} \quad c_2 = \frac{b_{\text{Form}}}{b_{\text{Glas}} + b_{\text{Form}}} \quad (26)$$

Im Folgenden soll die Fehlerbetrachtung für den Kontakt mit B270 durchgeführt werden. Für angenommene, durchschnittliche Werte der Konstanten $b_{\text{Glas}} = 2 \cdot 10^3 \cdot (W \cdot s^{0,5}) / (m^2 \cdot K)$ und $b_{\text{Form}} = 12 \cdot 10^3 \cdot (W \cdot s^{0,5}) / (m^2 \cdot K)$ erhält man für die Konstanten $c_1 = 0,143$ bzw. $c_2 = 0,857$.

Geht man von Temperaturen $T_{\text{Form}} = 550 \text{ °C}$ und $T_{\text{Glas,Initial}} = 880 \text{ °C}$ und von Unsicherheiten

in deren Bestimmung von ungefähr $\Delta T_{\text{Form}} = \pm 10 \text{ K}$ und $\Delta T_{\text{Glas,Initial}} = \pm 30 \text{ K}$ aus, so erhält man für $\Delta(\log \eta)$ einen Fehler im Bereich $\pm 0,2$. Dies bedeutet, dass die Fehlerbalken der Viskositätspunkte in etwa die doppelte Größe der Symbole ausmachen würden. In Abb. 9.1 ist graphisch gezeigt, wie stark die Unsicherheit in der Bestimmung der Glasinitialtemperatur die errechnete Kontakt-Viskosität beeinflusst. Unsicherheiten in der Bestimmung von $T_{\text{Glas,Initial}}$ im Bereich 20 K haben nur unwesentlichen Einfluss auf die ermittelte Klebeviskosität. Die Abschätzung der Fehler für die Viskositätsbestimmung mit den beiden anderen Gläsern verläuft analog und führt auf annähernd die gleiche Größenordnung.

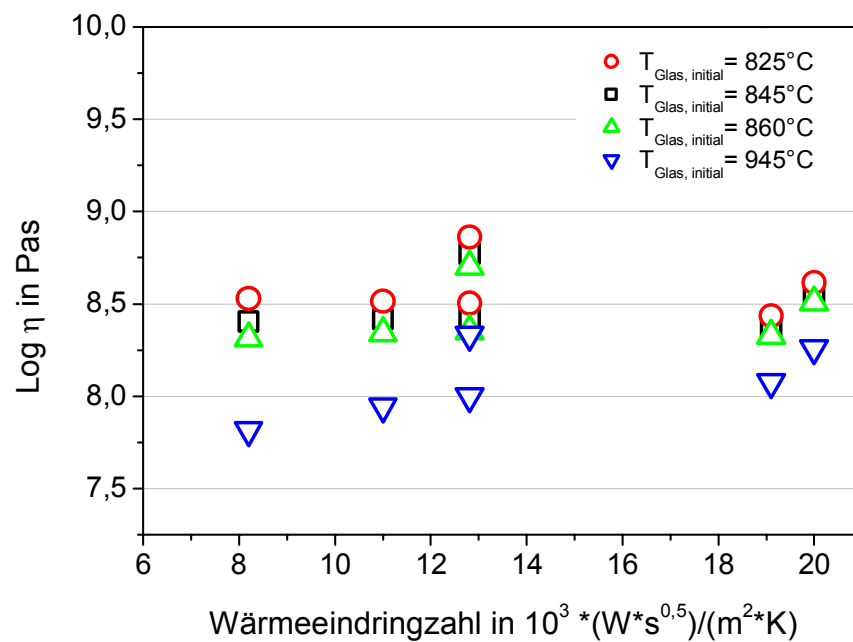


Abb. 9.1: Errechnete Kontakt-Viskositäten in Abhängigkeit der Wärmeeindringzahlen der Formenwerkstoffe. Verschiedene Farben stehen für verschiedene Glasanfangstemperaturen. Die relativ schwache Abhängigkeit der Grenzflächen-Viskosität von der Glasanfangstemperatur ist deutlich zu sehen.

10 ZUSAMMENFASSUNG

Bei der Formgebung von anorganischen Glasschmelzen in der industriellen Glasverarbeitung werden die eingesetzten Formenwerkstoffe durch die heißen Glasschmelzen thermisch, mechanisch, tribologisch und korrosiv hoch beansprucht, was zu einem starken Verschleiß der Formen und als Folge davon zu Qualitätsmängeln bei den produzierten Glasartikeln führt. Im Hinblick auf die systematische Weiterentwicklung und Verbesserung von Formenwerkstoffen und Formenbeschichtungen wurde im Rahmen dieser Dissertation eine neue, geeignete Prüfmethode mit zugehöriger Prüfapparatur entwickelt und aufgebaut, mit der das Kontakt-, Heißkorrosions- und Verschleißverhalten und insbesondere das Klebeverhalten von Formenwerkstoffen gegenüber heißen Glasschmelzen im Labormaßstab reproduzierbar und mit hoher Aussageschärfe charakterisiert werden kann.

Bei dem hier entwickelten Prüfverfahren werden die zu untersuchenden Formenwerkstoffe, ähnlich wie bei der Verarbeitung von Glasschmelzen in der industriellen Praxis in den Glashütten, zyklisch-dynamisch beansprucht, indem jeweils frisch geschnittene zähflüssige Glaspfropfen aus einer Tiegelschmelze unter definierten, stark nichtisothermen Bedingungen mit genau temperierten, geometrisch einfachen Formenwerkstoffplatten verpresst werden. Die aufgebaute Prüfapparatur besteht im Wesentlichen aus einem indirekt beheizten Schmelztiegel mit Bodenauslauf, einer servoelektrischen Glasschere und einer Pressvorrichtung mit Formenheizung, pneumatischem Antrieb und einer Vorrichtung zur Erfassung des Anhaftens und zum Ablösen der Presslinge, sowie Einrichtungen zur Steuerung und Messung der Prozessgrößen. Als quantitatives Maß für das Klebeverhalten und die Stärke des Anhaftens der Glaspresslinge an den Oberflächen verschiedener Formenwerkstoffe wird bei allen Pressungen die Zeitdauer bis zum Ablösen der Glaspresslinge bei Anwendung einer speziell entwickelten Ablöseprozedur als Funktion der Prozessparameter beim Pressen – vor allem als Funktion der Formtemperatur – registriert. Die Reproduzierbarkeit der Prüfmethode und die Zuverlässigkeit der Laborapparatur wurde mehrfach anhand von Prüfexperimenten mit verschiedenen Glasarten (Kalk-Natron-Silicatglas, Bleikristallglas und Borsilikatglas) an exemplarisch ausgewählten Formenwerkstoffen mit stark unterschiedlichen thermischen Eigenschaften und unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen nachgewiesen (Metalle, Keramiken und Beschichtungen).

Die durchgeführten Untersuchungen zum Verschleiß erbrachten folgende Ergebnisse:

- Verschiedene Formenwerkstoffe verschleifen im Kontakt mit derselben Glasart unterschiedlich stark.

- Der Verschleiß eines Formenwerkstoffes im Kontakt mit verschiedenen Gläsern ist um so stärker, je heißer die Glasschmelze, mit der der Formenwerkstoff in Kontakt gebracht wird.
- Den größten Verschleiß aller 16 getesteten zeigten unabhängig von der Glasart jeweils die Formenwerkstoffproben aus Gusseisen und der mit Jetcode beschichtete Stahl.

Die ermittelten Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung mit den Erfahrungen der Hohlglashersteller. Man ist also in der Lage, durch Kurzzeitmessungen mit der hier aufgebauten Prüfapparatur qualitative Aussagen über die möglichen Standzeiten verschiedener Formenwerkstoffe im Kontakt mit verschiedenen Glasarten zu machen. Neuere Messungen deuten zusätzlich darauf hin, dass verschiedene Oberflächenrauheiten der Formenwerkstoffe das Kleben verschieden stark beeinflussen. Inwieweit dies der Fall ist, und ob unter Umständen eine Strukturierung der Formenoberfläche den Trennvorgang Glas/Formenwerkstoff unterstützen kann, bedarf weiterführender Untersuchungen.

Im Rahmen der Verschleißmessungen wurde festgestellt, dass zwei der getesteten Formenwerkstoffe, nämlich Gusseisen und die mit Jetcode beschichtete Stahlprobe, im Kontakt mit der heißen Glasschmelze Partikel (Zunder, bzw. Teile der Beschichtung) von der Formoberfläche auf das gepresste Glas übertragen. Dies kann ein Einsetzen des Klebens bei höheren Temperaturen zur Folge haben, da man durch den übertragenen Abrieb einen Effekt ähnlich dem eines Trennmittels erhält. Diese formale Erhöhung kann jedoch weder industriell genutzt werden, noch ist sie gewollt, da die hergestellten Glasartikel durch die übertragenen Partikel sehr schadensanfällig werden. Die Möglichkeit, diesen Partikelübertrag durch Messungen an kleinen Probekörpern in Kurzzeittests zu messen, stellt einen enormen Vorteil gegenüber üblichen industriellen „trial-and-error“ Messungen dar.

Die Untersuchungen zum Kleben lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Unter den hier angewendeten Pressbedingungen wurde bei allen getesteten Formenwerkstoffen ein ähnlicher Verlauf der Haftdauer als Funktion der Formtemperatur festgestellt. Mit Erhöhung der Formtemperatur setzt ab einem bestimmten Temperaturwert, der abhängig sowohl vom Formenwerkstoffmaterial als auch von der Glasart ist, das Kleben ein. Im Bereich des ersten Anhaftens ist es noch möglich, das Glas von der Form zu trennen ohne die Form zu beschädigen. Erhöht man die Formtemperatur weiter, so nimmt die Stärke des Klebens immer mehr zu und letztendlich ist es ab einem (ebenfalls abhängig vom Formenwerkstoffmaterial und von der Glasart) bestimmten Wert nicht mehr möglich das Glas vom Formenwerkstoff zu trennen. In dieser Arbeit wird erstmals das Kleben durch zwei Temperaturen beschrieben. Die Definitionen für die Bestimmung der „unteren“ und „oberen“ Klebetemperatur finden sich in der Arbeit.

Mittels detaillierten Untersuchungen sowohl an verschiedenen gebräuchlichen Formenwerkstoffen als auch an industriell nicht verwendeten Modellwerkstoffen und durch eine vereinfachte Betrachtung der komplexen Wärmetransportprozesse konnte gezeigt werden, dass das erste Anhaften („untere Klebetemperatur“) des heißen Glases an den Formenwerkstoffen genau dann beginnt, wenn die Glasschmelze in der Grenzfläche Werkzeug-Glas eine bestimmte Viskosität unterschreitet. Der ermittelte Wert für die kritische Viskosität wurde auf $\eta \approx 10^{8,8}$ Pas bestimmt. Dieser kritische Wert ist abhängig von den Formgebungsbedingungen, die wiederum den Wärmetransport bestimmen. Mit dem zentralen Ergebnis dieser Arbeit ist es erstmals gelungen, eine Brücke zwischen den bislang als widersprüchlich angenommenen Aussagen verschiedener Autoren bzw. verschiedener Glashütten zu schlagen. So ist es möglich, mit der hier vorgestellten Theorie die verschiedenen Aussagen einheitlich zu deuten.

Das Verhalten beim starken Ankleben („obere Klebetemperatur“) scheint wesentlich komplexer zu sein und kann nicht mit Hilfe der beschriebenen Viskositäts-Hypothese erklärt werden. Während im Bereich des ersten Anhaftens wahrscheinlich noch reine van-der-Waals-Kräfte die Bindungen Glas/Formenwerkstoff bestimmen, kann davon ausgegangen werden, dass die stärkere Haftung noch von weiteren Parametern (wie z.B. Chemie, Oberflächenstruktur, Pressbedingungen) bestimmt werden. Erste Untersuchungen hierzu wurden durchgeführt und zeigen einen sehr komplexen Zusammenhang zwischen den verschiedenen Parametern und dem Klebe- und Löseverhalten der Verbindung Glas-Formenwerkzeug. Erste Hinweise deuten darauf hin, dass Diffusionsprozesse zwischen den beteiligten Partnern eine wichtige Rolle spielen. Durch reines Anwenden des oben genannten vereinfachten makroskopischen Modells war eine physikalische Beschreibung des sehr komplexen Phänomens nicht möglich.

11 AUSBLICK

Nachdem ein grundlegendes Verständnis der dominierenden Faktoren, die zum ersten Anhaften führen, erlangt wurde, gilt es nun, den Bereich des starken Klebens und die dabei auftretenden physikalisch/chemischen Mechanismen genauer zu erforschen. Notwendig hierfür wäre zunächst die Entwicklung einer speziell auf diese Messaufgabe angepasste Messmethode zur Quantifizierung des starken Anklebens. Daran anschließend sollten Presseexperimente mit oberflächenstrukturierten Werkstoffen folgen, ebenso wie Experimente mit Glas/Werkstoffkombinationen mit chemisch stark unterschiedlicher Zusammensetzung und darüber hinaus eine Variation der experimentellen Parameter. Um die experimentellen Arbeiten zu unterstützen und um ein besseres physikalisches Verständnis zu erlangen, ist es besonders wichtig mathematische Modelle zur Beschreibung des Klebens zu entwickeln. Spezielle Untersuchungen und Rechnungen zur Adhäsion und darüber hinaus zu den beim Kontakt teilweise schon beobachteten Diffusionsprozessen in der Grenzfläche Glas/Werkzeug scheinen hier von besonderer Wichtigkeit.

Mit viel versprechenden molekulardynamischen Ansätzen werden solche speziellen Rechnungen schon heute durchgeführt. Trotz der Tatsache, dass gegenwärtig diese Rechnungen nur auf Zeit- und Längenskalen im Bereich Nanosekunden/Nanometer durchgeführt werden können, die nur bedingt Aussagen für den makroskopischen Fall erlauben, könnte man mit diesem Ansatz schon bald in der Lage sein, das Klebphänomen Werkzeug/Glas auf atomistischer Ebene beschreiben zu können und damit ein besseres physikalisches Verständnis des Anhafteffektes zu erreichen. Ein detaillierteres Verständnis und eine Beschreibung der Prozesse die zum ersten Anhaften und später zum starken Ankleben führen scheint gerade im Hinblick auf Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiet der Beschichtungen besonders wichtig.

Ein weiterer Schwerpunkt der anstehenden Forschungsarbeiten ist das detaillierte Verständnis der Effekte, die nach Einsetzen der starken Haftung trotzdem noch zu schadensfreiem Separieren führen. Dazu sollten experimentelle bruchmechanische Untersuchungen und numerische Betrachtungen zur Rissausbreitung bzw. zum Trennvorgang durchgeführt werden. Durch ein so gewonnenes Verständnis der Separationsmechanismen besteht die Aussicht, dass man schon bald in der Lage sein könnte, spezielle Materialien zu entwickeln, die sich besonders „gutmütig“ im Formgebungsprozess verhalten und selbst nach einer Phase des starken Anklebens wieder schadensfrei vom Werkstoff separiert werden können. Gerade im Hinblick auf Abformung von hochwertigen Mikrobauteilen ist dies von besonderer Bedeutung, da man bei dieser speziellen Formgebung nahezu ausnahmslos

gezwungen ist, mit Glasviskositäten deutlich unterhalb der kritischen Viskosität die zum Anhaften führt zu arbeiten.

Last but not least stellt sich die Frage nach der Übertragbarkeit der erzielten Ergebnisse auf ähnliche Haftungsphänomene. Als Beispiel sei hier der Prozess des Spritzgießens von Kunststoffen genannt, bei dem Effekte auftreten, die vergleichbar sind mit denen bei der Heißformgebung von anorganischem Glas.

12 ANHANG 1 - KONSTRUKTIONSZEICHNUNGEN

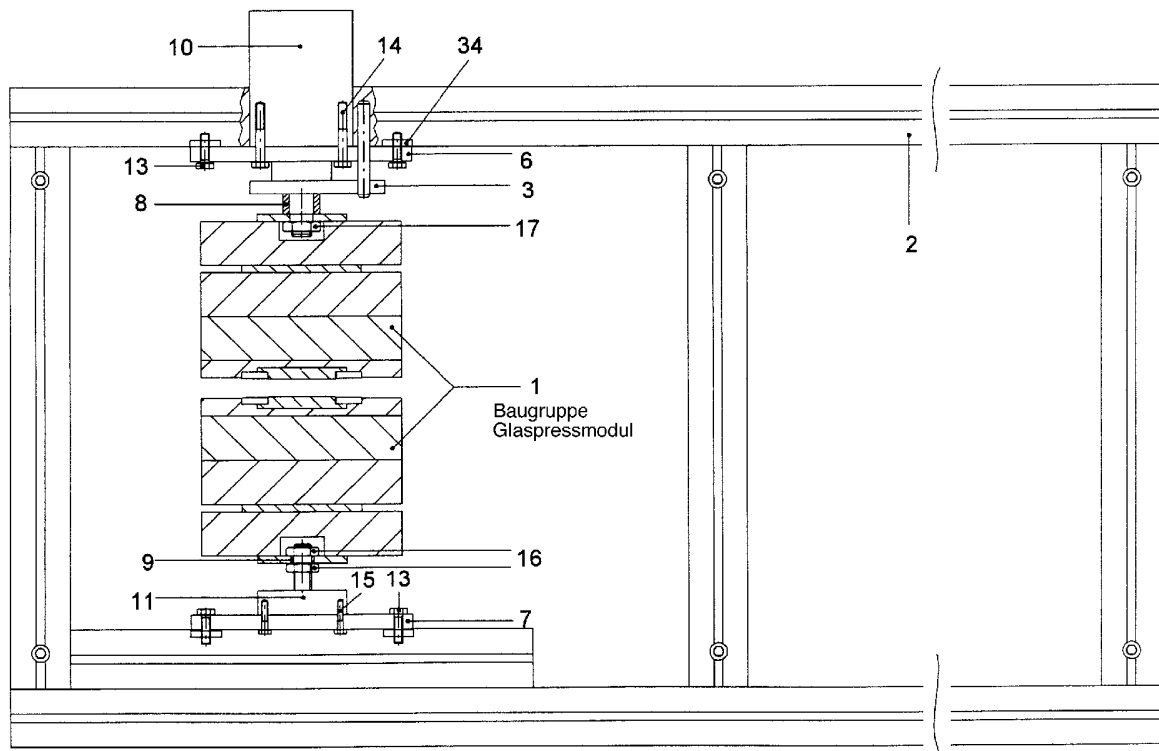


Abb. 12.1: Konstruktionszeichnung der Presse. Die Presse wurde im Rahmen einer Diplomarbeit aufgebaut [30].

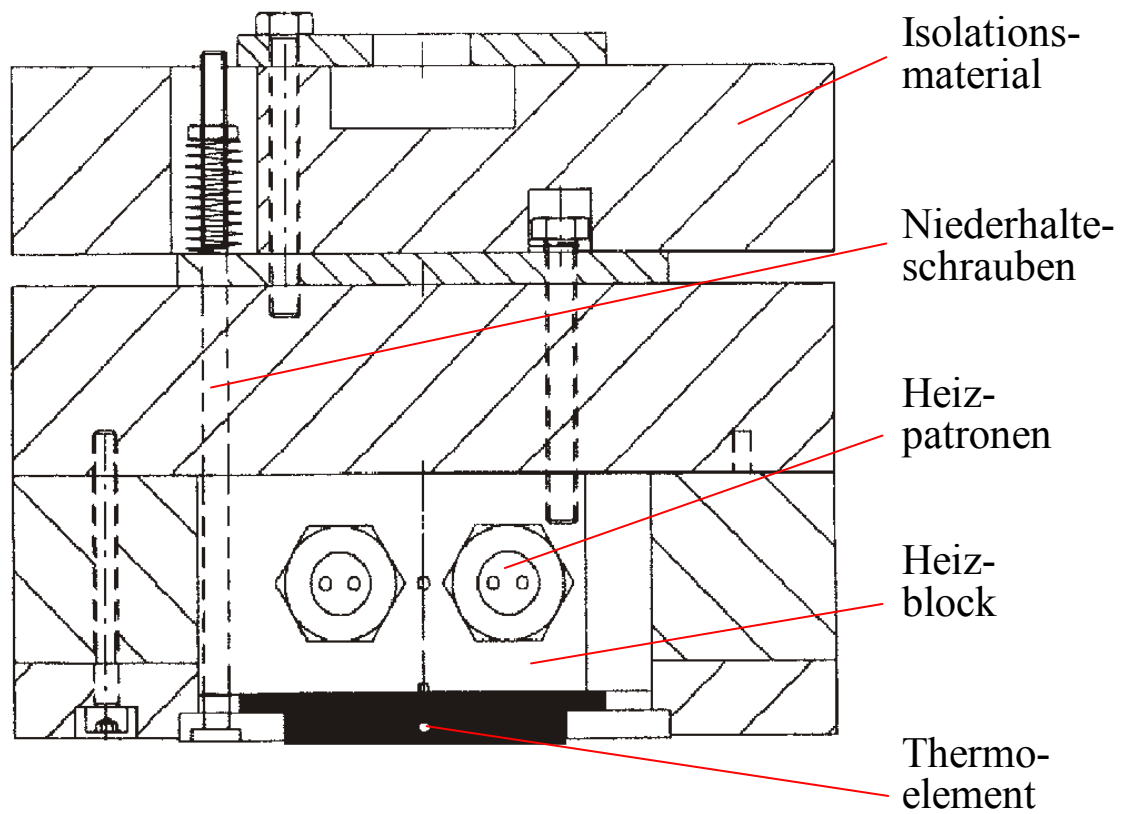


Abb. 12.2: Konstruktionsplan des Pressmoduls. Im Bild flächig schwarz dargestellt ist die Pressplatte, die auf den Heizblock (nicht schraffiert) geklemmt wird, der seinerseits mit einem Block aus Isolationsmaterial (schraffiert) verschraubt ist.

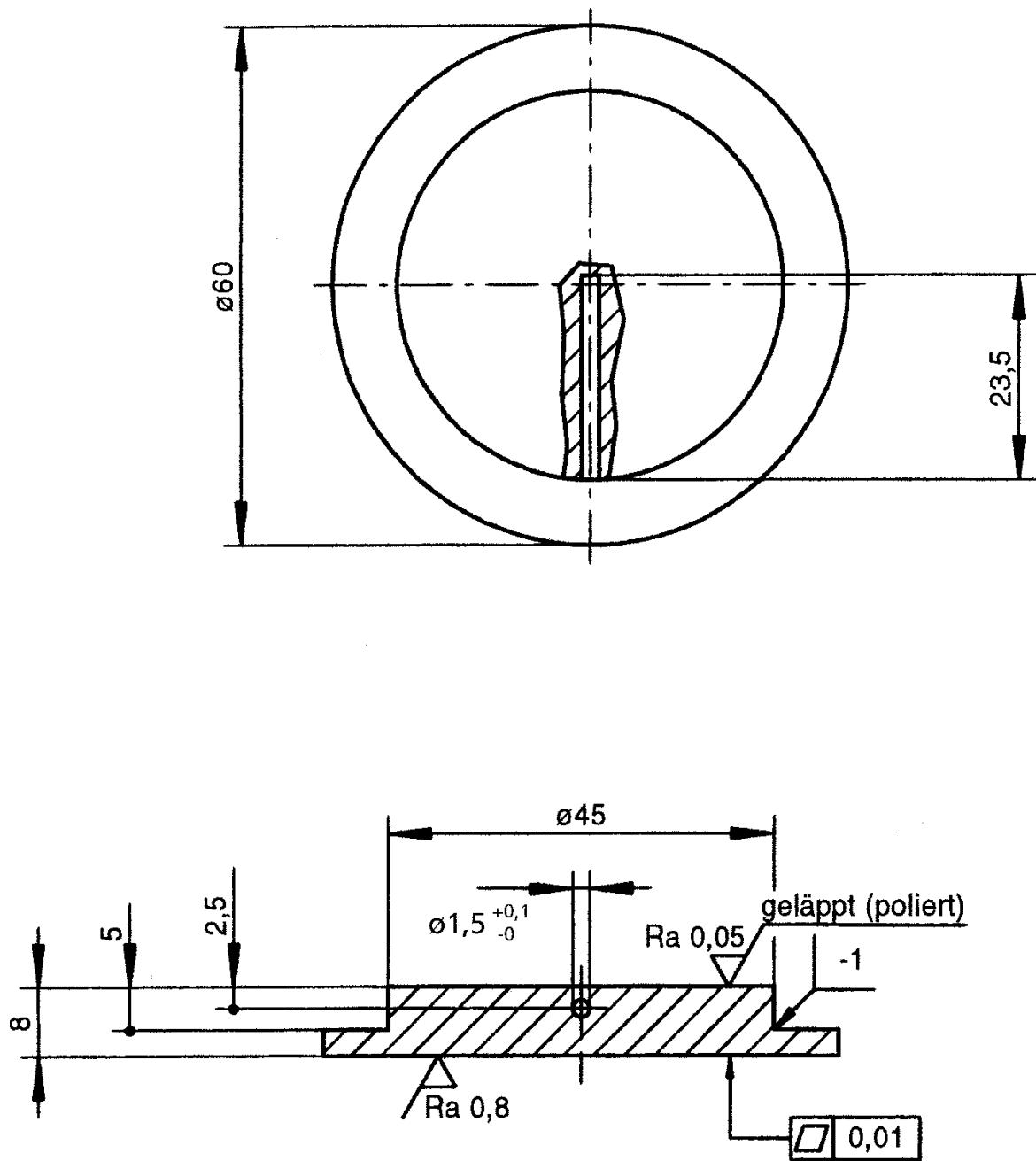


Abb. 12.3: Konstruktionszeichnung der Pressplatten.

13 ANHANG 2 – INDUSTRIELLE BEHÄLTERGLASFERTIGUNG

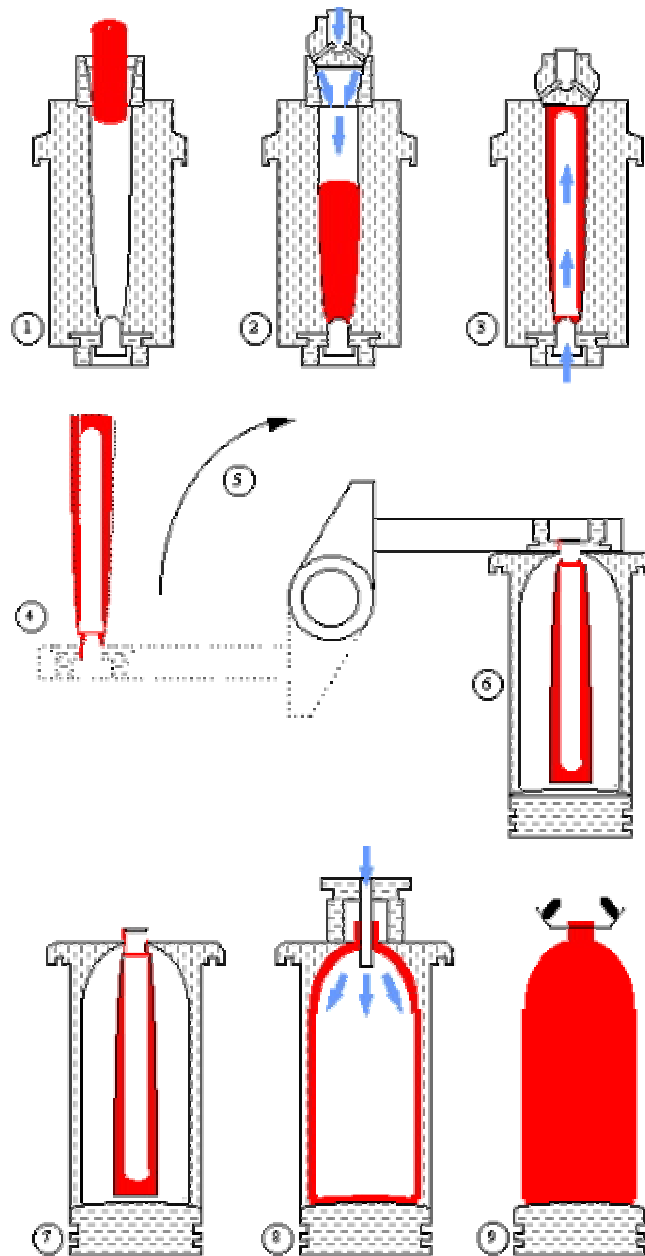


Abb. 13.1: Funktionsweise einer IS-Maschine. Der Blas-Blas-Prozess.

Aus einem zentralen Glasspeiser gelangt der geschnittene Glastropfen über eine Rinne in die Vorformseite der IS-Maschine (1). Die Vorform wird durch einen Deckel abgeschlossen und der zähflüssige Tropfen wird an die Unterseite der Vorform geblasen und formt teilweise schon die Mündung des Glasbehälters. Nun wird umgekehrt Druckluft durch die Mündung geblasen und so eine Art Ballon in der etwaigen Größe des Behälters geformt. Der sog. Kùbel ist entstanden. Mit Hilfe eines Schwenkarms wird der Kùbel nun aus der Vorform in die Fertigform gehoben. Oftmals ist nun eine Nacherwärmung des Kùbels notwendig. Danach wird der Kùbel durch die Mündung mit einem weiteren oder mit dem selben Blaskopf in die endgùltige Form ausgeblasen. Der Glasbehälter bleibt noch so lange in der Fertigform bis seine Temperatur soweit abgesunken ist, dass es ohne Deformation möglich ist, den Glasbehälter mit einem Greifarm abzutransportieren.

In Anlehnung an diesen industriell allgemein benutzten Glasformgebungsprozess mittels IS-Maschine wurde die Prüfapparatur für die Klebemessungen konzipiert und aufgebaut. Der Einfachheit halber wurden die Formenwerkstoffe als plane Platte ausgelegt. Anstelle der im Bild benutzten Druckluft wurde ein zweiter Pressstempel verwendet, um den Kontakt Glas und Formenwerkzeug zu intensivieren.

14 LITERATUR

1. Butz, W., *Anforderungen an Gußeisen für den Glasformenbau und seine Herstellung*. Sprechsaal, 1984. 117(9): p. 756-763.
2. Brinkmann, M., et al. *Fundamentals of pyrometric temperature measurements in hot glass*. in *Advances in fusion and processing of glass – 6th Internat. Conf.* 2000. Ulm: Deutsche Glastechnische Gesellschaft.
3. Hessenkemper, H. and R. Brückner, *Grenzen der Verformungsgeschwindigkeit in der Praxis der Hohlglasindustrie*, in *Glstech. Ber.* 1991. p. N9-N10.
4. Costa, P., *Untersuchung der thermischen und geometrischen Kontaktverhältnisse zwischen Glas und Metall bei der Formgebung heißen, zähflüssigen Glases*. Glastechnische Berichte, 1972. 45(6): p. 277-287.
5. Winther, S. and H.A. Schaeffer, *Effect of aggressive gases on the behavior of glass surfaces in contact with mold materials*. Glastechnische Berichte, 1988. 61(7): p. 184-190.
6. Fairbanks, H.V. *Effect of surface conditions and chemical composition of metal and alloys on the adherence of glass to metal*. in *Symposium sur le contact du verre chaud avec le métal*. 1964. Scheveningen: Union Scientifique Continentale du Verre.
7. Sarjant, R.J. and T.H. Middleham, *Heat resisting steels for the glass industry*. Journal of the Society of Glass Technology, 1936. 20(82): p. 685-716.
8. Manns, P., W. Döll, and G. Kleer. *Glas im Kontakt mit Formenwerkstoffen für die Hohlglasproduktion*. in *Tagungsband DGG Jahrestagung*. 1995. Würzburg: HVG/DGG.
9. Manns, P., W. Döll, and G. Kleer, *Glass in contact with mould materials for container production*. Glastechnische Berichte Glass Science and Technology, 1995. 68(12): p. 389-399.
10. Smrcek, A., *Klebetemperatur von Glas an Metall // Teil 1: Der Einfluß der festen Phase*. Silicáty, 1967. 11: p. 267-277, 339-344, 345-351.

11. Kluge, W.-D., *Ein Beitrag zum Kontaktverhalten von Glas mit Formgebungswerkzeugen*. Dissertation; Sektion Verfahrenstechnik und Silicattechnik. 1989: Bergakademie Freiberg.
12. Seidel, O., *Beitrag zur Gestaltung von Glaspreßwerkzeugen unter besonderer Berücksichtigung thermischer Aspekte*. Dissertation; Fakultät für Technische Wissenschaften. 1992: Bergakademie Freiberg.
13. Hessenkemper H., A. Nadolny, and K.A. Hamdan, *persönliche Mitteilungen*. 2003: Freiberg.
14. Kapnický, J.A., H.V. Fairbanks, and W.A. Koehler, *Study of adherence of molten glass to heated metals*. Journal of the American Ceramic Society, 1949. 32(10): p. 305-308.
15. Dowling, W.C., H.V. Fairbanks, and W.A. Koehler, *A study of the effect of lubricants on the adherence of molten glass to heated metals*. Journal of the American Ceramic Society, 1950. 33(9): p. 269-273.
16. Dartnell, R.C., H.V. Fairbanks, and W.A. Koehler, *Investigation of the adherence of glass to metals and alloys*. Journal of the American Ceramic Society, 1951. 34(11): p. 357-360.
17. Oel, H.J. and A. Gottschalk, *Die Klebetemperatur zwischen Glas und Metallen*. Glastechnische Berichte, 1966. 39(7): p. 319-323.
18. Abramovich, B.G. and G.E. Kalashnikov, *Sticking temperature of glass and molds*. Glass and Ceramics, 1981. 38(7-8): p. 349-350.
19. Falipou, M., et al., *Sticking temperature investigations of glass/metal contacts — Determination of influencing parameters*. Glastechnische Berichte, 1997. 70(5): p. 137-145.
20. Giegerich, W. and F. Oberlies, *Formenwerkstoffe und Vorgänge in Glasformen*. Glastechnische Berichte, 1953. 26(12): p. 363-378.
21. Nölle, G., *Kleben von heißem Glas an Preßwerkzeugen*. Glastechnische Berichte, 1991. 64(11).

22. Smrcek, A., *Klebetemperatur von Glas an Metall Teil 2: Der Einfluß der Glasphase*. Silicáty, 1967. 11: p. 339-344.
23. Smrcek, A., *Klebetemperatur von Glas an Metall Teil 3: Der Einfluß der Berührungsbedingungen auf die Klebetemperatur*. Silicáty, 1967. 11(345-351).
24. Williams, H.P., *Glastechnische Fehler im Behälterglas*, in *Glastechnische Fabrikationsfehler*. 1991, HVG-Fortbildungskurs. p. 51-92.
25. Moder, H.J. and J.S. Wasylyk. *The elimination of black specks through the use of a new press and blow plunger fabrication process*. in *Symposium on Current and Future Developments in Glass Container Manufacturing*. 1984. Butler, PA: American Glass Research.
26. Wasylyk, J., *Eliminating embedded materials in glass containers*. Glass machinery plants accessories, 1991. 4(6): p. 37-43.
27. Stahn, D., *Zur Berstsicherheit von Mehrweg-Glasflaschen mit kohlenensäurehaltigen Getränken*. in *Fachausschuß IV*. 1988. Würzburg: HVG/DGG.
28. Kleer, G., et al. *Keramische Multilayerschichten für Werkzeuge zum Heißformen optischer Gläser*. in *Werkstoffwoche '96*. 1996. Stuttgart: DGM.
29. Hock, M., et al., *Composite coating materials for the moulding of diffractive and refractive optical components of inorganic glasses*. Surface & coatings technology, 2003(163-164): p. 689-694.
30. Baumer, C., *Konstruktion und Aufbau einer Preßvorrichtung zur Prüfung von Formenwerkstoffen für die Heißformgebung von Glasschmelzen*. Diplomarbeit 1999, Fachhochschule Offenburg.
31. Manns, P. *Untersuchungen zum Mechanismus des Scherenschnitts*. in *Kurzreferate 72. Glastechnische Tagung*. 1998: Deutsche Glastechnische Gesellschaft e.V.
32. Döll, W. and D. Rose. *Blaskappen, glatt getrennt — ein neues Verfahren für die Praxis*. in *Glastech. Ber. Glass Sci. Technol.* 1993: Deutsche Glastechnische Gesellschaft e.V.
33. Schumacher, R., *Thermische und mechanische Vorgänge beim Verpressen einer zähflüssigen Glasschmelze*. Glastechnische Berichte, 1974. 47(11): p. 239-250.

34. Carslaw, H.S. and J.C. Jaeger, *Conduction of heat in solids*. 2 ed. 1959, Oxford: Clarendon.
35. DESAG, *Internes Datenblatt (vertraulich) für Kalk-Natron-Silicatglas B270*, Schott DESAG Deutsche Spezialglas AG,.
36. Bleikristallwerke-Nachtmann, *Internes Datenblatt (vertraulich) für Bleikristall - Glas W3*. 2003.
37. Technisches-Glas-Illmenau, *Internes Datenblatt (vertraulich) für Borosilikatglas Boro4.2*. 2003.
38. Gay C. and L. Leibler, *Theory of tackiness*. Physical Review Letters, 1998. 82(5): p. 936-939.
39. Creton C. and L. Leibler, J. Polym. Sci, 1996. B(34): p. 545-554.
40. Fuller K.N.G. and D. Tabor, Proc. R. Soc. London, 1975. A(345): p. 327-342.
41. Scholze, H., *Glas: Natur, Struktur und Eigenschaften*. 2 ed. 1977, Berlin, Heidelberg, New York: Springer.
42. Tammann, G., *Der Glaszustand*. L. Voß, Leipzig, 1933.
43. Vogel, H., *Das Temperaturabhängigkeitsgesetz der Viskosität von Flüssigkeiten*. Physik Z., 1921. 22: p. 645-646.
44. Fulcher, G., *Analysis of recent measurements of the viscosity of glasses*. J. Amer. ceram. Soc, 1925. 8(339-355): p. 789-794.
45. Tammann, G., *Die Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur bei unterkühlten Flüssigkeiten*. Z. anorgan. allg. Chem., 1926. 156: p. 245-257.
46. Hessenkemper, H., *Die mechanischen Eigenschaften hochviskoser Glasschmelzen*. Dissertation; Technische Universität Berlin, Fachbereich Werkstoffwissenschaften, 1989.
47. Kuchling, *Taschenbuch der Physik*. 15 ed. 1995, Leipzig; Köln: Fachbuchverlag Leipzig-Köln,.

48. Brinkmann, M. and N. Siedow, *Heat transfer between glass and mold during hot forming*, in *Mathematical Simulation in Glass Technology*. 2002, Springer Verlag: Berlin. p. 239-262.
49. Hyre, M., *Numerical simulation of glass forming and conditioning*. Journal of the American Ceramic Society, 2002. 85(5): p. 1047-1056.
50. Locheignies, D. and C. Marechal, *Inverse determination of glass viscosity and heat transfer coefficient by industrial testing*. Glass Sci. Technol., 2002. 75(6): p. 304-312.
51. Moreau, P., et al. *Experimental methodology for the determination of the heat transfer coefficient at the glass/mould interface*. in *6th ESG Conference - 2002 Glass Odyssey*. 2002. Montpellier: Université Montpellier / Institut du Verre.
52. Rubin, Y., et al. *Non-isothermal simulation of 3D glass pressing involving an adaptive remeshing technique*. in *XIX. International Congress on Glass*. 2001. Edinburgh.
53. Haagh, G., et al., *Simulation of the integral forming process of TV-panels*. Proceedings of the 6th ESD Conference, Montpellier June 2002, 2002.
54. Hyre, M.R. *Effect of Mold to Glass Heat Transfer on Glass Container Forming*. in *proceedings of the 7th International Conference Advances in Fusion and Processing of Glass*. 2003. Rochester: (to be published in: J. Am. Cer. Soc. as Ceramic Transactions).
55. Coenen, M. *Messungen und Berechnungen über den zeitlichen Temperaturverlauf an der Grenzzone Metall/Glasschmelze*. in *VI. Int. Congress on Glass*. 1962. Washington: Plenum.
56. Coenen, M. *Wärmeübergang und Haftung in der Grenzfläche Glas-Metall*. in *Symposium sur le contact du verre chaud avec le métal*. 1964. Scheveningen: Union Scientifique Continentale du Verre.
57. Löbig R., B. Pitschel, and D. Höhne. *Messung und Modellierung des Wärmetransports bei der Formgebung*. in *77. Jahrestagung DGG*. 2003. Leipzig: Deutsche Glastechnische Gesellschaft.

58. Merkwitz, M., H. Zimmermann, and J. Endrys. *The influence of wavelength and temperature dependent absorption coefficient on radiative heat transfer in glass forming processes.* in *Advances in fusion and processing of glass – 6th Internat. Conf.* 2000 Ulm.
59. Merkwitz, M. and D. Höhne, *Der Wärmetransport bei Formgebungsprozessen unter besonderer Berücksichtigung der Wärmeübergangskoeffizienten und des Wärmetransports durch Strahlung.* Glass Sci. Technol., 1999. 73(2).
60. Viskanta, R. and J. Lim, *Analysis of heat transfer during glass forming.* Glass Sci. Tech, 2001. 74(11/12): p. 341-352.
61. Schumacher, R., *Wärmetransport bei der Formgebung,* in *HVG Fortbildungskurs: Wärmetransportprozesse bei der Herstellung und Formgebung von Glas.* 2002, Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen Glasindustrie (HVG): Offenbach. p. 151-178.
62. Kraft T., Rieser D., and Hock M., *Untersuchungen zum Wärmetransport vom Glas zum Formwerkzeug unter praxisrelevanten Formgebungsbedingungen.* FhG interner Bericht (KEF) 2003: Freiburg i. Br.
63. Kraft, T. persönliche Mitteilungen 2003: Freiburg i. Br.
64. Schaeffer, H.A., *persönliche Mitteilungen.* 2003: Offenbach.
65. Brandes, E.A. and G.B. Brook, *Smithells Metals Reference Book 7th Edition.* 1992, Oxford: Butterworth-Heinemann. p:14.11-14.43.
66. Pons, A.H. and I. Fezenko. *Étude du contact verre-metal en fonction de la temperature.* in *Symposium sur le contact du verre chaud avec le métal.* 1964. Scheveningen: Union Scientifique Continentale du Verre.
67. Pahnke, K., *Glas-Metall Wechselwirkungen während des Glaspressprozesses,* in *dgg journal.* 2002.
68. Smrcek, A., *Die Schmierung von Glasformen.* Sklar a Keramik, 1966. 16: p. 163-169.
69. Hock, M., *Herstellung und Untersuchung von TiAlN/ZrN Übergitterschichten zur Heißformgebung.* Dissertation Universität Karlsruhe, 2004.

-
70. Bischof, J., *Metallische Dünnschichten nach Puls laser-Bestrahlung – Phasenumwandlungen und Instabilitäten*. Dissertation 1997, Universität Konstanz, Fakultät für Physik.
 71. Baresich, F., *Patent (US 1997000857762): Process for forming a molten material into molded article*. 2000, Thermal Wave Molding Corp.: USA.
 72. Huber, E., *Oxidation behaviour of chromium-based nitride coatings*. Surface and Coatings Technology, 1994. 68-69: p. S. 64-69.
 73. Pahnke, K., *Wear mechanisms of forming tool materials in glass pressing process*. Klei, Glas, Keramik, 2002. 23(3): p. 10-13.
 74. Kleer, G., et al. *Composite coating materials for the hot embossing of microoptical components in inorganic glasses*. in *DGG Symposium Processing and Applications of Optical Components*. 2003: Deutsche Glastechnische Gesellschaft.
 75. Lautz, G. and R. Taubert, *Kohlrausch, Praktische Physik*. Vol. 1. 1968, Stuttgart: B.G. Teubner.

DANKSAGUNG

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die zum erfolgreichen Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Ein ganz besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. H. Riedel für seine hervorragende Betreuung und darüber hinaus für die interessanten Diskussionen nicht nur während der Fahrten nach Karlsruhe.

Herrn Prof. Dr. P. Gumbsch danke ich für die Übernahme des Korreferats und für die vielen konstruktiven Hinweise.

Herr Dr. P. Manns, der sich immer Zeit für mich und meine Anliegen genommen hat, auch wenn es dabei nicht immer nur um physikalisch/technische Probleme ging, hat einen wesentlichen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet – danke.

Was hätte ich ohne Gerd Spieß gemacht? War er einmal nicht da, wurde er sofort schmerzlich vermisst. Vielen Dank für die vielen technischen Hilfestellungen, die Wiederinbetriebnahme des Ofens nach „Unfällen“, die sehr hilfreichen Tipps und das ausnahmslos angenehme Miteinander.

Herrn Dr. T. Kraft danke ich für die Durchführung der numerischen Simulationen sowie sein Interesse mit mir darüber zu diskutieren.

Die Arbeiten zum Kleben lebten von zahlreichen Diskussionen und der tatkräftigen Unterstützung von Dr. F. Burmeister und Dr. M. Hock - vielen Dank.

Der Hüttentechnischen Vereinigung der Deutschen Glasindustrie unter Vorsitz von Herrn Prof. Dr. H. A. Schaeffer danke ich für die finanzielle Unterstützung durch ein Stipendium der Niels-von-Bülow-Stiftung.

Den Kollegen des Geschäftsfeldes „Komponenten mit funktionalen Oberflächen“ danke ich für die vielen Anregungen und Ideen, die immer wieder die Arbeit belebten.

Ein besonderes Dankeschön geht an meine Eltern und natürlich an Nicole. Durch ihre permanente Unterstützung haben sie entscheidend zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

VERWENDETE SYMBOLE UND KONSTANTEN

Formenwerkstoffe

	Werkstoffnummer bzw. Zusammensetzung
Stellite 12	18 Co 61 Cr 29 W8
Gusseisen	R40 / GGG 40
Bronze NiBz 15	Cu 65 Ni 16 Al 10 Zn 10
RGM 17	1.4057 (X22 Cr Ni 17 2)
Borierter Stahl	1.7335 (13 Cr Mo 4 4)
AlN	Aluminiumnitrid Keramik
RSiC	Siliciumcarbid
ST 0020m	Spezialwerkstoff der Firma Plansee, Zusammensetzung vertraulich
BN	Bornitrid (aufgetragen als Suspension)
NiW	Nickel-Wolfram-Beschichtung
CrN	Chromnitrid-Beschichtung
TiAlN/ZrN	Multilag-Beschichtung: Titanaluminiumnitrid/Zirkonnitrid

Symbole

\forall	Für alle
ε	Emissionsgrad
λ	Wärmeleitfähigkeit
ρ	Dichte
σ	Strahlungskonstante
a	Temperaturfähigkeit
A_{Zylinder}	Zylinderoberfläche
B	Wärmeeindringzahl / Thermische Effusivität
B 270	Kalk-Natron-Silicatglas
Boro 4.2	Borosilikatglas
c_p	Spezifische Wärmekapazität
IS-Maschine	Individual Section Maschine zur Hohlglasherstellung
m	Masse
NBL	Nickelbasislegierung

OS / US	Ober- bzw. Unterstempel
p	Druck (in dem hier verwendeten Fall in Poise/cm ²)
P	Strahlungsleistung
PVD	Physical Vapour Deposition
q	Wärmestromdichte
Q	Wärmemenge
REM	Raster-Elektronen-Mikroskop
T	Temperatur
T _{Glas,Initial}	Glastemperatur instantan vor dem Pressen
t, τ	Zeit
W 3	Bleikristallglas
Z _{eff}	effektive Tiefe

Zahlenwerte für Kalk-Natron-Silicatglas

c _{Glas, B270} =	1300 J/kg K
ρ _{Glas, B270} =	2520 kg/m ³
ε _{Glas, B270} =	0,88
σ _{Glas, B270} =	5,67 * 10 ⁻⁸ W/m ² K ⁴
T ₀ =	1263 K (= 990 °C)
d _{Glas, B270} =	0,0206 m

VERÖFFENTLICHUNGEN AUS DIESER DISSERTATION

P. Manns, D. Rieser und W. Döll: *Prüfverfahren für Werkstoffe zur Formgebung von Glasschmelzen*. 75. Glastechnische Tagung 2001, Wernigerode. Deutsche Glastechnische Gesellschaft e.V.

P. Manns und D. Rieser: *Zum Verhalten von Formmaterialien in Kontakt mit Glasschmelzen*. DGG-Journal, 2002 Vol 2.

D. Rieser und P. Manns: *Untersuchungen zum Klebe- und Abriebverhalten von Formenwerkstoffen und Beschichtungen unter Einsatzbedingungen der Heißformgebung*. 77. Glastechnische Tagung der DGG 2003, Leipzig. Deutsche Glastechnische Gesellschaft.

D. Rieser, P. Manns, G. Spieß, and G. Kleer: *Investigations on sticking temperature and wear of mold materials and coatings*. in: Proceedings of the 7th International Conference Advances In Fusion and Processing of Glass. 2003. Rochester, NY USA: to be published in *J. Am. Cer. Soc. as: Ceramic Transactions*.

D. Rieser und P. Manns: *Behaviour of mould materials in contact with glass melts*. In: Sklář a Keramik, 2003, Vol. 11-12.

P. Manns, D. Rieser, G. Spieß, and G. Kleer: *Sticking and wear of mold materials. Part1: Experimental method and testing device*. to be published in Glass Science and Technology, 2003:.