



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENT-SCHRIFT 145525

Ausschlusspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11) 145 525 (44) 17.12.80 Int. Cl.³ 3(51) C 03 B 27/00
(21) AP C 03 B / 215 053 (22) 17.08.79

-
- (71) siehe (73)
(72) werden auf Antrag nicht genannt
(73) PILKINGTON BROTHERS Ltd., St. Helens, GB
(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin,
Wallstraße 23/24
-

(54) Verfahren zum Wärmehärten von Glas

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Wärmehärten von Glas, bei dem das Glas auf eine Temperatur oberhalb seines unteren Kühlpunktes erwärmt und anschließend in einer homogenen Gaswirbelschicht rasch abgekühlt wird. Das Ziel der Erfindung ist die Erreichung höherer Härtespannungen, wobei die Aufgabe darin besteht, Glas in einer Gaswirbelschicht derart rasch abzukühlen, indem die mittlere Teilchengröße und Teilchengrößenverteilung sowie die Fließfähigkeit des pulverförmigen Materials so modifiziert werden, daß eine hohe Härtespannung im Glas erreicht wird. Dies wird erreicht, indem das pulverförmige Material über Gasentwicklungseigenschaften verfügt und eine mittlere Teilchengröße von 30 μm bis 120 μm , eine Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, eine Fließfähigkeit von 69,5 bis 92 und eine Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 0,7 bis 1,59 MJ/m³K aufweist. - Figur -

34 Seiten

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 2 - 215 053

rial zwischen derjenigen Geschwindigkeit entsprechend der Anfangsfluidisation und derjenigen Geschwindigkeit entsprechend der maximalen Expansion der homogenen Wirbelschicht.

Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung ist für das Wärmehärten von Flachglas oder gekrümmten Glasscheiben besonders wirksam, die sich auf einer Temperatur oberhalb des unteren Kühlpunktes des Glases befinden und in die Wirbelschicht eingetaucht werden, wo der Wärmeaustausch mit der homogenen Wirbelschicht Härtespannungen in dem Glas hervorbringt. Dieses Verfahren ist für die Wärmehärtung von gekrümmten Glasscheiben benutzt worden, die als eine Komponente einer Verbundsicherheitsglas-Windschutzscheibe für Kraftfahrzeuge einzusetzen sind.

Die ruhende Oberfläche der Wirbelschicht, in die die heiße Glasscheibe eintritt, bietet die Gewähr, daß die untere Kante der Glasplatte gleichmäßig gekühlt wird, wenn sie in die Wirbelschicht eintritt.

Wenn die heiße Glasscheibe in das pulverförmige Material der Wirbelschicht eintritt, wird eine Bewegung des pulverförmigen Materials in der Nähe der Glasoberflächen hervorgerufen, wodurch die Gewähr besteht, daß es dort zu einer angemessenen Wärmeübertragung weg von den Glasoberflächen in die Hauptmasse der Wirbelschicht kommt. Dies hängt von der Geschwindigkeit der Bewegung der Teilchen ab, die in der Nähe der Glasoberflächen erwärmt worden sind, weg von der Nähe der Glasoberflächen unter gleichzeitiger Zuführung von kälteren Teilchen aus der Hauptmasse der Wirbelschicht in die Nähe der Glasoberflächen.

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 3 - 215 053

Es ist nun entdeckt worden, daß Materialien, wie etwa poröses γ -Aluminiumoxid und poröses Alumosilikat, für das Wärmehärten von Glas besonders wirksam sind, weil derartige Materialien über Gasentwicklungseigenschaften verfügen, wenn sie erwärmt werden. Diese Materialien weisen in ihren Poren Wasser in adsorbierter Form auf, und bei dem entwickelten Gas handelt es sich um Wasserdampf, wenn das pulverförmige Material in der Nähe der Glasoberflächen erwärmt wird.

Die Freisetzung des Gases aus solchen pulverförmigen Materialien, wenn die Erwärmung in der Nähe der Glasoberflächen erfolgt, wird nun als ein grundlegender Faktor angesehen, um die rasche Bewegung der pulverförmigen Materialien hervorzurufen, die an den Glasoberflächen geschieht, wenn das Glas durch Eintauchen in derartige Materialien gehärtet wird. Die rasche Bewegung bietet die Gewähr, daß es zu einer hinreichenden Wärmeübertragung von den Glasoberflächen in die Hauptmasse der Wirbelschicht kommt, um zu den höheren Werten der mittleren Zugspannung zu gelangen, die nach den Feststellungen möglicherweise in den Glasscheiben hervorgebracht werden.

Die Auswahl eines Materials mit Gasentwicklungseigenschaften reicht jedoch für sich genommen für die Erzielung höherer Härtespannungen nicht aus, und andere Faktoren müssen berücksichtigt werden. Es ist nun festgestellt worden, daß es, um aus der Verwendung eines Materials mit Gasentwicklungseigenschaften vollen Nutzen zu ziehen, wobei dieses Material in einem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation gehalten wird, von Wichtigkeit ist, die mittlere Teilchengröße, die Teilchen-

17. 1. 1980

AP C 03 B/215 053

- 4 - 215 053

größenverteilung und die Fließfähigkeit des Materials so auszuwählen, wie dies weiter unten definiert wird.

Dazu sollen zunächst einige zum Stand der Technik gehörige Begriffe erläutert werden:

Die "Fließfähigkeit" eines pulverförmigen Materials kann als eine Zahl zum Ausdruck gebracht werden, die der Summe von vier spezifischen Aussagen entspricht, die dem Material durch die Einschätzung von vier Charakteristika des pulverförmigen Materials zugeordnet werden. Der Ausdruck "Fließfähigkeit" weist jene Bedeutung auf, wenn er hierin verwendet wird.

Diese vier Charakteristika einer fließfähigen homogenen Wirbelschicht und die Art und Weise der Zuordnung von spezifischen Aussagen sind in dem Artikel "Beurteilung der Fließeigenschaften von Feststoffen" von Ralph L. Carr, Jr., Chemical Engineering, Band 72, Nr. 2, 18 Januar 1965, näher beschrieben und können wie folgt angegeben werden:

$$1. \text{ Kompressibilität } = \frac{100(P - A)}{P} \%$$

wobei:

P = Rohdichte unter gepackten Bedingungen

A = Rohdichte unter belüfteten Bedingungen

2. Schüttwinkel: Es handelt sich dabei um den Winkel in Graden zwischen der Horizontalen und der Neigung eines Haufens des pulverförmigen Materials, das von einem Punkt über der Horizontalen frei herabfällt, bis ein

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 5 - 215 053

konstanter Winkel gemessen wird.

3. Spatelwinkel: Ein Spatel wird horizontal in den untersten Teil einer Masse des trockenen pulverförmigen Materials hineingesteckt und senkrecht nach oben und aus dem Material herausgehoben. Ein Durchschnittswert des Winkels in Graden zwischen der Seite des Materialshaufens und der Horizontalen an dem Spatel entspricht dem Spatelwinkel.
4. Teilchengrößenverteilung (bezeichnet mit Gleichmäßigkeitskoeffizient in dem weiter oben erwähnten Artikel): Diese Verteilung wird in dem weiter oben erwähnten Artikel als der numerische Wert beschrieben, der erhalten wird, indem die Breite der Sieböffnung (d. h. die Teilchengröße), durch die 60 % des homogenen und aus einzelnen Teilchen bestehenden Materials hindurchtreten, durch die Breite der Sieböffnung dividiert wird, durch die gerade 10 % des homogenen und aus einzelnen Teilchen bestehenden Materials hindurchtreten.

Alle Werte für die Teilchengrößenverteilung, auf die hierin Bezug genommen wird, wurden in bekannter Art und Weise nach einem Verfahren unter Verwendung eines Coulter-Zählers gemessen, um die Teilchendurchmesser entsprechend den erhaltenen kumulativen Masseprozenten von 40 % und 90 % gemäß den Breiten der Sieböffnungen zu bestimmen, durch die 60 % und gerade 10 % des homogenen Materials hindurchtreten.

Die numerischen Werte für die Kompressibilität, den Schüttwinkel und den Spatelwinkel wurden unter Verwendung eines

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 6 - 215 053

Hosakawa-Pulverprüfgerätes, hergestellt von dem Hosakawa-Micrometrics-Laboratory der Firma The Hosakawa Iron Works, Osaka, Japan, gemessen. Dieses Pulverprüfgerät ist spezifisch für die Bestimmung der "Fließfähigkeit" von Pulvern bestimmt, wie weiter oben definiert wurde.

Die Fließeigenschaft eines aus einzelnen Teilchen bestehenden Pulvers ist grundlegend mit Faktoren verbunden, wie etwa mit der mittleren Teilchengröße, der Teilchengrößenverteilung und der Form der Teilchen, auf die mitunter Bezug genommen wird im Sinne einer Scharfkantigkeit der Teilchen, d. h., ob sie eine abgerundete oder winkelförmige Form aufweisen. Der Wert der Fließeigenschaft nimmt mit der Zunahme der mittleren Teilchengröße, mit einer Verengung der Teilchengrößenverteilung und mit einer Abnahme der Scharfkantigkeit der Teilchen zu.

Die Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation ist von der spezifischen Wärme des Materials und von der Dichte der Wirbelschicht bei minimaler Fluidisation abhängig, wobei die Dichte mit einer Verengung der Teilchengrößenverteilung zunimmt.

Ein hoher Wert der Härtespannung wird in dem Glas hervorgerufen, wenn es in einer Wirbelschicht mit einer optimalen Fließfähigkeit rasch abgekühlt wird. Einige Materialien, die die erforderlichen Härtespannungen ergeben, können im Handel bezogen werden. Andere, im Handel erhältliche Materialien können in der Weise modifiziert werden, um die erforderlichen Härtespannungen zu liefern, indem das Material durchgesiebt wird, um eine Änderung seiner mittleren Teilchengröße und der Teilchengrößenverteilung zu erreichen.

17. 1.1980

AP C. 03 B/215 053

- 7 - 215 053

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die Erreichung höherer Härtespannungen im Glas.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Glas in einer Gaswirbelschicht rasch abzukühlen, indem die mittlere Teilchengröße und Teilchengrößenverteilung sowie die Fließfähigkeit des pulverförmigen Materials so modifiziert werden, daß eine hohe Härtespannung im Glas erreicht wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, indem das pulverförmige Material über Gasentwicklungseigenschaften verfügt und eine mittlere Teilchengröße von 30 μm bis 120 μm , eine Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, eine Fließfähigkeit von 69,5 bis 92 und eine Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 0,7 bis 1,59 $\text{MJ}/\text{m}^3\text{K}$ aufweist.

Vorzugsweise ist das pulverförmige Material in der Lage, im Bereich von 4 % bis 34,5 % seines eigenen Gewichtes Gas zu entwickeln, wenn eine Erwärmung auf eine Massekonstanz bei 800 $^{\circ}\text{C}$ erfolgt. Das Gas, welches freigesetzt wird, kann einer Verbindung, zum Beispiel dem Wasser, zugeschrieben werden, welches durch das pulverförmige Material adsorbiert und/oder an das pulverförmige Material chemisch gebunden ist.

Das pulverförmige Material kann aus dem γ -Aluminiumoxid bestehen, welches in der Lage ist, im Bereich von 4 % bis 10 %

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 8 - 215 053

seines eigenen Gewichtes Gas zu entwickeln, wenn eine Erwärmung auf eine Massekonstanz bei 800 °C erfolgt, und eine mittlere Teilchengröße von 32 µm bis 119 µm, eine Teilchengrößenverteilung von 1,21 bis 2,34, eine Fließfähigkeit von 72,25 bis 92 und eine Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 0,85 bis 1,18 MJ/m³K aufweist.

Das pulverförmige Material kann poröses Alumosilikat sein, welches gleich dem γ-Aluminiumoxid adsorbiertes Wasser enthält.

Andere pulverförmige Materialien, die verwendet werden können, sind Verbindungen mit chemisch gebundenem Kristallwasser, beispielsweise das Aluminiumtrihydrat (Al₂O₃·3H₂O) oder das Aluminiummonohydrat (Al₂O₃·1H₂O).

Das pulverförmige Material kann aus dem Aluminiumtrihydrat (Al₂O₃·3H₂O) mit einer mittleren Teilchengröße von 62 µm bis 86 µm, einer Teilchengrößenverteilung von 1,64 bis 2,73, einem Fließvermögen von 69,5 bis 82 und einer Wärmekapazität pro Volumen-einheit bei minimaler Fluidisation von 1,52 bis 1,59 MJ/m³K bestehen.

Das pulverförmige Material kann aus dem Aluminiummonohydrat (Al₂O₃·1H₂O) mit einer mittleren Teilchengröße von 45 µm bis 57 µm, einer Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, einer Fließfähigkeit von 74 bis 80 und einer Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 1,156 bis 1,181 MJ/m³K bestehen.

Andere pulverförmige Materialien, die bei der Durchführung der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden können, sind

17. 1. 1980
, AP C 03 B/ 215 053

- 9 - 215 053

das Natriumhydrogenkarbonat oder Eisenoxidhydrat ($\text{FeO}\cdot\text{OH}$) mit Gehalten an chemisch gebundenem Kristallwasser; oder Magnesiumhydroxid ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) mit einem Gehalt an chemisch gebundenem Kristallwasser.

Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung weist das pulverförmige Material eine Struktur auf, die in der Lage ist, beim Erwärmen Gas abzugeben.

Die Gasentwicklung aus dem homogenen Pulvermaterial kann dann eine hinreichend rasche Bewegung des pulverförmigen Materials in der Nähe der Glasoberflächen hervorrufen, um die Wärmeübertragung durch die Bewegung der heißen Teilchen weg von den Glasoberflächen zu maximieren, während kühlere Teilchen kontinuierlich aus der Hauptmasse der Gaswirbelschicht in die Nähe der Glasoberflächen gelangen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. Die zugehörige Zeichnung zeigt im Schnitt eine schematische Darstellung der Anlage für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Die in der Zeichnung dargestellte Anlage zum Wärmehärten von Glas besteht aus einem senkrecht angeordneten Härteofen 1, der über Seitenwände 2 und einen Deckel 3 verfügt. Die Seitenwände 2 und der Deckel 3 bestehen aus herkömmlichem feuerfestem Material, und der unterste Teil des Härteofens 1 ist offen. In einer Grundplatte 5, auf der sich der Härteofen 1 befindet, ist eine Längsöff-

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 10 - 215 053

nung 4 vorgesehen. Ein nicht wiedergegebener, beweglicher Verschuß ist in bekannter Art und Weise angebracht, um die Längsöffnung 4 zu schließen.

Eine Glasplatte 6, die zu krümmen und anschließend thermisch zu härten ist, wird in den Härteofen 1 durch Zangen 7 eingehängt, die am oberen Rand der Glasplatte 6 angreifen. Diese Zangen 7 werden in der üblichen Art und Weise durch das Gewicht der Glasplatte 6 geschlossen, die zwischen den Zangenspitzen gehalten wird. Die Zangen 7 hängen an einer Zangenstange 8, die von einem bekannten Hebezeug herabhängt (nicht wiedergegeben). Die Zangenstange 8 bewegt sich an senkrechten Führungsschienen 9, die sich in Richtung nach unten durch den Härteofen erstrecken, um das Herabsenken und das Heben der Zangenstange 8 zu führen.

Ein Paar Biegewerkzeuge 10; 11 befindet sich auf jeder Seite des Weges der Glasplatte 6 in einer Kammer 12, die durch heiße Gase aus Öffnungen 12a erwärmt wird. Das Innere der Kammer 12 und die Biegewerkzeuge 10; 11 werden auf derselben Temperatur gehalten, wie die Temperatur der heißen Glasplatte 6, wenn diese in die Kammer 12 eintritt.

Das Biegewerkzeug 10 stellt eine massive Patrizze dar, die an einem Druckkolben 13 angebracht ist und eine gekrümmte Stirnseite aufweist, welche die Krümmung definiert, die auf die heiße Glasplatte 6 zu übertragen ist. Das Biegewerkzeug 11 entspricht einer ringförmigen Matrize, die durch Streben 14 gehalten wird, angebracht an einer Trägerplatte 15, die sich an einem Druckkolben 16 befindet. Die Krümmung der ringförmigen Matrize des Biegewerkzeuges 11 entspricht der Krümmung der Stirnfläche der Patrizze des

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 11 - 215 053

Biegewerkzeuges 10.

Die Führungsechienen 9 erstrecken sich in Richtung nach unten durch die Kammer 12 an jeder Seite der Biegewerkzeuge 10; 11 vorbei in einen Behälter mit einer Gaswirbelschicht 17 aus pulverförmigen feuerfesten Materialien, in der die heiße gekrümmte Glasplatte 6 rasch abgekühlt wird, wobei die Glasplatte 6 in Richtung nach unten in die Gaswirbelschicht 17 herabgesenkt wird.

Das pulverförmige Material entspricht einer Zusammensetzung, die über Gasentwicklungseigenschaften verfügt und eine mittlere Teilchengröße von $30\ \mu\text{m}$ bis $120\ \mu\text{m}$, eine Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, eine Fließfähigkeit von 69,5 bis 92 undeine Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 0,7 bis $1,59\ \text{MJ/m}^3\text{K}$ aufweist. Die Gasentwicklung durch das pulverförmige Material kann, wenn es zu einer Berührung mit der heißen Glasplatte 6 kommt, der Freisetzung des adsorbierten Wassers oder des chemisch gebundenen Kristallwassers zugeschrieben werden. Vorzugsweise ist das pulverförmige Material in der Lage, im Bereich von 4 % bis 34,5 % seines eigenen Gewichtes Gas zu entwickeln, wenn die Erwärmung auf Massokonstanz bei $800\ ^\circ\text{C}$ erfolgt.

Der Behälter mit der Gaswirbelschicht 17 besteht aus einem oben offenen rechteckigen Tank 18, der sich auf einer Plattform 19 befindet, die durch eine scherenförmige Vorrichtung gehoben und gesenkt werden kann. Wenn sich die Plattform 19 in ihrer oberen Stellung befindet, liegt der obere Rand des Tanks 18 gerade unterhalb der Biegewerkzeuge 10; 11.

- 12 -

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 12 -

215 053

Eine mikroporöse Membran 20 erstreckt sich über die Bodenfläche des Behälters. Die Ränder der Membran 20 sind zwischen einem Flansch 21 am Tank 18 und einem Flansch 22 an einer Luftkammer 23 fest angebracht, die den Boden des Tanks 18 bildet. Die Flansche 21; 22 und die Ränder der Membran 20 sind mittels Schrauben 24 miteinander verbunden. An der Luftkammer 23 ist eine Gaseinlaßzuleitung 25 vorgesehen, durch welche Wirbelluft unter einem regulierten Druck zugeführt wird. Die Konstruktion der Membran 20 ist derart beschaffen, daß die Wirbelluft gleichmäßig in die Gaswirbelschicht 17 über die gesamte Grundfläche der Gaswirbelschicht 17 einströmt, um die Gaswirbelschicht 17 in einem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation zu halten, wie weiter oben beschrieben ist.

Das pulverförmige Material in dem Tank 18 wird in dem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation durch die nach oben gerichtete Strömung der durch die poröse Membran 20 gleichmäßig verteilten Wirbelluft gehalten. Dadurch wird eine gleichmäßige Verteilung der Wirbelluft in dem pulverförmigen Material bei einer Gasströmungsgeschwindigkeit durch das pulverförmige Material zwischen derjenigen Geschwindigkeit entsprechend der Mindestfluidisation der Teilchen, die gerade in der in Richtung nach oben strömenden Wirbelluft suspendiert sind, und derjenigen Geschwindigkeit entsprechend der maximalen Expansion der pulverförmigen Teilchen bedingt, wobei eine in sich dichte Fluidisation besteht. Die expandierte Gaswirbelschicht 17 befindet sich in einem im wesentlichen blasenfreien bewegungslosen Zustand der homogenen Fluidisation mit einer horizontalen ruhenden Oberfläche, durch die die Glasplatte 6 in die Gaswirbelschicht 17 eintritt.

- 13 -

17. 1. 1980

AP C 03 B/215 053

- 13 - 215 053

Die Membran 20 kann aus einer Stahlplatte bestehen, die eine gleichmäßige Verteilung von Löchern und eine Reihe von Schichten aus starkem mikroporösem Papier auf der Stahlplatte aufweist. Zum Beispiel können 15 Bögen Papier verwendet werden. Die Membran 20 wird auf der obersten Lage der Papierschichten mit einem Drahtgeflecht abgeschlossen, zum Beispiel kann dazu ein Drahtgewebe aus nichtrostendem Stahl verwendet werden.

Ein Korb für die Aufnahme von Glasscherben kann in der Nähe der Membran 20 vorgesehen und muß konstruktiv in der Weise angeordnet werden, keine Störungen mit der gleichmäßigen Strömung der Gaswirbelschicht 17 in Richtung nach oben von der Membran 20 hervorzurufen.

Die Führungsschienen 9 erstrecken sich in Richtung nach unten bis zu einer Lage unterhalb der Biegewerkzeuge 11; 10 und enden im Bereich des oberen Randes des Tanks 18. Ein fester Rahmen 27 befindet sich im Tank 18 und weist an seinem unteren Ende einen nach oben gebogenen Fuß 28 auf, in dem die untere Kante einer Glasplatte 6 aufgenommen wird, die in die Gaswirbelschicht 17 eintaucht, wenn die Zangenstange 8 über die Biegewerkzeuge 10; 11 hinaus durch die Hebeanlage herabgesenkt wird.

Wenn die scherenförmige Plattform 19 herabgesenkt ist und sich die Zangen 7 und die Zangenstange 8 in ihrer untersten Lage am unteren Teil der Führungsschienen 9 befinden, wird eine zu krümmende und zu härtende Glasplatte 6 an den Zangen 7 angebracht. Die Hebeanlage zieht dann die eingehängte Glasplatte 6 in den Härteofen 1 nach oben.

- 14 -

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 14 - 215 053

der auf einer bestimmten Temperatur, zum Beispiel auf 850 °C gehalten wird, wenn es sich um das Härten von Natron-Kalk-Kieselsäureglas handelt. Die Glasplatte 6 wird rasch auf eine Temperatur in der Nähe ihrer Erweichungstemperatur erwärmt, beispielsweise auf eine Temperatur im Bereich von 610 °C bis 680 °C, zum Beispiel 660 °C.

Wenn die Glasplatte 6 eine verlangte Temperatur gleichmäßig erreicht hat, wird der Verschuß, der die Längsöffnung 4 verschließt, geöffnet, und die heiße Glasplatte 6 wird durch die Hebeanlage in die Lage zwischen den offenen Biegewerkzeugen 10; 11 herabgesenkt. Die Druckkolben 13; 16 werden in Tätigkeit gesetzt und die Biegewerkzeuge 11; 12 zusammengedrückt, um der Glasplatte 6 eine gewünschte Krümmung zu verleihen. Wenn dann die verlangte Krümmung an der Glasplatte 6 hergestellt ist, um zum Beispiel die Glasplatte 6 in die Lage zu versetzen, als Teil einer Verbundsicherheitsglas-Windschutzscheibe für Kraftfahrzeuge eingesetzt zu werden, werden die Biegewerkzeuge 11; 12 geöffnet, und die heiße gekrümmte Glasplatte 6 wird rasch in die Gaswirbelschicht 17 in dem Tank 18 herabgesenkt, der in die Lage zur raschen Abkühlung der Glasplatte 6 gebracht worden ist, indem die scherenförmige Plattform 19 angehoben wurde, während die Glasplatte 6 in dem Härteofen 1 erwärmt wurde.

Die Gaswirbelschicht 17 wird auf einer geeigneten Temperatur gehalten, um in dem Glas eine verlangte mittlere Zugspannung hervorzubringen, zum Beispiel handelt es sich dabei um 30 °C bis 150 °C. Diesem Zweck dienen ein Wasserkühlmantel 29 an den ebenen längeren Seitenwänden des Tanks 18

- 15 -

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 15 -

215 053

und die Temperaturregelung der Gaswirbelluft 17, die der Luftkammer 23 zugeleitet wird. Der Wasserkühlmantel 29 wirkt als Wärmesenke, die die Wärme absorbiert, die zu den entfernteren Teilen der Gaswirbelschicht 17 durch die Strömung von erwärmtem pulverförmigem Material weg von der heißen Glasplatte 6 dissipiert.

Die untere Kante der heißen Glasplatte 6 wird gleichmäßig rasch abgekühlt, wenn sie in die horizontale ruhende Oberfläche der expandierten Gaswirbelschicht 17 eintritt, so daß keine Möglichkeit besteht, daß verschiedene Spannungen in verschiedenen Bereichen der Oberfläche jener Kante der Glasplatte 6 erzeugt werden, die zu Brüchen führen könnten. Während des Absenkens der unteren Kante der Glasplatte 6 in die Gaswirbelschicht 17 befindet sich jeder Teil der unteren Kante immer in Berührung mit der homogenen Gaswirbelschicht 17, die über latente Gasentwicklungseigenschaften verfügt. Die Gaswirbelschicht 17 weist dabei einen bewegungslosen gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation auf. Diese gleichmäßige Behandlung der unteren Kante der Glasplatte 6 verhindert unabhängig von der in Richtung nach oben strömenden Bewegung des pulverförmigen Materials, die an den heißen Oberflächen der Glasplatten 6 durch die Gasentwicklung aus dem Gasentwicklungspulver des Gemisches hervorgerufen werden kann, und zwar unmittelbar nach dem Eintritt der Glasplatte 6 in die Gaswirbelschicht 17, in hohem Maße einen Bruch der Glasplatte 6 und die sich damit ergebenden Probleme einer Beseitigung von Glas-scherben in der Gaswirbelschicht 17. Dies gewährleistet zusammen mit der Verhinderung von Verlusten an Glasplatten 6 auf Grund einer Veränderung der Form der Glasplatten 6 und/oder einer Verminderung der Oberflächen-

- 16 -

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 16 - 215 053

güte eine kommerziell lebensfähige Ausbeute an gehärteten Glasplatten 6 in guter Ausführung und entsprechender optischer Qualität.

Die rasche Entwicklung und Expansion des Gases aus dem Gasentwicklungspulver ruft eine örtliche Bewegung des pulverförmigen Materials in der Nähe der Oberflächen der Glasplatten 6 in einer solchen Art und Weise hervor, die dem Sieden einer Flüssigkeit ähnlich ist. Es kommt also zu einem strömenden Dahingleiten des pulverförmigen Materials über die Oberflächen der Glasplatten 6.

Damit sich nun die Gaswirbelschicht 17 in einem entsprechenden Zustand befindet, um pulverförmiges Material dem bewegten strömenden Dahingleiten mit einer Geschwindigkeit zuzuführen, die hinreicht, um die verlangte rasche Wärmeableitung von den Oberflächen der Glasplatten 6 aufrechtzuerhalten, so daß lebensfähige Temperaturgradienten von der Mitte zur Oberfläche durch die Dicke der Glasplatte 6 hervorgebracht werden, wird das pulverförmige Material in der Weise ausgewählt, daß die mittlere Teilchengröße und die Fließfähigkeit des pulverförmigen Materials in der Gaswirbelschicht 17 hinreichend hoch sind und die Teilchengrößenverteilung hinreichend klein ist, damit es zu einem raschen Austausch von in der Nähe der Oberflächen der Glasplatten 6 erwärmten Teilchen mit kühleren Teilchen aus der Hauptmasse der Gaswirbelschicht 17 kommt.

Es ist nun festgestellt worden, daß gute Ergebnisse auf der Grundlage einer reproduzierbaren Erzeugung einer relativ hohen Spannung in dünnen Glasplatten 6 erzielt werden können, zum Beispiel handelt es sich dabei um eine mittlere

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 17 - **215 053**

Zugspannung von 31 bis 47 MPa in Glas mit einer Dicke von 2,3 mm, wählt man das verwendete pulverförmige Gasentwicklungsmaterial so aus, daß es über eine Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, eine mittlere Teilchengröße von 30 μm bis 120 μm und eine Fließfähigkeit von 69,5 bis 92 gemäß der obigen Definition verfügt. Die Auswahl der geeigneten Charakteristika eines pulverförmigen Materials kann in der Weise erreicht werden, indem ein Material, welches über geeignete Gasentwicklungseigenschaften verfügt, durchgesiebt wird, um eine verlangte mittlere Teilchengröße, Teilchengrößenverteilung und Fließfähigkeit zu erreichen.

Die Expansion des Gases, welches aus dem pulverförmigen Material entsteht, in der Nähe der Oberflächen der Glasplatten 6 ermöglicht es, in Verbindung mit den Eigenschaften der Teilchen, die der Wirbelschicht vorteilhafte Strömungscharakteristika innerhalb des ruhenden gleichmäßig expandierten Zustandes der Gaswirbelschicht 17 verleihen, daß sich die Wärmeübertragung weg von den Oberflächen der Glasplatten 6 in die Hauptmasse der Gaswirbelschicht 17 kontinuierlich fortsetzt, bis die Abkühlung der Glasplatte 6 unter den unteren Kühlpunkt des Glases erfolgt ist. Dies geschieht derart, um zu gewährleisten, daß die Temperaturgradienten von der Mitte zur Oberfläche der Glasplatte 6 durch die Glasdicke während des Abkühlens aufrechterhalten werden, selbst wenn die Geschwindigkeit der Gasentwicklung aus dem frischen Material, welches die Oberfläche der Glasplatte 6 erreicht, und der Expansion jenes Gases abnimmt, wenn sich die Oberflächen der Glasplatten 6 abkühlen. Während des kontinuierlichen Abkühlens der Glasplatte 6 im eingetauchten Zustand in

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 18 - 215 053

der Gaswirbelschicht 17 werden somit relativ hohe Härtespannungen in der Glasplatte 6 entwickelt.

Die Glasplatte 6 greift in den Fuß 23 des Rahmens 27 am unteren Ende des Herabsenkens ein, wodurch die Zangen 8 freigegeben werden. Die Glasplatte 6 ruht dann auf dem Rahmen 27, während sie sich in der Gaswirbelschicht 17 abkühlt. Die Glasplatte 6 bleibt in der Gaswirbelschicht 17, bis sie hinreichend abgekühlt ist, um herausgenommen zu werden. Der Tank 18 wird dann herabgesenkt, indem die scheinförmige Plattform 19 betätigt wird. Damit wird der feste Rahmen 27 frei gelegt, und die eingehängte gehärtete Glasplatte 6 gelangt zum Vorschein, die dann zur nachfolgenden Abkühlung auf Raumtemperatur entfernt wird.

Die anderen Faktoren, von denen nunmehr angenommen wird, die in der Glasplatte 6 hervorgebrachten Spannungen zu beeinflussen, wobei die Glasplatte 6 in einer homogenen Gaswirbelschicht 17 aus einem pulverförmigen Material mit Gasentwicklungseigenschaften rasch abgekühlt wird und sich die Gaswirbelschicht 17 in einem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation befindet, sind die mittlere Teilchengröße, die Teilchengrößenverteilung, die Fließfähigkeit und die Wärmekapazität des Materials.

Einige Beispiele für die Durchführung der vorliegenden Erfindung werden weiter unten angegeben. Eingesetzt werden dabei anorganische Oxide und Hydroxide mit Gasentwicklungseigenschaften. Diese werden entsprechend ausgewählt und/oder zum Beispiel durch Sieben klassiert, um die Eigenschaften innerhalb der soeben angegebenen Bereiche aufzu-

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 19 - 215 053

weisen. In jedem dieser Beispiele ist der numerische Wert des Produktes aus der Teilchendichte in g/cm^3 und der mittleren Teilchengröße in μm kleiner als 220. Hierbei handelt es sich um ein Kriterium, welches für die Auswertung nützlich gewesen ist, ob sich das pulverförmige Material für die Fluidisation in einem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation eignet, wenn die Arbeitsweise mit Luft bei Umgebungsbedingungen einer normalen Temperatur und eines normalen Druckes erfolgt.

Beispiel 1

Glasplatten 6 aus Natron-Kalk-Kieselsäureglas mit einer Dicke von 2,3 mm wurden zurechtgeschnitten und die Kanten der geschnittenen Glasplatten 6 in der Weise bearbeitet, indem sie unter Verwendung einer Schleifscheibe mit einer feinen Diamantkörnung abgerundet wurden. Die Glasplatten 6 wurden an den Zangen 7 aufgehängt und in dem Härteofen 1 auf 660°C erwärmt. Sobald die verlangte Temperatur erreicht war, wurden die heißen Glasplatten 6 in einer Gaswirbelschicht 17 aus ausgewähltem und/oder klassiertem pulverförmigem γ -Aluminiumoxid in einem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation herabgesenkt. Die Gaswirbelschicht 17 wurde auf einer Temperatur von 50°C gehalten. Jedes der verwendeten ausgewählten γ -Aluminiumoxid-Materialien war ein mikroporöses Material mit Porendurchmessern von 2,7 bis 4,9 nm und mit einem freien Porenraum von 20 % bis 40 %. Eine typische Teilchendichte entspricht $1,83 \text{ g/cm}^3$. Die Poren enthalten adsorbiertes Wasser, und das γ -Aluminiumoxid weist einen Wassergehalt von 4 Gew.-% bis 10 Gew.-% des Materials auf,

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 20 - 215 053

gemessen auf Grund des Gewichtsverlustes, wenn das Material bei 800 °C auf Massekonstanz erwärmt wird. Das Wasser wird verdampft und als Gas freigesetzt, wenn das pulverförmige Material erwärmt wird, sofern eine Berührung mit den heißen Oberflächen der Glasplatten 6 erfolgt.

Tabelle 1 enthält das Ergebnis des raschen Abkühlens einer Glasplatte 6 mit einer Dicke von 2,3 mm, die auf 660 °C in 21 verschiedenen ausgewählten γ -Aluminiumoxiden erwärmt wurde. Die folgenden Symbole werden in den Spaltenköpfen verwendet:

F = Fließfähigkeit

D = Teilchengrößenverteilung

S = mittlere Teilchengröße (sie unterliegt experimentellen Streuungen, und die angegebenen Werte entsprechen beobachteten Werten für die verwendeten ausgewählten Materialien)

C = Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation (diese wurde aus der spezifischen Wärme des Materials unter Messung bei 50 °C und aus der Dichte des bei der minimalen Fluidisation gemessenen Materials abgeleitet)

σ_T = mittlere Zugspannung in dem Glas

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 21 - **215 053**

Tabelle 1: Ergebnisse

Nr.	F	D	S (μm)	C ($\text{MJ}/\text{m}^3\text{K}$)	$\bar{\epsilon}_T$ (MPa)
1	72,25	1,54	34	0,99	31
2	75,0	1,46	32	0,85	35
3	79,0	1,24	48	0,92	35
4	80,0	1,52	46	1,06	37
5	80,5	2,0	59	1,02	35
6	81,5	1,81	68	1,04	37
7	81,25	1,60	40	0,99	37
8	84,0	1,9	86	1,04	40
9	84,25	1,5	49	1,02	40
10	86,0	1,66	79	1,15	41
11	86,25	1,60	72	1,16	39
12	86,5	1,60	69	1,01	40
13	87,25	1,93	84	1,06	41
14	87,5	1,34	56	1,19	37
15	88,0	1,35	84	1,18	41
16	88,0	1,27	64	1,05	42
17	88,0	1,68	91	1,07	42,5
18	88,0	1,38	67	1,03	36
19	88,75	1,46	74	1,06	37
20	90,21	2,34	119	1,09	40
21	92,0	1,21	80	1,12	42

Jedes der ausgewählten γ -Aluminiumoxide gemäß der Wiedergabe in Tabelle 1 weist eine Teilchengrößenverteilung von 1,21 bis 2,34, eine mittlere Teilchengröße von 32 μm bis 119 μm und eine Fließfähigkeit von 72,25 bis 92 auf. Die Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation

17. 1. 1980

APC 03 B/ 215 053

- 22 - 215 053

erstreckt sich von $0,85 \text{ MJ/m}^3\text{K}$ bis $1,18 \text{ MJ/m}^3\text{K}$.

Je größer die mittlere Teilchengröße, desto größer die Fließfähigkeit für dieselbe Teilchengrößenverteilung, wie den χ -Aluminiumoxiden 1, 4 und 9 zu entnehmen ist. Im Falle der beiden χ -Aluminiumoxide 10 und 21 derselben mittleren Teilchengröße weist das χ -Aluminiumoxid mit der kleineren Teilchengrößenverteilung die höhere Fließfähigkeit auf.

Die Fließfähigkeiten der Gasentwicklungsmaterialien der Tabelle 1 sind derart beschaffen, daß eine hinreichende Schnelligkeit des Austausches von heißen Teilchen aus der Nähe der Oberflächen der Glasplatten 6 mit kälteren Teilchen aus der Hauptmasse der Gaswirbelschicht 17 zu verzeichnen ist. Damit ergibt sich in dem Natron-Kalk-Kieselsäureglas mit der Dicke von 2,3 mm beim raschen Abkühlen von einer Temperatur von 660°C eine mittlere Zugspannung von 31 MPa bei der niedrigeren Fließfähigkeitsgrenze von 72,25 mit zunehmender Fließfähigkeit ein rascher Anstieg auf eine mittlere Zugspannung von bis zu 40 MPa bei einer Fließfähigkeit von 84. Die mittlere Zugspannung, die in dem Teil der Fließfähigkeit zwischen 84 und 92 erreicht wird, beläuft sich auf 40 MPa bis 42,5 MPa.

Andere Versuche ergaben, daß χ -Aluminiumoxide mit einer Fließfähigkeit kleiner als 72,25 eine mittlere Zugspannung in der Glasplatte 6 unter 30 MPa hervorbrachten. Der Wert für die mittlere Zugspannung in der Glasplatte 6 fällt rasch mit abnehmendem Fließvermögen ab, selbst wenn diese χ -Aluminiumoxide ähnliche Gasentwicklungseigenschaften aufweisen wie die χ -Aluminiumoxide der Tabelle 1.

- 23 -

17. 1. 1979

AP C 03 B/ 215 053

- 23 -

215 053

Beispiel 2

Für das Härten von Glasplatten 6 aus Natron-Kalk-Kieselsäureglas mit einer Dicke von 2,3 mm wurde nach demselben Verfahren gearbeitet, wie in Beispiel 1 beschrieben. Die Glasplatten 6 wurden auf 660 °C erwärmt und in fünf ausgewählten Aluminiumtrihydraten ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) rasch abgekühlt, wie im Detail der Tabelle 2 entnommen werden kann.

Die Aluminiumtrihydrate entsprechen hydratisierten Aluminiumoxiden mit einem Gehalt an chemisch gebundenem Kristallwasser, von dem ein Teil abgegeben wird, wenn das Material erwärmt wird. Der Wassergehalt aller in Tabelle 2 wiedergegebenen Materialien lag bei 34,5 Gew-% des Materials. Diese Angabe erfolgt auf Grund von Messungen des prozentualen Masseverlustes, wenn das Material bei 800 °C zur Massekonstanz erwärmt wird.

Die Teilchendichte beträgt 2,3 g/cm³.

Tabelle 2: Ergebnisse

Nr.	F	D	S μm	C MJ/m ³ K	σ MPa
1	69,5	2,73	62	1,52	45,5
2	75	1,80	76	1,57	45
3	77,25	1,79	78	1,59	46
4	81,25	1,74	74	1,57	47
5	82	1,64	86	1,57	46,5

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 24 - **215 053**

Die Aluminiumtrihydrate bringen höhere mittlere Zugspannungen als die γ -Aluminiumoxide der Tabelle 1 hervor, und die Spannung nimmt mit zunehmender Fließfähigkeit zu. Die Fließfähigkeiten erstrecken sich von 69,5 bis 82. Die mittlere Zugspannung, die in einem Natron-Kalk-Kieselsäureglas mit einer Dicke von 2,3 mm erreicht wurde, wenn das betreffende Glas von 660 °C rasch abgekühlt wurde, erstreckte sich von 45 MPa bei einem Material mit einem Fließvermögen von 69,5 bis 47 MPa bei einem Material mit einem Fließvermögen von 82.

Beispiel 3

Für das Härten von Glasplatten 6 aus Natron-Kalk-Kieselsäureglas mit einer Dicke von 2,3 mm wurde nach demselben Verfahren gearbeitet, wie in Beispiel 1 beschrieben wurde. Die Glasplatten 6 wurden auf 660 °C erwärmt und in vier ausgewählten Aluminiummonohydraten ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$) rasch abgekühlt, wie der Tabelle 3 detailliert entnommen werden kann.

Aluminiummonohydrat ist ein poröses Material, welches chemisch gebundenes Kristallwasser und in den Poren adsorbiertes Wasser enthält. Die verwendeten Materialien wiesen einen prozentualen Wassergehalt von 28 Gew.-% auf, gemessen als Masseverlust der Materialien, wenn diese bei 800 °C auf Massekonstanz erwärmt wurden. Das chemisch gebundene Kristallwasser repräsentiert 15 Gew.-% des Materials und das in den Poren adsorbierte macht 13 Gew.-% des Materials aus. Letzteres Wasser wird in der Hauptsache als Gas abgegeben, wenn das Material erwärmt wird. Die Teilchendichte liegt bei 1,6 g/cm³.

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 25 - 215 053

Tabelle 3: Ergebnisse

Nr.	F	D	S μm	C $\text{MJ/m}^3\text{K}$	σ_T MPa
1	74	2,78	45	1,176	37,5
2	75,5	1,63	48	1,156	37
3	78,75	1,15	49	1,77	39
4	80	1,18	57	1,181	39

Diese Aluminiummonohydrate bringen eine mittlere Zugspannung von 37,5 bis 39 MPa hervor, wenn sich die Fließfähigkeit zwischen 74 und 80, die Teilchengrößenverteilung zwischen 1,15 und 2,78 und die mittlere Teilchengröße zwischen 45 μm und 57 μm erstrecken.

Andere Materialien, die als geeignete Bestandteile der Gaswirbelschicht 17 für die Durchführung des erfindungsgemäßen Härteverfahrens ausgewählt werden können, werden in den folgenden Beispielen behandelt:

Beispiel 4

Verwendet wurde ein poröses Alumosilikat mit einer Teilchendichte von 1,6 g/cm^3 , wobei jedes Teilchen dieses Materials 13 Gew.-% Aluminiumoxid aufweist. Das Material kann wie folgt gekennzeichnet werden:

Fließfähigkeit = 82,5
Teilchengrößenverteilung = 1,68
Mittlere Teilchengröße..... = 94 μm

17. 1. 1980

AP C 03 B/215 053

- 26 - 215 053

Gehalt an adsorbiertem Wasser

(Masseverlust bei 800 °C)..... = 19 %

Wärmekapazität pro Volumeneinheit

bei Mindestfluidisation..... = 0,7 MJ/m³K

Beispiel 5

Eine Gaswirbelschicht 17 wurde aus Lepidokrokit (Rubinglimmer) gebildet, wobei wir es mit einem Eisenoxidhydroxid (FeO.OH) mit einer Teilchendichte von 4,2 g/cm³ zu tun haben. Dieses Material enthält chemisch gebundenes Kristallwasser und läßt sich wie folgt kennzeichnen:

Fließfähigkeit = 72

Teilchengrößenverteilung = 1,60

Mittlere Teilchengröße = 40 μm

Wassergehalt (Masseverlust bei 800°C) = 10 %

Wärmekapazität pro Volumeneinheit

bei Mindestfluidisation = 1,38 MJ/m³K

Beispiel 6

Die Gaswirbelschicht 17 wurde aus Brucit gebildet, einem Magnesiumhydroxid Mg(OH)₂. Dieses Material enthält chemisch gebundenes Kristallwasser und weist die folgenden Eigenschaften auf:

Fließfähigkeit = 74

Teilchengrößenverteilung = 1,60

Mittlere Teilchengröße = 60 μm

Wassergehalt (Masseverlust bei 800 °C) = 31 %

Wärmekapazität pro Volumeneinheit

bei Mindestfluidisation = 1,01 MJ/m³K

Beispiel 7

Die Gaswirbelschicht 17 wurde aus Natriumhydrogenkarbonat gebildet (NaHCO_3). Dieses entwickelt sowohl Kohlendioxid als auch Wasser, wenn es unter Berührung mit der heißen Glasplatte 6 erwärmt wird. Eine geringe Menge eines Aktivators auf Siliziumdioxidbasis für das Fließverhalten, zum Beispiel etwa 0,6 Gew.-%, wurde dem Natriumhydrogenkarbonat beigemischt, um den Umgang mit dem Pulver zu verbessern.

Die Eigenschaften des Natriumhydrogenkarbonates mit dem zugegebenen Fließaktivator können wie folgt angegeben werden:

Fließfähigkeit	= 75
Teilchengrößenverteilung	= 1,975
Mittlere Teilchengröße	= 70 μm
H_2O - und CO_2 -Gehalt (Masseverlust bei 800 °C)	= 37 %
Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei Mindestfluidisation	= 1,41 $\text{MJ/m}^3\text{K}$

Die mittlere Zugspannung in einer Glasplatte 6 aus Natron-Kalk-Kieselsäureglas mit einer Dicke von 2,3 mm lag bei 47 MPa. Dabei wurde die Glasplatte auf 660 °C erwärmt und in der aus Natriumhydrogenkarbonat bestehenden Wirbelschicht 17 rasch abgekühlt.

Die pulverförmigen Materialien weisen in den obigen Beispielen allesamt Eigenschaften innerhalb der weiter oben für solche Materialien spezifizierten Grenzen auf. Dabei handelt es sich um Materialien, die gemäß dem erfindungsgemäßen

17: 1. 1980

AP C 03 B/215 053

- 28 - **215 053**

Verfahren einzusetzen sind: Diese Materialien verfügen allesamt über Gasentwicklungseigenschaften, eine mittlere Teilchengröße von $30\ \mu\text{m}$ bis $120\ \mu\text{m}$, eine Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, eine Fließfähigkeit von 69,5 bis 92 und eine Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei Mindestfluidisation von 0,7 bis $1,59\ \text{MJ/m}^3\text{K}$.

Diese Materialien wurden wie folgt ausgewählt und/oder angesetzt:

Möglicherweise brauchbare Materialien mit Gasentwicklungseigenschaften wurden von geeigneten Herstellern bezogen und Proben solcher Materialien geprüft.

Als Folge der durchgeführten Versuche wurde entdeckt, daß die Herstellungsverfahren, von denen Gebrauch gemacht wurde, um die Proben in der Form herzustellen, wie sie durch die Hersteller geliefert wurden, derart beschaffen waren, daß nur bei einer kleinen Anzahl von Proben die Eigenschaften bezüglich der mittleren Teilchengröße, der Teilchengrößenverteilung, der Fließfähigkeit und der Wärmekapazität insgesamt innerhalb der erforderlichen Grenzen lagen. Wo dies der Fall war, bestand die Möglichkeit, die gekauften Materialien unmittelbar zu verwenden. Die Tatsache, daß diese Materialien über die gewünschten Eigenschaften verfügten, ergab sich aus der Behandlung der betreffenden Materialien während der Produktion durch den Hersteller, wobei Verfahren angewandt wurden wie das Sieben oder die Windsichtung. Es wurde bei den Versuchen festgestellt, daß die große Mehrheit der Materialien unbrauchbar war. Durch weitere Sieb-

17. 1. 1980

AP C 03 B/215 053

- 29 -

215 053

verfahren oder Windsichtungen mußten diese Materialien nachbehandelt werden, um zu feineren Fertigerzeugnissen zu gelangen. Diese wiesen dann die Eigenschaften auf, die innerhalb der spezifizierten Grenzen liegen müssen. Materialien, die auf diese Weise nachbehandelt wurden, wurden dann in den in den Beispielen beschriebenen Gaswirbelschichten 17 eingesetzt.

- 30 -

17. 1. 1980

AP C 03 B/ 215 053

- 30 - 215 053

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum Wärmehärten von Glas, bei dem das Glas auf eine Temperatur oberhalb seines unteren Kühlpunktes erwärmt und das heiße Glas in einer homogenen Gaswirbelschicht aus pulverförmigen Bestandteilen in einem ruhenden gleichmäßig expandierten Zustand einer homogenen Fluidisation rasch abgekühlt wird, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material über Gasentwicklungseigenschaften verfügt und eine mittlere Teilchengröße von 30 μm bis 120 μm , eine Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, eine Fließfähigkeit von 69,5 bis 92 und eine Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 0,7 bis 1,59 $\text{MJ}/\text{m}^3\text{K}$ aufweist.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material in der Lage ist, Gas in einer Menge von 4 Gew.-% bis 34,5 Gew.-% seines eigenen Gewichtes zu entwickeln, wenn eine Erwärmung des Materials auf Massekonstanz bei 800 $^{\circ}\text{C}$ erfolgt.
3. Verfahren nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material dem γ -Aluminiumoxid entspricht, welches in der Lage ist, Gas in einer Menge von 4 Gew.-% bis 10 Gew.-% seines eigenen Gewichtes zu entwickeln, wenn eine Erwärmung des Materials auf Massekonstanz bei 800 $^{\circ}\text{C}$ erfolgt, und das eine mittlere Teilchengröße von 32 μm bis 119 μm , eine Teilchengrößenverteilung von 1,21 bis 2,34, eine Fließfähigkeit von 72,25 bis 92 und eine Wärmekapazität

17. 1.1980

AP C 03 B/ 215 053

- 31 - 215 053

pro Volumeneinheit bei einer Mindestfluidisation von 0,85 bis 1,18 MJ/m³K aufweist.

4. Verfahren nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß es sich bei dem pulverförmigen Material um poröses Alumosilikat handelt.
5. Verfahren nach Punkt 1 oder 2, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material eine Verbindung mit chemisch gebundenem Kristallwasser entspricht.
6. Verfahren nach Punkt 5, gekennzeichnet dadurch, daß es sich bei dem pulverförmigen Material um das Aluminiumtrihydrat ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) mit einer mittleren Teilchengröße von 62 μm bis 86 μm , mit einer Teilchengrößenverteilung von 1,64 bis 2,73, mit einer Fließfähigkeit von 69,5 bis 82 und mit einer Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 1,52 bis 1,59 MJ/m³K handelt.
7. Verfahren nach Punkt 5, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material dem Aluminiummonohydrat ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) mit einer mittleren Teilchengröße von 45 μm bis 57 μm , mit einer Teilchengrößenverteilung von 1,15 bis 2,78, mit einer Fließfähigkeit von 74 bis 80 und mit einer Wärmekapazität pro Volumeneinheit bei minimaler Fluidisation von 1,16 bis 1,18 MJ/m³K entspricht.
8. Verfahren nach Punkt 5, gekennzeichnet dadurch, daß es sich bei dem pulverförmigen Material um Eisenoxid-

17. 1. 1980

AP C03 B/ 215 053

- 32 - **215 053**

hydroxid (FeO.OH) handelt, welches chemisch gebundenes Kristallwasser enthält.

9. Verfahren nach Punkt 5, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material dem Magnesiumhydroxid ($Mg(OH)_2$) entspricht, welches chemisch gebundenes Kristallwasser enthält.
10. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material eine solche Struktur aufweist, die in der Lage ist, beim Erwärmen Gas abzugeben.
11. Verfahren nach Punkt 10, gekennzeichnet dadurch, daß das pulverförmige Material dem Natriumhydrogenkarbonat entspricht.

Hierzu 1 Blatt Zeichnung

