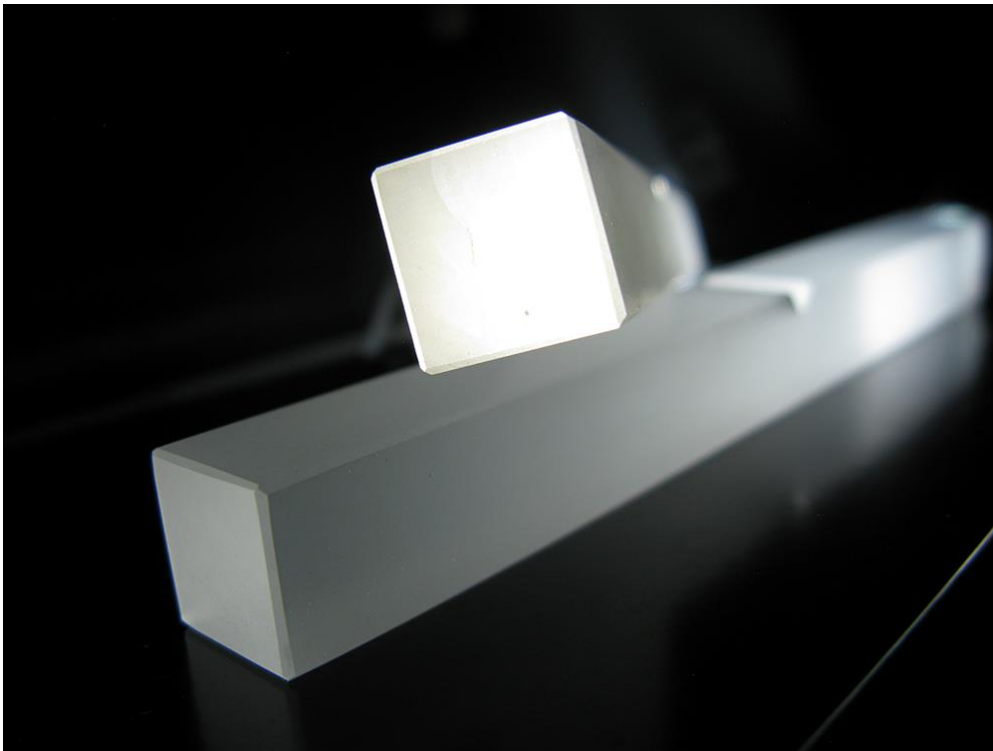


# CHALMERS



Kemisk härdning av blyfritt kristallglas och dess  
förbättring på hållfasthet samt motstånd mot  
temperaturväxlingar

Chemically strengthening of lead-free crystal glass and its  
improvement on strength and thermal shock resistance

*Examensarbete för högskoleingenjörsexamen inom Maskiningenjör- &  
Design och produktutvecklingsprogrammen*

Elin Molin  
Emelie Roos

Institutionen för Material- och tillverkningsteknik  
Avdelningen för Avancerad oförstörande provning  
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA  
Göteborg, Sweden, 2016

Examinator: Peter Hammersberg Examensarbete No. 158/2016

Kemisk härdning av blyfritt kristallglas  
Och dess förbättring på hållfastighet samt motstånd mot temperaturväxlingar  
ELIN MOLIN & EMELIE ROOS

© ELIN MOLIN & EMELIE ROOS, 2016.

Examinator: Peter Hammersberg, Material och Tillverkningsteknik

Högskoleexamensarbete No. 158/2016  
Inst. Material och Tillverkningsteknik  
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA  
SE-412 96 Gothenburg  
Telefon +46 31 772 1000

Omslag: Visualisation av kristallstavar med brottanvisning som användes vid provning.

Typset i L<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X  
Göteborg, Sverige 2016

Kemisk härdning av blyfritt kristallglas  
och dess förbättring på hållfasthet samt motstånd mot temperaturväxlingar  
ELIN MOLIN & EMELIE ROOS  
Inst. Material och Tillverkningsteknik  
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA

## **Abstrakt**

Kristallglas som konstmaterial har funnits länge, men för att utöka användningsområdet av materialet som konstruktionsmaterial behövs det att materialet förstärks. Denna rapport fokuserar på processen kemisk härdning av blyfritt kristallglas och dess förbättring i hållbarhet och resistens mot temperaturchock. Bland annat utfördes SEM-mätningar och spänningvisualisering i polariskop användes för att bevisa genomförd härdning. 4-punkts böjprov och termiskt chocktest utfördes på kristallstavar för att bevisa materialförbättringar. Testerna påvisade att kemisk härdning var möjligt på blyfritt kristallglas och stavarna klarade 70 % mer kraft i 4-punkts böjprovet samt 146 % ökning i temperaturrestens innan sprickbildning uppstod av termisk chock.

Chemically strengthening of lead-free crystal glass  
and its improvement on strength and thermal shock resistance  
ELIN MOLIN & EMELIE ROOS  
Dep. Materials and Manufacturing Technology  
CHALMERS UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## **Abstract**

Crystal glass used as an art form has exist for quite some time. However to expand the materials use of application and use it as a construction material the material need to be strengthened. This report will focus on the process chemical strengthening of lead-free crystal glass, and resulting improvement on the materials durability and resistance against thermal shock. Tests such as SEM- tests and tension visualization by polariscope was used to confirm chemical strengthening of the material. 4-point bending and thermal shock test was conducted on crystal rods to prove the materials improvement. The tests showed that chemical strengthening is possible for led-free crystal glass, the rods could withstand up to 70 % more force in 4-poinbending and 146 % increased temperature resistance at thermal shock test before cracking.



## **Tackord**

För all den hjälp och information vi fått under projektets gång skulle vi vilja tacka Marita från Orrefors samt Stefan från Glafo. Vi gick från okunnighet till där vi är nu på bara några veckor tack vare er. Våra handledare Toni, Jörgen och Peter ska ha ett stort tack för det stöd vi fick. Ni har lärt oss vikten av kontakter och att man inte kan göra allting själv på en dag. EDAG ska också ha ett stort tack för den chansen vi fått att göra det här examensarbetet och allting vi lärt oss under arbetets gång.

Elin Molin & Emelie Roos, Göteborg, 06 2016



# Innehållsförteckning

<b>1</b>	<b>Inledning</b>	<b>1</b>
1.1	Reviderad kopia . . . . .	1
1.2	Bakgrund . . . . .	1
1.3	Syfte . . . . .	2
1.4	Avgränsning . . . . .	2
1.5	Frågeställning . . . . .	3
<b>2</b>	<b>Teoretisk referensram</b>	<b>5</b>
2.1	Mätning av glas . . . . .	6
2.1.1	4-punkts böjprov . . . . .	6
2.1.2	Termisk chock prov . . . . .	7
2.1.3	Nanoindentering . . . . .	7
2.1.4	SEM . . . . .	7
2.1.5	Polariskop . . . . .	7
2.2	Tillverkningprocess . . . . .	7
2.2.1	Smältprocessen . . . . .	7
2.2.2	Glasformning . . . . .	8
2.2.3	Kylprocess . . . . .	9
2.2.4	Transmissionstemperatur . . . . .	10
2.2.5	Granskning av glas . . . . .	10
2.2.5.1	Vanliga fel och orenheter i glas . . . . .	10
2.3	Kristallglas . . . . .	10
2.4	Härdning . . . . .	11
2.4.1	Termisk härdning . . . . .	12
2.4.2	Kemisk härdning . . . . .	12
2.4.3	Fördelar och nackdelar med termisk respektive kemisk härdning	13
<b>3</b>	<b>Metod</b>	<b>15</b>
3.1	Informationinhämtning . . . . .	15
3.1.1	Kurser . . . . .	15
3.1.2	Böcker och artiklar . . . . .	15
3.1.3	Besök . . . . .	15
3.2	Planering av stavar . . . . .	15
3.2.1	Form . . . . .	16
3.2.2	Tillverkningsmetod . . . . .	16
3.3	Provgjutning . . . . .	17

3.4	Härdning . . . . .	18
3.5	Hårdhetsmätning . . . . .	19
3.6	Mätning av härdningsdjup . . . . .	20
3.7	Visualisering av spänningsvariationer . . . . .	21
3.8	Planering av verktyg till 4-punkts böjning . . . . .	21
3.9	Kontroll av stavar . . . . .	21
3.10	Genomförande av 4-punkts böjprov . . . . .	21
3.11	Genomförande av termiskt chocktest . . . . .	22
<b>4</b>	<b>Resultat</b>	<b>25</b>
4.1	Hårdhetsmätning . . . . .	25
4.2	SEM . . . . .	27
4.3	Polariskop . . . . .	28
4.4	Härdningsprocess . . . . .	31
4.5	4-punkts böjprov . . . . .	31
4.6	Termiskt chocktest . . . . .	39
<b>5</b>	<b>Slutsats</b>	<b>45</b>
5.1	Vidare forskning . . . . .	45
	<b>Referenser</b>	<b>47</b>
<b>A</b>	<b>Specifikation till Orrefors</b>	<b>I</b>
<b>B</b>	<b>Ritning av verktyg</b>	<b>III</b>
<b>C</b>	<b>Feldokumentering på stavar</b>	<b>V</b>
<b>D</b>	<b>Hårdhetsmätningar</b>	<b>VII</b>
<b>E</b>	<b>SEM mätningar</b>	<b>IX</b>
<b>F</b>	<b>Resultat av stavar</b>	<b>XI</b>

# 1

## Inledning

Kristallglas i konstform har funnits länge som hantverk, och även om det oftast anses vackert så existerar problemet med att glaset är skört. Toleranser och krav som ställts har inte heller behövt vara lika hårda i förhållande till om materialet istället används som ett konstruktionsmaterial [10].

Genom att införa konceptet med kemisk härdning till konsthantverk i kristallglas, något som tidigare ej gjorts, finns möjligheterna att förstärka och förbättra materialegenskaperna i glaset för att utöka både användningsmöjligheterna och användningsområdena.

Följande rapport tar upp ifall kemisk härdning är möjligt och, om så är fallet, i vilken grad förbättring eller försämring sker på materialegenskaper, såsom hållfasthet och resistens mot termisk chock.

Arbetet påvisar att härdning är möjligt på blyfritt kristallglas genom två olika metoder: SEM och visualisering i polariskop. Rapporten påvisar också att genom 4-punkts böjprov kan en 70 % förbättring ses i härdade glasstavar i förhållande till liknande ohärdade stavar. En 146 % förbättring kan också ses på det härdade stavarna i förhållande till ohärdade i genomförandet av ett termiskt chocktest.

Resultatet visar på att kemisk härdning är både möjligt och förbättrar materialet i fråga. Detta ger stora chanser att blyfritt kristallglas i framtiden kan användas även i sammanhang där större krav ställs på materialet, specifikt gällande hållfasthet och termisk chock.

### 1.1 Reviderad kopia

Bilagor och vissa inblandade parter kommer inte publiceras i rapporten. Detta då en revidering av den ursprungliga rapporten skett på grund av sekretesskäl. Även direkta resultatvärden är bortplockade från resultatdelen.

### 1.2 Bakgrund

Orrefors är ett svenskt företag som sedan år 1898 har producerat bruks- och hantverksglas i glasbruket i Orrefors. Kosta Boda tillverkar också bruks- och hantverksglas i Kosta sedan år 1742. År 1990 slogs företagen ihop och skapade koncernen Orrefors Kosta Boda. Tillverkningen sker huvudsakligen genom traditionellt glashantverk, som glasblåsning och gjutning. Karaktäristiskt för företaget är deras blyfria kristallglas[10].

Kristallglas är ett skört material som är känsligt för snabba temperaturförändringar. För att bli användbart som materialval till strukturer med höga krav på hållbarhet samt temperaturtålighet, kan materialet komma att behöva förstärkas [3]. Ett vanligt sätt att förstärka planglas i fönster och skärmar idag är att använda sig utav termisk- eller kemisk härdning [11]. Blyfritt kristallglas används i störst utsträckning vid tillverkning av glasserviser och konstföremål, där kraven på hållfasthet och temperaturtålighet ej är prioriterade vilket har resulterat i att härdning av blyfritt kristallglas ej har testats tidigare[10].

### 1.3 Syfte

Syftet med arbetet är att undersöka förbättringsmöjligheterna med materialet blyfritt kristallglas för att kunna användas som konstruktionsmaterial. Arbetet kommer ske för arbetsgivaren EDAG Engineering AG under perioden 31 september 2015 till och med 29 februari 2016 och resultera i en teknisk rapport samt en muntlig presentation.

Följande rapport tar upp teorin om glas, dess materialegenskaper och hantverksmetod vid tillverkning. Rapportens inriktning är på blyfritt kristallglas som ett konstruktionsmaterial för att sedan påvisa att kemisk härdning är möjligt. Härdningen genomförs som ett sätt att förstärka hållfastheten och dess resistens mot termisk chock. Rapporten påvisar även graden av förbättring på olika materialparametrar.

### 1.4 Avgränsning

- Materialvalet är begränsat till blyfritt kristallglas som används av företaget Orrefors Kosta Boda AB.
- Projektet har valt att fokusera på att analysera materialdata som beskriver materialets egenskaper under interna och externa påfrestningar samt vad som kan göras för att förbättra dessa.
- För att kunna verifiera genomförd härdning krävdes tester, vilket ej gjordes själva utan erhöles av Glafo - Glasfoskningsinstitutet.
- En metod för att förstärka vanligt planglas är härdning vilket då valdes i projektet som ett sätt att förstärka även kristallglas. Kemisk härdning valdes för att det är en härdningsmetod som, till skillnad från termisk härdning, inte begränsas av produktens form eller tjocklek.
- Härdningsprocessen utav materialet utfördes av Glafo.
- För att generalisera resultaten och förenkla genomförandet utfördes testerna på tillsågade rektangulära glasstavar istället för en redan befintlig gjutform.
- På grund av den begränsade mängd arbete som kunde läggas på projektet valdes det att inte skapa en standard utan att endast genomföra jämförelser mellan härdat och ohärdat kristallglas.
- Då de tester och undersökningar som har gjort är tidsomfattande och kostsamma har arbetet inte fokuserat på att undersöka vad som behövs mätas, och hur detta kan mätas, för att kvalitetssäkra härdning vid serietillverkning.
- Projektet har inte tagit hänsyn till ekonomiska faktorer utan endast materialdata och fysiska faktorer.

## 1.5 Frågeställning

Nedanstående frågeställningar kommer bearbetas:

- Går blyfritt kristallglas att härda på kemisk väg?
- Har härdat blyfritt kristallglas bättre hållfasthet än likadant ohärdat kristallglas?
- Har härdat blyfritt kristallglas mer resistens mot termisk chock än likadant ohärdat kristallglas?
- Hur beter sig härdat blyfritt kristallglas till skillnad från ohärdat när det kommer till redan befintliga defekter i ytan?

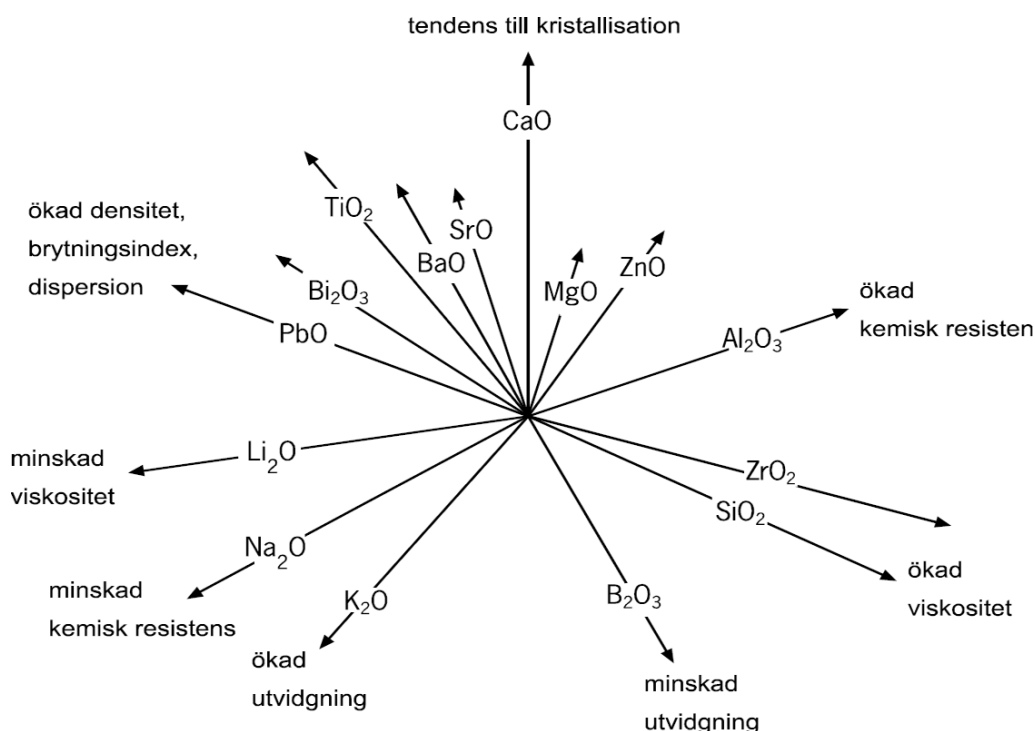




# 2

## Teoretisk referensram

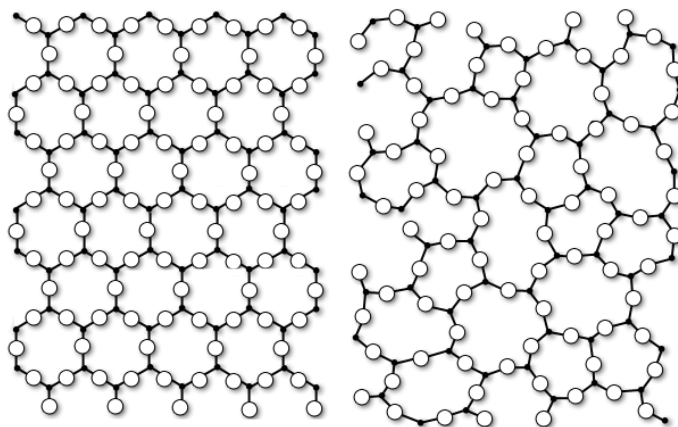
Standardglas består av silika, kiseldioxid  $\text{SiO}_2$ , och är uppbyggt av kisel tetraeder, med en kiselatom i mitten och en syreatom i varje hörn[3]. Silika har en hög smältpunkt på  $1713\text{ }^\circ\text{C}$ . Temperaturer av den magnituden är komplicerat att hantera, där av blandas glaset upp med alkalimetaller för att sänka smältpunkten, kallat flussmedel[4]. Flussmedel gör dessutom att materialet blir mer lättbearbetat. Vanliga ämnen för flussmedel är oxider av alkalimetaller, exempelvis bly och bor. Andra ämnen kan tillsättas för att tillföra glaset specifika egenskaper vilket kan ses i Figur 2.1). Tillförsel av exempelvis kalcium- och bariumoxid bildar en stabilare struktur, blyoxid ökar glasets brytningsindex och kaliumdioxid ökar längdutvidgningen hos glaset.



**Figur 2.1:** Bild av ämnen som kan tillföras glas och resulterande egenskaper[5]

Glas tillhör gruppen keramer och har en amorf molekyilupbyggnad. Amorf molekyilupbyggnad innebär att molekylerna inte har en kristallstruktur, utan ligger i ett oregelbundet mönster där nätverket hålls samman med svaga van der waals-

bindningar(Figur 2.2). Anledningen till att glas inte bildar kristaller är att under tillverkningsprocessen kyls materialet hastigt för att förhindra att molekylerna bildar kristallstruktur. Under rätt förutsättningar är det möjligt att också tillverka kristallint kristallglas, men glaset blir då ej genomskinligt. [7].



**Figur 2.2:** Till vänster en kristallin molekyilupbyggnad, och till höger en amorf molekyilupbyggnad

Glas är en underkyld vätska med mycket hög viskositet och saknar plasticitet, som medför att materialet är sprött med en låg brottseghet. Glasets styrka blir där med beroende av mängden ytfel, exempelvis mikrosprickor, orenheter eller andra defekter, som existerar. Defekter orsakar spänningkoncentrationer i glaset och då glas ej kan utjämna spänningkoncentrationerna via plasticering, till skillnad från exempelvis metaller, resulterar det i att den största defekten kommer begränsa hållfastheten. Komponentens slutegenskaper beror genom detta inte bara på den inneboende materialegenskapen utan även i hög grad på tillverkningsprocessens förmåga att ta bort eller avstå från att tillföra ytdefekter. Detta resulterar vidare i differenser mellan verkliga mätningar och teoretiska beräkningar av glasets styrka, då glas till skillnad från teorin har mycket defekter [9].

## 2.1 Mätning av glas

Mätning av glasegenskaper kan göras genom 4-punktsböjprov, Termisk chock prov, nanoindentering, SEM och polariskop.

### 2.1.1 4-punkts böjprov

4-punkts böjprov används för att mäta kraftresistans för sköra material. Metoden testar ett större intervall av staven i förhållande till 3- punkts böjprov som har intervallet där tryckpunkten har kontakt med ytan på provstav. Hållfastheten hos sköra material är beroende av största defekten i ytan, vilket medför att testning av ett större intervall av provstav ger ett säkrare resultat.

Provet utförs genom fyra tryckpunkter placeras på en stav, två på ovansidan av staven och två på undersidan. Genom att applicera en jämt fördelad tryckkraft i tryckpunkter på ovansidan utsätts staven för tryck och dragspänningar tills staven går av. Värderna som kan erhållas är bland annat krafttolerans hos stav, utböjning och hållfasthet utifrån beräkningar[12].

### 2.1.2 Termisk chock prov

Termisk chock används för att mäta temperaturrestans hos material. Prov utförs genom upprepade gånger utsätta provmaterial för ökande temperaturdifferenser tills krackelering sker. Detta kan ske genom uppvärmning i ugn och hastig nerkyllning i vatten- eller isbad[3].

### 2.1.3 Nanoindentering

Används för att mäta materialets hårdhet och E-modul. Detta sker genom mätning av indenterings djup vid last samt avlastning, med en liten spets upprepade gånger. Under maximal last ( $P_{max}$ ) fås ett maximalt indenterings djup. Vid avlastning, beroende på materialets elasticitet, sker en tillbakagång av indenteringen och ett nytt flackare djup erhålls. Utifrån djupdifferensen kan materialets elasticitet fås. En större djupdifferens påvisar en högre elasticitet hos materialet. Materialets hårdhet( $H$ ) ges av:  $H = P_{max} \div A$  då kontakt ytan( $A$ ) är känd[15].

### 2.1.4 SEM

Svepelektronmikroskop mäter materialets sammansättning. En fokuserad stråle med elektroner skjuts på materialet som resulterar i att elektroner frigörs från atomer i materialet. Under processen sänd även specifika våglängder ut. Genom avläsning av våglängderna kan materialets sammansättning avläsas[11].

### 2.1.5 Polariskop

Polariskop mäter spänningar som kan uppstått i glaset vid produktion. Polariserat ljus. Materialet placeras ett mikroskop mellan två polariserade glasskivor vridna 90 grader mot varandra för att filterar bort oönskade våglängder. Spänningsvariationer så som dragspänningar och tryckspänningar kan då urskiljas genom färgskiftningar över ytan[11].

## 2.2 Tillverkningprocess

För att skapa glasstrukturen upphettas materialet till sin smältpunkt där molekylbindningarna, det vill säga kristalluppbyggnaden, bryts ner till fria monomerer av  $SiO_4^{4-}$  joner. Därefter kyls ämnet hastigt för att bromsa molekylernas försök att återgå till en kristallstruktur vilket resulterar i en amorf uppbyggnad[3].

I teorin kan alla material bilda glas, genom att bilda en amorf molekyluppbyggnad. Glasmetaller är ett exempel på material som redan finns på marknaden. Metalliskt glas dubblar styrkan och ökar formgivningalternativen hos ämnet i förhållande till metallens kristallina uppbyggnad. Nackdelen är att materialet försvagas av deformation samt kräver otroligt snabbt kylförlopp[8].

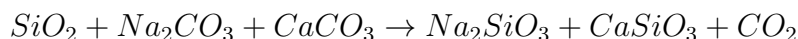
### 2.2.1 Smältprocessen

Vid smältprocessen används en ugn som når över 1400 °C, mängd som är en blandning av sand och de eftertraktade beståndsdelar som behövs för att uppnå rätt egenskaper hos glaset samt en degel(Figur 2.3).



**Figur 2.3:** Till vänster en ny degel och till höger en degel i användning i en ugn

I degeln placeras en ring för att skrapa undan bubblor och ge en renare yta att plocka upp glasmassa ifrån[10]. Vid insmältning smälts mängden i en degel, där förhållanden så som temperaturvariation, energitillförsel och mängttillsats försöks hålla konstant under längre perioder. Under smältningen värms ämnena upp och reagerar med varandra, smälter och bildar glas. Vid smältning av till exempel sodaglas sker reaktion:



Där resultatanten blir sodaglas, bestående av silikater av natrium och kalcium samt koldioxid. Silikaterna fortsätter att reagera med sanden tills den är helt upplöst. Sandkornens storlek spelar roll för snabb eller långsam upplösning. Vid större korn krävs längre tid för att lösas upp[10].

Luttring genomförs för att avlägsna bubblor i smältan som uppstått av kemiska reaktioner och eventuell luft som inneslutits i mängden och minimera fel i produkt. Luttring sker i två steg. Under första steget tillsätts luttringsmedel så som antimoxid eller natriumsulfat för att frigöra gaser och bilda stora bubblor som fortare flyter till ytan. Dessa absorberas och drar med sig mindre bubblor på vägen. Under steg två, som sker under konditionering försöks små luftbubblor lösas upp i mängden.

Homogenisering är viktig del i glastillverkningen för att ge en konstant sammansättning och minska defekter som kan uppstå i glaset. Homogenisering sker med strömning genom smältan där varmare glas stiger mot ytan och kallare glas sjunker i smältan på grund av konvektion[10].

Vid blanksmältningsfasen sker smältning tills osmält mängd och eventuell mängd på ytan försvunnit vid degelsmältning. Konditionering är slutfasen av smältprocessen, där temperaturen sänkts gradvis ner till arbetstemperatur. Vid för snabb nedkyllning kan glasfel uppstå då mindre bubblor ej löses upp i massan under temperatursänkningen.[10].

### 2.2.2 Glasformning

Glasformning sker genom att fånga upp glas på pipan (ett ihålligt långt rör som används för formning av glas) och centreras genom välsning på välsbläck(Figur 2.4),

bestående av en blankpolerad stålplatta. Vidare formning sker genom placering i gjutform eller traditionell uppblåsning på frihand[4].



**Figur 2.4:** Välsning av glas på välsbläck[1]

### 2.2.3 Kylprocess

Format glas har temperaturskillnader mellan ut och insida på grund av materialets dåliga värmeledningsförmåga. Vid för hastig nedkylning skapas dragspänning i ytan när materialet drar ihop sig och kan medföra sprickbildning. På grund av risken för fel, sker nedkylning i faser med kontrollerad temperatursänkning i kylugnar ner till rumstemperatur(Figur 2.5)[4].



**Figur 2.5:** Kylugn från Orrefors

### 2.2.4 Transmissionstemperatur

Transmissionstemperatur, även kallat  $T_g$ , är ett mått för vid vilket temperaturintervall underkyld vätska övergår till solid form[7].  $T_g$  ligger på en viskositet på  $\log \eta = 13$  hos glas[4]. Relaxation (avspänning av molekylnätverket) sker när temperaturen närmar sig och överstiger  $T_g$  på grund av ökad viskositet hos materialet[?]. För att skapa en produkt utan inbyggda spänningar är det viktigt att uppnå relaxation av glaset[9].

### 2.2.5 Granskning av glas

Vid granskning av handtillverkat glas används vanligtvis metoder som syning genom manuell granskning och visionsystem. Vanliga orenheter och fel som uppstår i glaset kan uppmärksammas under granskning, för att sedan sorteras bort ur produktionen[4].

#### 2.2.5.1 Vanliga fel och orenheter i glas

##### Galla:

Natriumsulfat lägger sig på ytan i form av en gulvit beläggning. Detta sker på grund av för hög halt av sulfat och för lite reduktionsmedel i mängden vid smältning.

##### Mängsten:

Oupplöst sand i mäng. Ges av felaktig temperatur, grova korn eller klumpar av sand som inte löses upp. Ser ut som stenar i färdig produkt.

##### Avglasning:

Vita stenar eller flagor i produkt bestående av tridymit. Sker när komponenter i mängden bildar oönskade kristaller. Avglasning är vanligt vid ytan efter kraftig avdunstning eller vid felaktig temperatur, exempelvis vid nedkyllning under längre tid.

##### Avluttringsblåsor:

Är restblåsor från luttringen innehållande gas efter smältprocessen.

##### Sten och Knotor:

Uppstår av föroreningar i råvaror. Vid förslitning kan även delar från blandare i vanna eller andra delar från eldfasta material lossna och blanda sig i mängden.

##### Sliror:

Uppstår när det bildas ett skikt i mängden bland annat av dåligt blandade råvaror samt vid temperaturskillnader mellan två lager i smältan.

##### Spänningar:

Sker bland annat vid hastig nedkyllning vilket i sin tur ger inbyggda spänningar i glaset. Ytterligare orsak kan vara kontakt med kallare föremål så som metallverktyg vid hantering av varmt glas. Spänningarna bidrar till att sprickor uppstår då glaset drar ihop sig på grund av temperaturskiftningar[4].

## 2.3 Kristallglas

Kristallglas har till skillnad från namnet en amorf molekyluppbyggnad. Skillnaden mellan vanligt glas och kristall glas är brytningsindex som bland annat ges av bly, se

Tabell 2.1. Kaliumoxid, zinkoxid, bariumoxid med samma egenskap kan tillsättas för att minska andelen bly.

Sodaglas från glasflaskor		Kristallglas innehållande bly (25%)	
Ämnen	(wt%)	Ämnen	(wt%)
$SiO_2$	74	$SiO_2$	60.2
$Na_2O$	13	(Soda sand) $Na_2O$	22.3
$K_2O$	0.3	$K_2O$	10
$MgO$	0.2	(Natrium nitrat) $Na_2O$	20.7
$CaO$	11	$Sb_2O_3$	20.3
$Al_2O_3$	1.5	$CaO$	21
$Fe_2O_3$	0.04	$PbO$	25.9
$SO_2$	0.2	$Al_2O_3$	1.5
		$Fe_2O_3$	0.04
		$SO_2$	0.2

**Tabell 2.1:** Kemisk sammansättning av Soda glas[3] och Kristall glas[14] i viktprocent

Blyfritt kristallglas innehåller inget bly utan bariumoxid och zinkoxid (Tabell 2.2), samt andra kombinationer av ämnen för att ge samma brytningsindex och "lyster" som definierar kristallglas. Avsaknaden av bly i produkten har valts av miljöskäl på grund av att en viss giftig utfällning sker från kristallglas innehållandes bly[10].

**Blyfritt kristallglas**

Ämnen	(wt%)
$SiO_2$	70
$Na_2O$	10
$K_2O$	7
$CaO$	5
$BaO$	5
$ZnO$	2
$B_2O_3$	0.5
$Li_2O$	0.5
$Sb_2O_3$	1

**Tabell 2.2:** Kemisk sammansättning av blyfritt kristallglas i viktprocent[10]

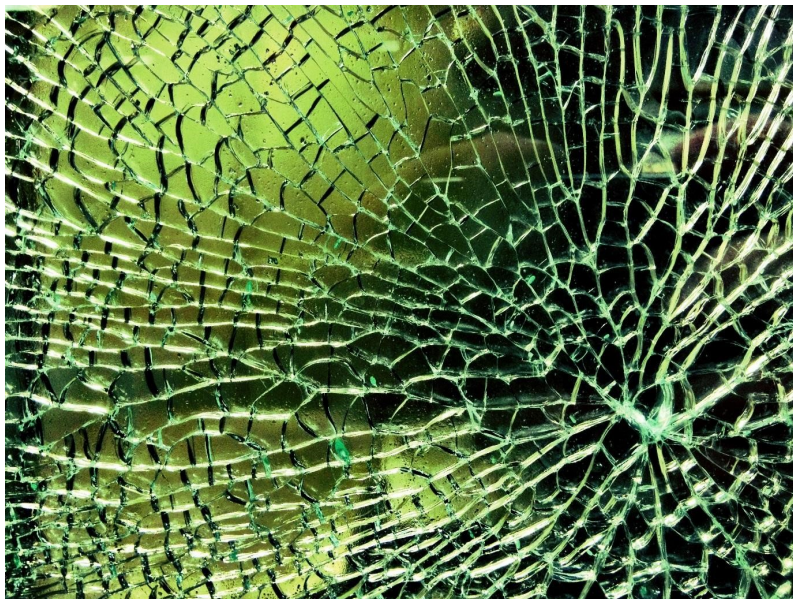
## 2.4 Härdning

Härdning av material ger ökad styrka och motståndskraft mot spänningar ifrån bland annat temperatur skillnader och yttre pålagda krafter. Beroende på glasets sammansättning påverkas glaset olika av härdning. Forskning pågår fortfarande på detta området[11].



### 2.4.1 Termisk härdning

Vid termisk härdning hettas glaset upp till ca 600 °C och kyls sedan snabbt med tryckluft på båda sidor. Då ytan kyls hastigare övergår den till fast form medan kärnan fortfarande drar ihop sig och därmed bildas tryckspänningar i glasytan. Detta ökar hållfastheten av glaset då de redan existerande spänningarna medför att mikrosprickor i ytan trycks ihop[11]. När termiskt härdat glas utsetts för spänningar över brottgränsen spricker glaset och bildar granulat som ger små trubbiga nästan kubiska fragment istället för skärvor(Figur 2.6), se Figur 2.6.



**Figur 2.6:** Termiskt härdat glas efter sprickbildning[13]

Spontangranulering kan ske i termiskt härdat glas. Detta kan bero på att mikrosprickor växer till på grund av en stöt eller temperaturförändring som tillslut resulterar i att glaset går sönder[4], men kan även orsakas av *NiS* partiklar[?].

### 2.4.2 Kemisk härdning

Vid kemisk härdning används jonbyte för att skapa tryckspänningar i ytan. Det uppnås genom termiskt aktiverad diffusion, som är ett fysikaliskt fenomen som kan ses genom rörelser av joner, atomer eller molekyler i olika medium i ett system, för att skapa ett stabilare tillstånd. Diffusion drivs av skillnader i kemisk potential, så som koncentrationsskillnader. Några joner som kan användas för härdning av glas och jonbyte är  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Rb^+$ ,  $Cs^+$ . Vilka joner som används beror på sammansättningen i glaset[9].

Glaset beläggs med ett saltlager alternativt placeras i ett smält saltbad vid cirka 100 °C under  $T_g$ . Tiden i saltbadet beror på sammansättningen i glaset, hur djup härdning som önskas samt hur många joner saltet innehåller. Vid färre joner krävs längre tid i saltbadet för att jonerna skall vandra in i materialet. Detta gör även att saltet kan återanvändas tills jonerna förbrukas.

När glaset ligger i saltsmältan sker diffusion där saltets joner byts mot andra joner i



ytan på glaset. Beroende på vilka joner som tillförs ger jonbytet olika effekt, till exempel som att öka eller minska ledningsförmågan av elektricitet i glaset, samt öka eller minska hårdhet och E-modul hos materialet[9].

Saltet Kaliumnitrat,  $KNO_3$  förekommer ofta vid kemisk härdning. Kaliumjoner från saltet byter plats med mobila natriumjoner i glasets yta. Kaliumjonen kräver större plats än natriumjonen. Storleksskillnaden på jonerna vid bytet gör att kaliumjonen trycker ihop omkringliggande molekylstruktur och skapar en tryckspänningar i ytan. Spänningarna pressar ihop mikrosprickor på ytan och motverkar dess spricktillväxt vid påverkan från yttre laster. Denna metod kallas "*ion stuffing*"[9].

Avspänning av molekylnätverket, sker när glaset når eller passerar  $T_g$ . Men relaxation kan även ske när materialet ligger en längre period i ugn med temperatur under  $T_g$  vid kemisk härdning. Det existerar flera teorier till varför relaxation sker under  $T_g$  vid kemisk härdning men finns ännu inte ett konkret svar till varför processen sker.

En teori är CIRON (Cation Induced Relaxation Of the Network). Relaxation sker efter tillgång på tillförda joner börjar ta slut och materialet fortsätter istället med att strukturera upp sig och ge plats åt de nya jonerna[9].

### 2.4.3 Fördelar och nackdelar med termisk respektive kemisk härdning

	Termiskt härdning	Kemisk härdning
Kortast härdningstid	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Kräver ej hantering av salt	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Går att använda på tjocka objekt	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Går att använda på komplicerade ytor	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Går att efterbearbeta	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

**Tabell 2.3:** Jämförelse mellan termiskt respektive kemisk härdning av glas

Jämförelse mellan termisk och kemisk härdat glas kan ses i Tabell 2.3. Termiskt härdning sker oftast fortare, minuter istället för timmar som med kemisk härdning. Processen kräver mindre resurser men lämpar sig endast på tunna jämna ytor såsom fönster eller skärmar för att en jämn härdning ska ske över hela objektet. Vid kemiskt härdat glas tillkommer salt men lämpar sig bättre på komplicerade ytor och tjocka material, då härdning kan ske så länge saltbadet har möjlighet att komma i kontakt med glasytan.



# 3

## Metod

För att genomföra projektet gjordes en informationsinhämtning följt av planering och tillverkning av stavar i blyfritt kristallglas. Cirka hälften av stavarna genomgick kemisk härdning. För att bevisa att det blyfria kristallglaset påverkats av härdningsprocessen gjordes ett hårdhetstest, SEM-test och visualisering av spänningsvariationer i ett polariskop. 4-punkt böjprov och termisk chocktest utfördes på både härdade och ohärdade stavar så ett medelvärde kunde beräknas och ge en differens mellan härdade och ohärdade stavar.

### 3.1 Informationinhämtning

För att få en djupare förståelse om ämnet glas och dess härdning inhämtades information från olika källor under projektets gång.

#### 3.1.1 Kurser

En kurs hölls på Orrefors Kosta Boda i grundläggande kunskap om glas och glastillverkning som ett konsthantverk. Kursen gick igenom smält- och kylprocess för glas samt komplikationer som kan uppstå[10]. Glafo höll en kurs i djupare glaskunskap. Information som togs upp var glasets komponenter, termisk härdning, kemisk härdning och dess påverkan på glasets molekylstruktur[11].

#### 3.1.2 Böcker och artiklar

Hänvisades till kurslitteratur, för kurs som hålls på Chalmers om keramer, för grundläggande kunskap om keramer och glas[3]. Sökning på Chalmers databas Summon 2.0 resulterade i ett antal böcker och artiklar om ämnet som kunde användas som informationskällor för projektet, många av dessa från Society of Glass Technology. Glafo hänvisade till sin egen bok om glas, vilket gav en bra översikt över möjligheterna med glas[4]. Doktorandavhandling från Stefan Karlsson, forskare på Glafo, gav en fördjupning om kemisk härdning[9].

#### 3.1.3 Besök

Besök på Orrefors genomfördes för att få en överblick över hur tillverkningsprocessen sker från grundmaterial till färdig glasprodukt. Vidare gav det en inblick i hur handtillverkning av glas sker och hur en glashytta är upplagd. Ett besök på Glafo genomfördes för att dokumentera härdningsprocessen.

### 3.2 Planering av stavar

Till de tester som skulle utföras tillverkades ett antal stavar i kristallglas.

#### 3.2.1 Form

För projektets tester behövdes provstavar av Orrefors blyfria kristallglas. För att minimera felvisningen orsakade av defekter valdes att tester skulle utföras på två typer av stavar, en hel stav och en stav med ett 3 mm djupt jack i centrum av staven. Jacket gjordes för att skapa en brottanvisning för att kunna borste från eventuella befintliga mikrosprickor då det existerar en redan större självtillverkad spricka där brottet ska påbörjas. Jacket gav även möjlighet att se hur härdningen påverkar en redan oregelbunden yta till skillnad från en plan yta.

#### 3.2.2 Tillverkningsmetod

Efter diskussion med Orrefors bestämdes det att använda sig av en gjutform och skopa glasmassa in i form för att ge minst variation i resultat. Inventering av Orrefors lager gjordes för att hitta en befintlig användbar form, då tillverkning av ny form skulle bli för kostnads- och tidsineffektivt. En rektangulär form med måttet 350x500x6000 mm hittades (Figur 3.1), men då måtten var för stora valdes efterbearbetning genom sågning med diamantblad vilket gav tolv stavar på 15x15x160 mm.



**Figur 3.1:** Form som användes vid gjutning av glas

Fina toleranser och en fin ytjämnhet krävdes för att minimera felvisningar under

testerna. Vilket skapade problem då Orrefors arbetar med hantverk och var ej vana att arbeta med önskade toleranser på mindre än 1mm. Mått och toleranser diskuterades för att få fram vad som skulle vara möjligt med deras tillverkningsmetoder. Då stavarna skulle tillverkas för hand kunde ej noggranna toleranser sättas, utan tjockleken på stavarna fick variera 1 mm på bredden efter sågning samt upp till 5 mm längre på längden.

Sågningen skapade en grov yta som inte uppfyllde kravet på ytjämnhet. Därför bestämdes det att varje stav skulle slipas i en slip med kornstorlek 80 och 120 för att ta bort eventuella mikrosprickor och andra defekter som uppstått på ytan från sågningen.

För testerna behövdes det tio stavar av vardera för att få ett bra referensvärde. Antal stavar som tillverkades kan ses i Tabell 3.1.

	Vanliga		Härdade	
	Utan brottind.	Med brottind.	Utan brottind.	Med brottind.
4-punkts böjprov	10	10	10	10
Termiskt chocktest	10	0	10	0
Extra	10	2	10	2

**Tabell 3.1:** Antal stavar som konstruerades för varje testmoment

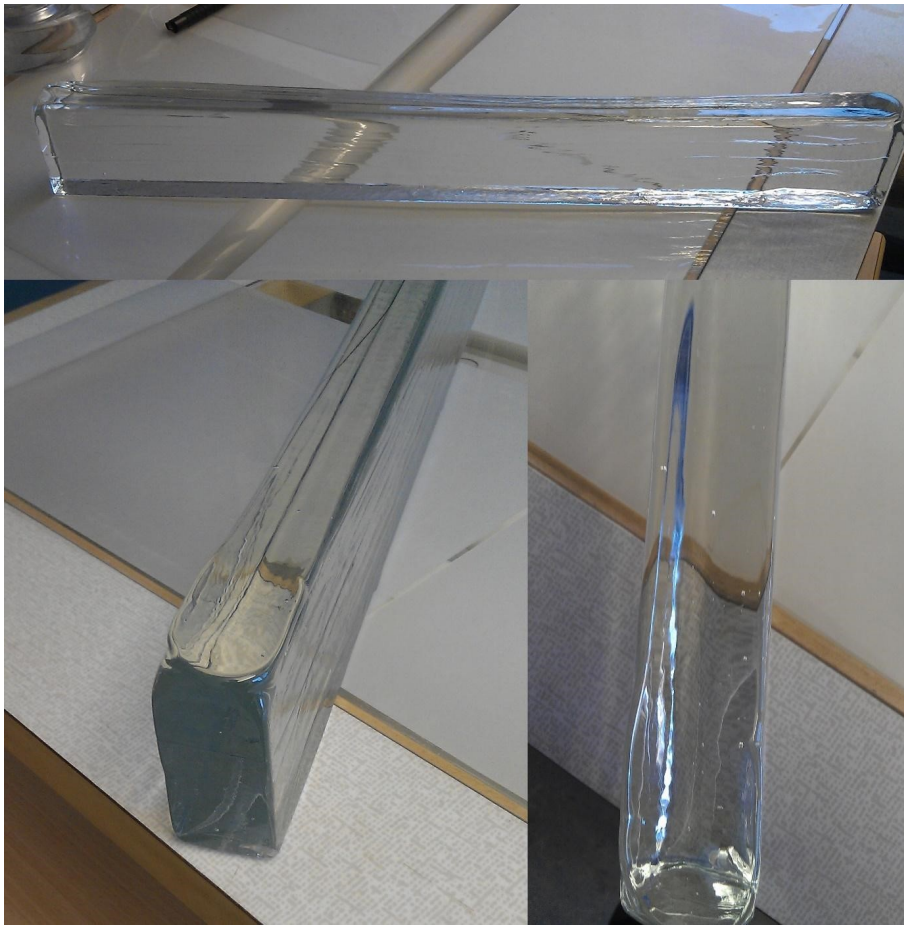
Totalt 84 stycken stavar tillverkades för att ha ett antal i reserv. Allting sammanställdes i en specifikation (Bilaga A) som Orrefors använde vid tillverkningen av provstavarna.

### 3.3 Provgjutning

Provgjutningar gjordes i vald form för att se eventuella problem som kan uppstå. Två omgångar tillverkades och fick svalna innan de dokumenterades.

Provgjutningen visade att glasmassan krymper till 30x30x600mm vid kylning, insjunkning bildas på toppen (Figur 3.2). Gjutningen innehöll stora bubblor som, utöver de bubblor som normalt kan framgå, orsakades av att storleken på formen krävde att två omgångar av glasmassa hälldes på varandra för att fylla formen. Slirningar skapades utmed glasmassan då den första massan hann att svalna lite innan nästgående massa hälldes i.

Minskningen av resulterad gjutning samt den mängden av defekter resulterade att endast sex stavar per form kunde tillverkas, istället för tänkta resultatet på tolv stavar per form. Vilket resulterade i att fler gjutningar fick genomföras för att uppnå bestämt antal.



**Figur 3.2:** Provgjutning av glasstavar med insjunkning, bubblor och slirningar

## 3.4 Härdning

På Glafo genomgick glasstavarna en härdningsprocess. Kaliumnitrat hälldes i botten av en värmestålig behållare. Ett galler lades ovanpå där stavarna placerades och resterande salt fylldes på så att stavarna täcktes. Detta för att vara säkra på att så mycket av stavarna kommer i kontakt med saltet som möjligt.

Formen placerades i en kall ugn och värmdes tills saltet nådde 390 °C (Figur 3.3). Detta skedde under loppet av en timme. Efter önskad temperatur hade nåtts fick de stå i ytterligare åtta timmar för att låta saltet verka.



**Figur 3.3:** Fylld saltform i ugnen

Efter 8 timmar plockades stavarna ut ur saltbadet innan saltet hann stelna och lades i en värmeisolerande behållare för långsam avkylning. Detta gjordes på grund av en snabb nedkylning kan medföra spänningar och sprickor i glaset. Vid nerkyllning användes en fyrkantig behållare isolerad med frigolit.

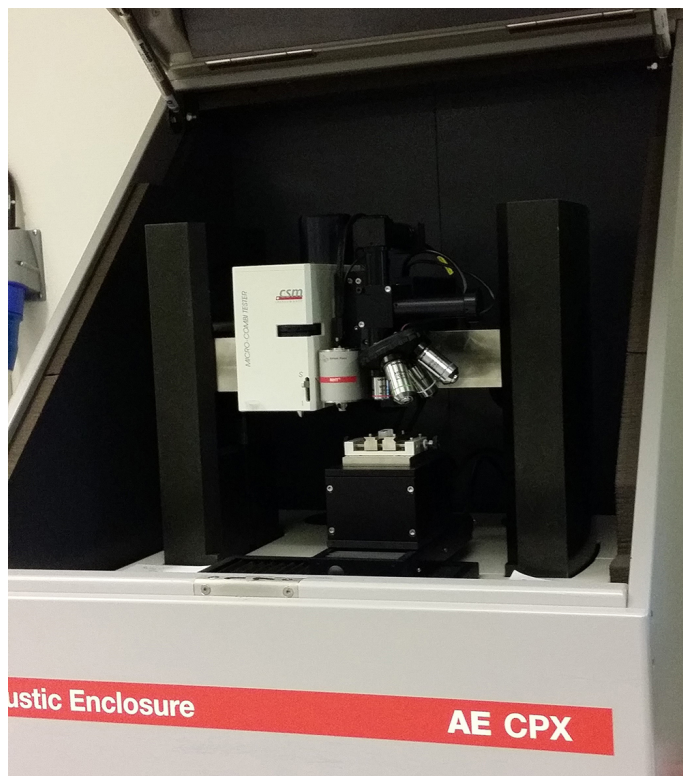
Totalt 42 stycken stavar härdades i två omgångar där en stav gick sönder under härdningsprocessen.

### 3.5 Hårdhetsmätning

Testet genomfördes med en Berkovich triangulär diamant spets i ett MST-O-MB 200C nanoindenteringsinstrument (Figur 3.4). På grund av att de glasskivor som testades saknade känd tjocklek valdes det att göra varierande indenteringar på 15, 10 och 1 mN utplacerat i en matris på 3x5 för 15 mN, 4x5 för 10 mN och 5x5 för 1 mN, med 0.05 mm avstånd. Lasten ökades med konstant hastighet till maxlast under 30 sekunder, och bibehölls där under 15 sekunder innan den avlastades under ytterligare 30 sekunder. Vid mätningen av 1 mN bibehölls lasten i 30 sekunder istället.

Hårdheten, indenteringshårdheten HIT och elasticitetsmodulen E beräknades med Oliver & Pharrs metod[15].





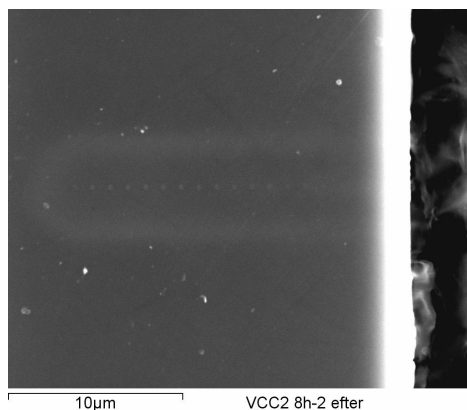
**Figur 3.4:** MST-O-MB 200C nanoindenteringsinstrument

### 3.6 Mätning av härdningsdjup

Ett SEM, svepelektronmikroskop, utav modellen Jeol JXA 840A (Figur 3.5), användes för att mäta härdningsdjupet. Med hjälp utav elektroner som skjuts på ett tvärsnitt av materialets yta (Figur 3.6) kunde mikroanalyser av sammansättning i punkter göras, och resulterade i att sammansättningens variation kunde beräknas i materialets djup.



**Figur 3.5:** Jeol JXA 840A svepelektronmikroskop



**Figur 3.6:** Mikroskopisk bild av tvärsnittet på glasytan. De ljusa prickarna i linje från ytan är punkterna där SEM mätningar utförts.



Sex stycken mätningar gjordes på referensmaterialet bestående av en ohärdad kristallglasskiva och tre på olika glasprover vardera som härdats 2.5, 5, 7, 8 och 9.5 timmar. Resultatet gav ett medelvärde av  $K_2O$  (wt%) per  $\mu\text{m}$  in i ytan och sammanställdes i ett Excel-dokument (Bilaga E).

### 3.7 Visualisering av spänningsvariationer

Det härdade glasets kant placerades i ett mikroskop mellan två korspolariserade glasskivor, även kallat polariskop, där spänningsvariationer kunde urskiljas genom färgskiftningar över ytan. Även ett ohärdat prov togs med som referens.

### 3.8 Planering av verktyg till 4-punkts böjning

Till 4-punkts böjning användes en dynamisk dragprovare, model Schenck.

Med hjälp av måtten på stavarna och kraven från dragprovsmaskinen gjordes en ritning på verktyget som skulle behövas för att utföra 4-punkts böjning med satta toleranser och krav (Bilaga B). Relationen mellan stöden och tryckpunkterna sattes till identiska avstånd mellan varandra för jämt tryck. Tryckpunkterna gjordes runda för att minimera friktionen mellan provstaven och verktyget och medge stavens böjning[12]. Materialvalet på verktyget valdes till rostfritt stål då aluminium, vanligt använt material, låg för nära kristallglaset i E-modulen. Detta medförde en risk att aluminiumet utsattes för böjning innan det härdade kristallglaset och på så sätt skapar felvisning vid 4-punkts böjprov.

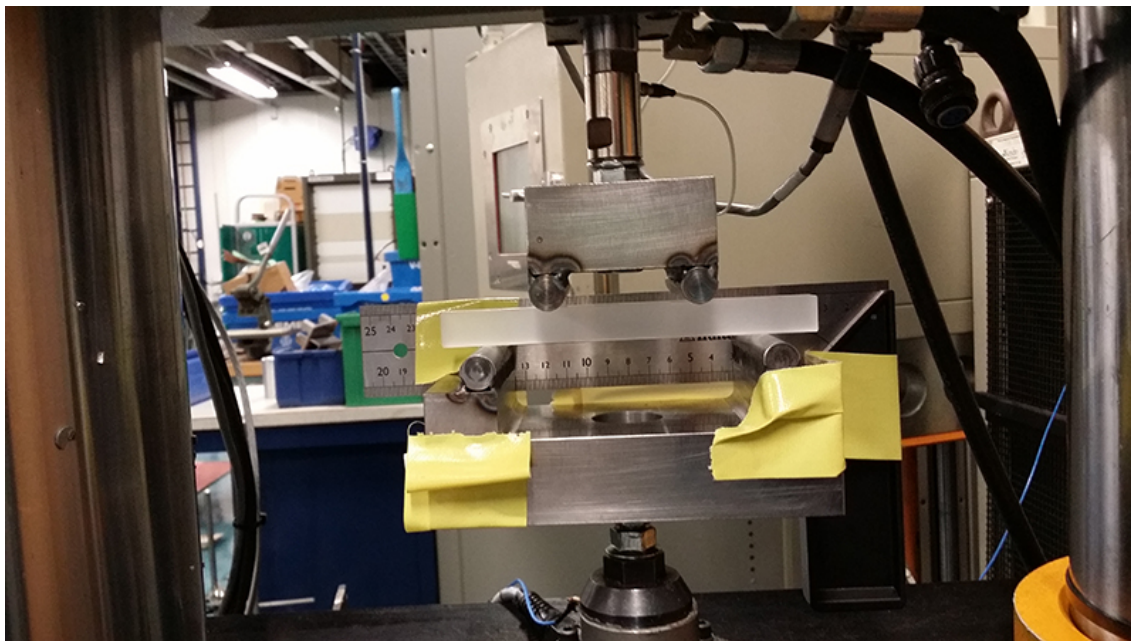
### 3.9 Kontroll av stavar

Glasstavarna genomgick en inventering där de belystes i ett mörkt rum och dokumentering i bild och text genomfördes över alla möjliga defekter. Detta sammanställdes sedan i ett Excel-dokument (Bilaga C).

### 3.10 Genomförande av 4-punkts böjprov

En testbrytning genomfördes innan det verkliga testet för att kontrollera att allting fungerade enligt planering och att säkerhetsfaktorer uppnåddes. Verktyget monterades och en överblivande teststav monterades för att sedan brytas (Figur 3.7).

13 stycken hela stavar och 12 stycken stavar med brottanvisning genomgick ett skarpt 4-punkts böjprov vilket används vid testning av spröda material såsom glas. 3-punkts böjprov, vilket är vanligt vid testning av andra material, går ej att använda då sprickbildningen sker under den centrala tryckpunkten vilket försvårar bedömningen, då de mikrosprickor som existerar i glaset påfrestas under tryckpunkten. Detta kan orsaka felvisningar där man inte kan bedöma ifall det är mikrosprickorna som påfrestas eller materialets elasticitet som övergås när brottet sker. Appliceras trycket i fyra punkter istället sker brottet mellan två punkter och mikrosprickorna kan bortses från. Stavarna bröts i en dynamisk dragprovsmaskin, modell Schenck, med en hastighet på 2 mm/min enligt en standard för 4-punkts böjning[11]. Något fler än tio stavar bröts för möjligheten att borträkna eventuella felaktiga brott.



**Figur 3.7:** Testanordningen för 4-punkts böjprov

Testerna dokumenterades under genomförandet med hjälp av en kamera på 60 bilder per sekund och en höghastighetskamera med 400 bilder per sekund. En dator mätte utböjning, kraft och styvhet med en upplösning på runt 100 mätningar per sekund som sedan dokumenterades i ett Excel-dokument (Bilaga F).

### 3.11 Genomförande av termiskt chocktest

Ett cykliskt termiskt chocktest genomfördes på tretton ohärdade och tretton härdade stavar, tre extra för att möjliggöra borttagning av stavar med fel som upptäcktes under genomförandet. Stavarna placerades i en ugn och hettades upp till 40 °C för att därefter doppas i ett vattenbad med temperaturvariation 0.6 - 1.1 °C (Figur 3.8). Detta repeterades med tio graders ökning tills första staven påvisade sprickbildning eller annan förändring i materialets struktur när den sänktes i vattnet. Staven plockades då bort och resterande stavar placerades tillbaka in i ugnen. Provet upprepades därefter med 5 graders temperaturökning mellan kylning, tills alla stavarna påvisat sprickbildning. Varje gång en stav påvisade sprickbildning dokumenterades temperaturen på ugnen och vattenbadet tillsammans med stavens beteckning.



**Figur 3.8:** Till vänster det klimatskåp som användes och till höger det isbad stavarna doppades i



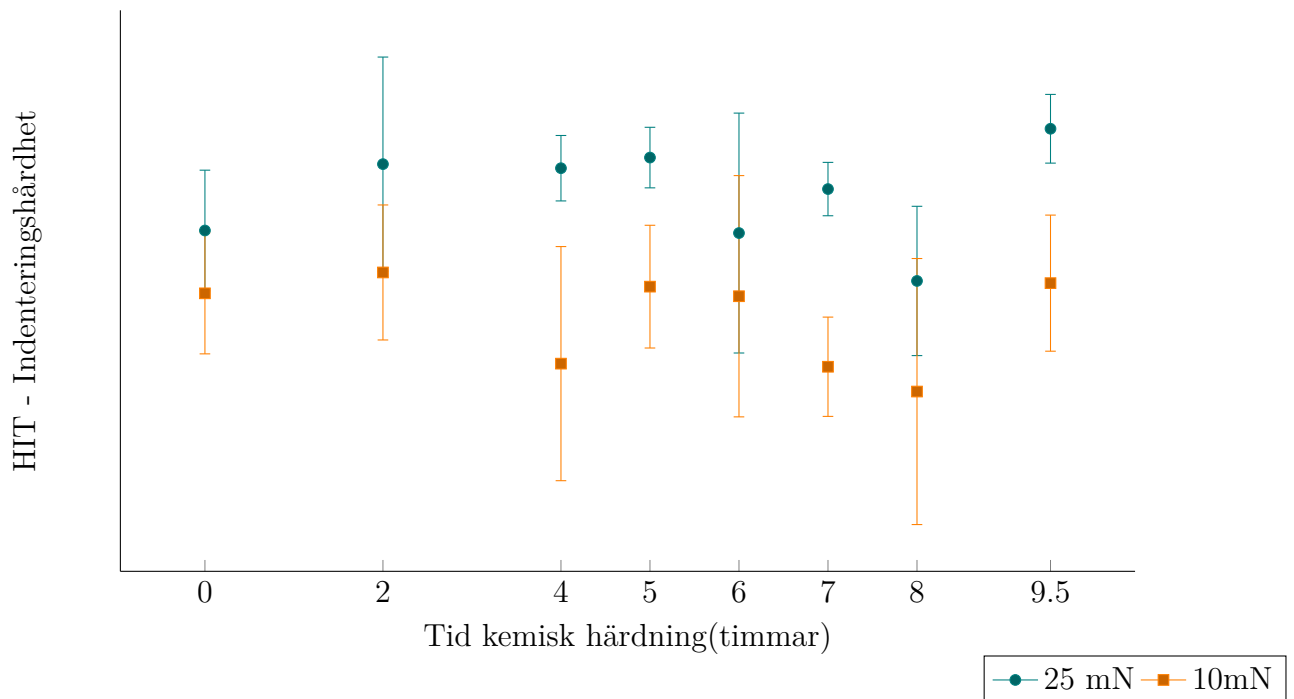
# 4

## Resultat

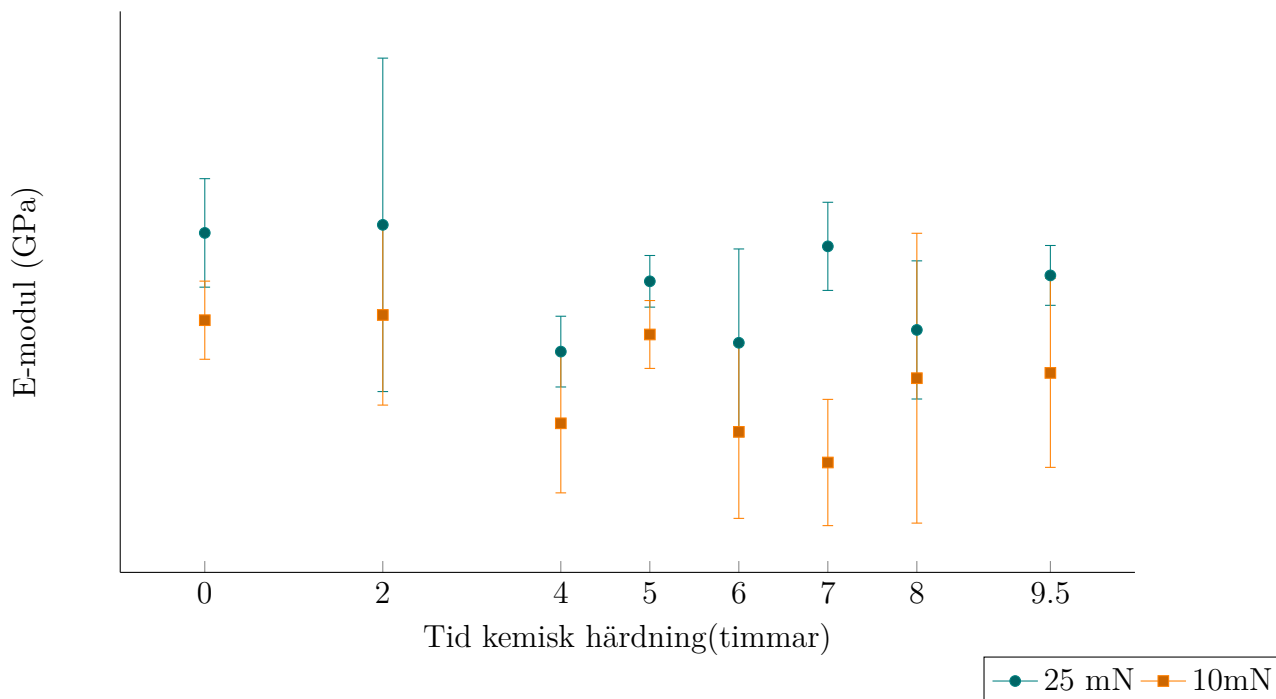
Avsnittet innehåller resultat från hårdhetsmätning, SEM, 4-punkts böjprov, termiskt chocktest samt polariskop som används för att verifiera och dokumentera härdning hos stavarna. Utöver detta diskuteras eventuella fel som kan ha uppstått och andra aspekter som anses vara viktiga att ta hänsyn till.

### 4.1 Hårdhetsmätning

Resultat från hårdhetsmätningar kan ses i Figur 4.1 och Figur 4.2, mellan olika tvärsnitt av härdade stavar vid varierande tider. Resultatet visade inte på att förändring av hårdheten hos materialet har skett på grund av härdning i glas



**Figur 4.1:** Diagram över indenteringshårdhet(HIT) vid varierande härdningstider. Ohärdad glastest vid noll timmar användes som referens



**Figur 4.2:** Diagram över E-modul vid olika härdningstider. Ohärdad glastest vid noll timmar användes som referens

På hårdhetsmätningarna (Bilaga D) kan noteras att hårdheten i materialet inte stiger märkvärt. Vid härdning av metaller är det vanligt att hårdheten hos materialet ökar. Detta beror på att nätverket i materialet ändras vid härdning. Hos glas är resultaten på hårdhetsmätningarna, till skillnad mot metall, varierande och oftast beroende av sammansättningen i glaset. Orsaken till uppmärksam skillnad finns inget konkret svar på ännu på grund av att forskning fortfarande utförs inom området.

En genomsnittlig ökning av hårdhet på nästan 2% kan observeras i Figur D vid prover med kraften 25 mN, medan vid kraften 10 mN sker istället en minskning på nästan 1.5%.

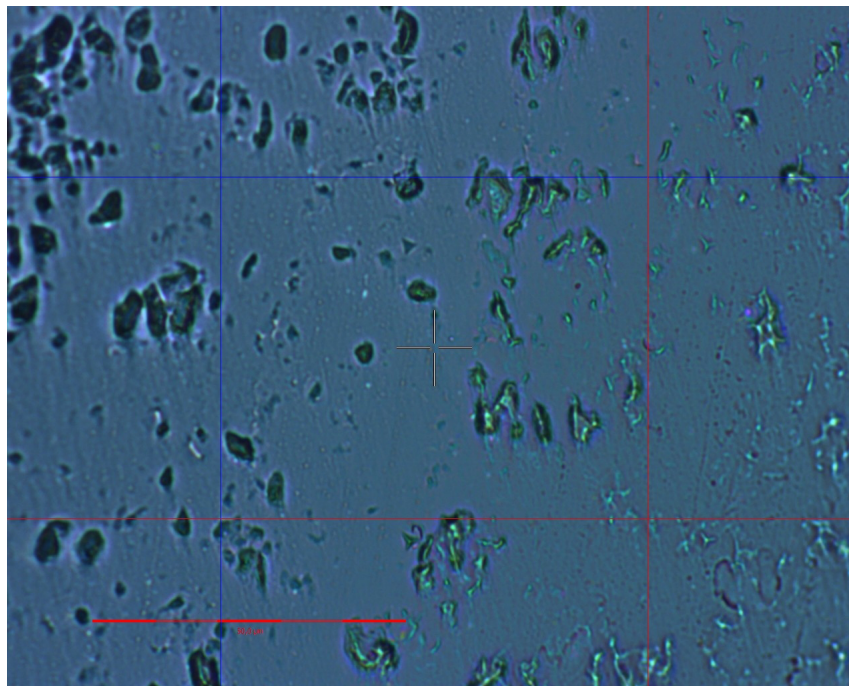
Två värden som sticker ut är vid 9.5 timmar och 5 timmars härdning som båda ligger utanför felmarginalen för referensvärdet. Men vid kraften 10 mN ligger värdena för 9.5 timmar och 5 timmar inom felmarginalen för referensvärdet.

Resultat av hårdhetsmätningar (Bilaga D) visar på att ingen större förändring av E-modulen sker då skillnaden ligger på under 1%. E-moduls resultaten är inte oväntade då E-modulen är beroende av hårdheten i materialet och på så vis följer hårdhetsresultatet. Dock sker en genomsnittlig minskning i E-modulen på 0.6% vid både 25 mN och 10 mN i förhållande till referensvärdet. Här ligger minskningen inom och mycket nära felmarginalen, som medför att minskningen kan bortses ifrån.

En tendens till minskad E-modul kan ses vid prover på samma härdning vid lägre kraft i Bilaga D samt Figur 4.2. Orsaken är troligtvis att större felmarginal finns när tester utförs med högre krafter, vilket resulterar i ett mer osäkert värde. Motsatsen gäller även vid lägre kraft då felmarginalen blir mindre och precisionen

ökar.

En ytterligare orsak till oväntade förändringar i resultatet kan vara föroreningar i ämnet vilket kan ses i Figur 4.3. Om indenteringsspetsen träffar en förorening så som mængsten kan ett felaktigt resultat fås. Variationer eller föroreningar i glasmasan är vanligt i glas, vilket beskrivs i Sektion 2.2.5.1, som eventuellt kan medföra att fel vid tester av hårdhetsmätning blir vanligare än vid andra mer homogena material.



**Figur 4.3:** Yta hos kristallglas

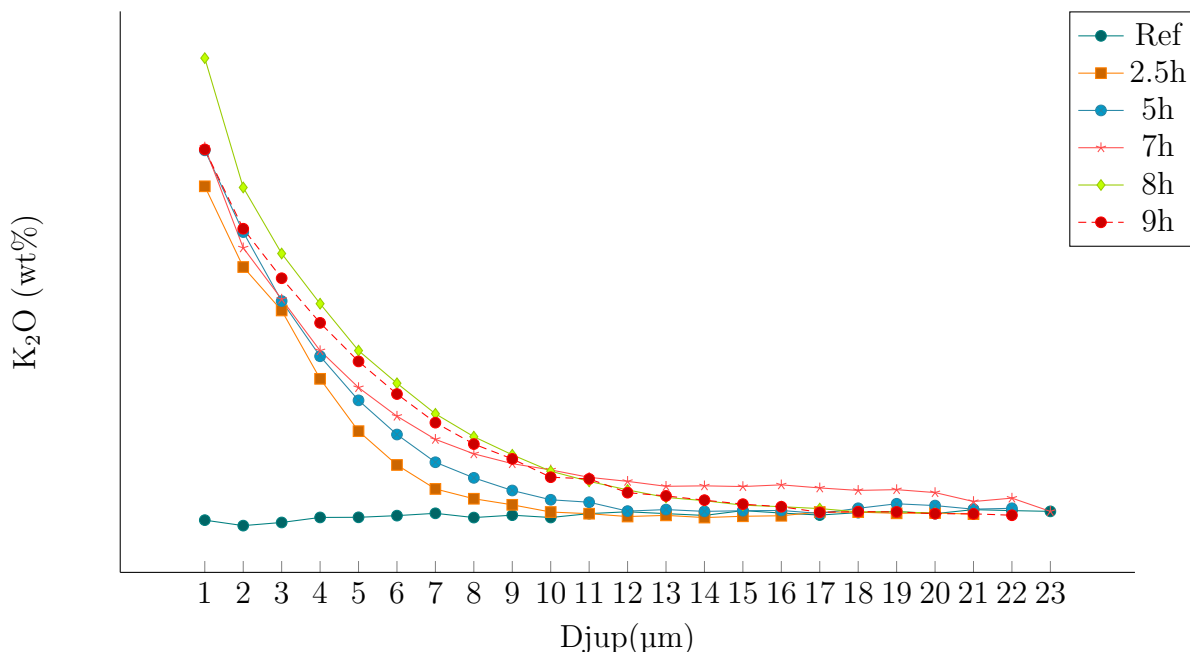
Värdet för 9.5 timmar (Figur 4.1) vid kraften 25 mN är det värde som avviker mest i förhållande till referensvärdet med 4%. Dock när mätningar studeras vid 10 mN och 1 mN ligger värdet mycket nära referensvärdet. Detta kan visa på att indenteringen vid 25 mN vid ett eller flera tillfällen träffade en hårdare förorening i glaset så som sten eller oupplösta mængkorn.

Annat som kan ha påverkat provresultat är maskinella problem, vibrationer, kalibreringsfel eller liknande som stör träffsäkerhet eller kraftmätning. Utförande av tester gjordes på kvällen för att minimera vibrationer från omgivningen vilket minskar troligheten för fel på grund av vibrationer.

## 4.2 SEM

Figur 4.4 påvisar tydligt utbyte av kaliumjoner för de härdade stavarna i förhållande till referensvärdet. Resultatet visar att härdning är möjligt hos kristallglas.





**Figur 4.4:** Diagram över kaliumhalt vid olika djup i glasprovet med varierande härdningsdjup

För de prov som härdats under sju timmar existerar en ökad kaliumhalt i materialet upp till 23  $\mu\text{m}$ , som är det djupaste värdet vid alla tester (Bilaga E). Medan provet vid åtta timmar istället har högst halt fram till 9  $\mu\text{m}$  in i ytan innan värdena börjar avta och hamnar något under värdena för sju timmar och nio och en halv timmar. Dock återgår kaliumhalten till normalt i glasmassan vid 20  $\mu\text{m}$ , som är ett lägre värde än vid sju timmar.

Värdena för två och en halv timmar och fem timmar återgår redan vid 12  $\mu\text{m}$  till sitt ursprungliga antal kaliumbindningar som tyder på att härdningsdjupet hos två timmars härdning och fem timmars härdning ligger på cirka 12  $\mu\text{m}$ . Medan nio och en halv timmar återgår vid 17  $\mu\text{m}$ .

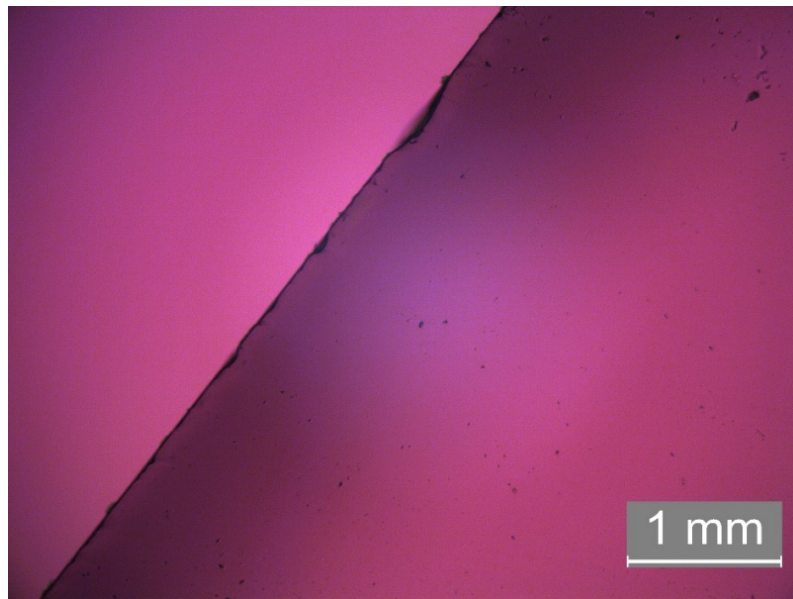
Härdningsdjup samt härdningsmängden är ett värde som har kopplingar med härdningseffektiviteten. Djupast härdning sker vid sju timmar, medan störst utbyte av kaliumjoner sker vid härdning av glas under åtta timmar.

### 4.3 Polariskop

De tryckspänningar som härdningen orsakat kan ses som ett gult skikt i glaset. Dragspänningar kan utskiljas som mörklila skikt i glaset.

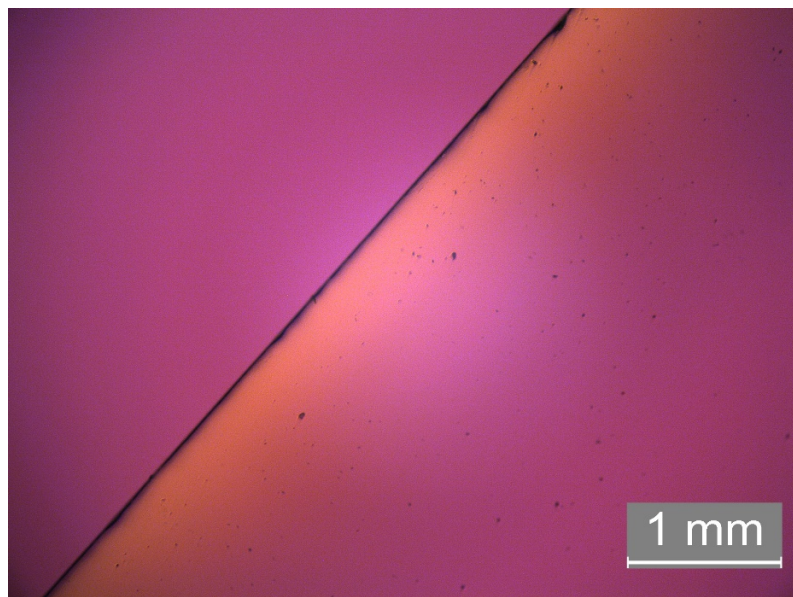
Referensmätning av ohärdat glas visas i Figur 4.5 och påvisar att inga tydliga spänningar var förekommande i glasytan innan härdning utförts. Det finns en antydning till mörkare lila skikt som troligtvis orsakas av spänningar inbyggda i ytan från sågning eller slipning.





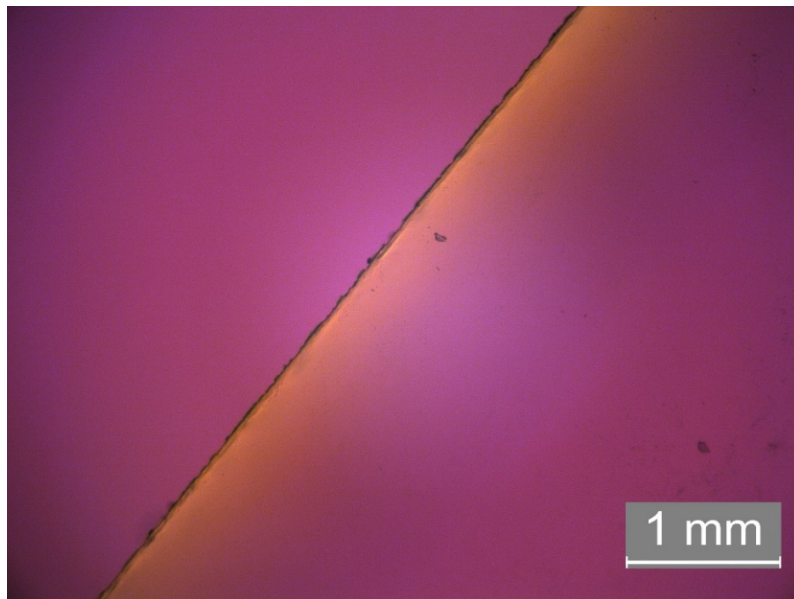
**Figur 4.5:** Tvärsnitt från referensstav under polariserat ljus

I Figur 4.6 efter fem timmars härdning kan det urskiljas tryckspänningar i ytan hos glaset ner till ungefär 0.5 mm innan det tonar ut då spänningar i glaset avtar. Dragspänningar som uppstår innanför kan ännu inte ses på grund av att större dragspänningar i ytan inte uppstått.



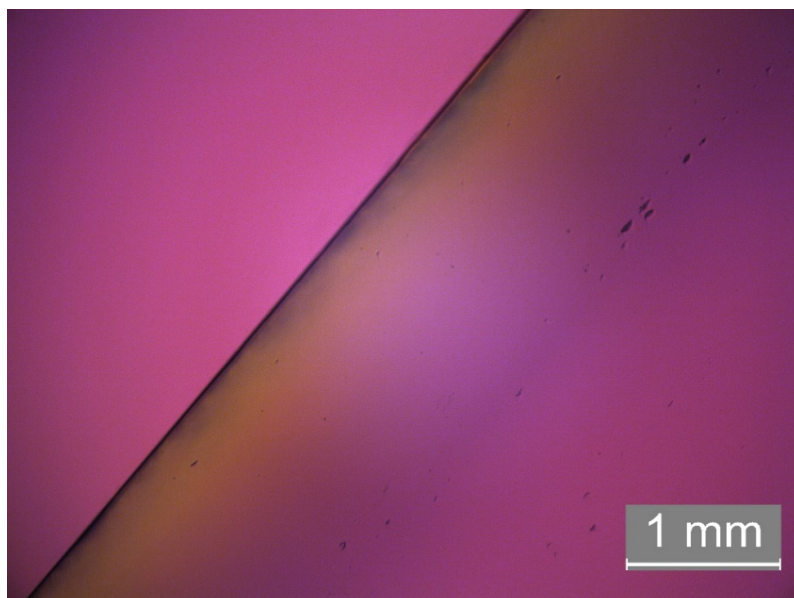
**Figur 4.6:** Tvärsnitt från stav under polariserat ljus som genomgått fem timmars härdning

Efter sju timmar (Figur 4.7) är tryckspänningarna i ytan mer distinkta samt att ett mörkare fält kan urskiljas under det gula som tyder på mer dragspänningar i glaset i förhållande till prov vid 5 timmar.



**Figur 4.7:** Tvärsnitt från stav under polariserat ljus som genomgått sju timmars härdning

I Figur 4.8 kan det urskiljas att efter nio och en halv timmars härdning börjar det gula fältet avta och det lila blir mer framträdande. Risken finns att härdningseffekten börjar avta på grund av relaxation i glaset, orsakad av för lång härdningstid nära glasets  $T_g$  punkt [7].



**Figur 4.8:** Tvärsnitt från stav under polariserat ljus som genomgått nio och en halv timmars härdning

Svarta skiftningar vid kanten på glaset beror på att snittytan inte ligger vinkelrät mot kameran och bryter ljuset som passerar igenom glaset i de punkterna.

Färgkodningen går inte att jämföra med senare tagna bilder. Detta då ljus ställs in på plats för att få så skarp och tydlig bild som möjligt av spänningarna i glaset.

## 4.4 Härdningsprocess

Vald tid för härdningsprocessen blev åtta timmar som stavarna tillbringade i kaliumlösningen. Tiden bestämdes utifrån gjorda tester i SEM och polariskop där kunde konstateras att åtta timmar ansågs vara optimalt.

Härdningen tvingades utföras i två omgångar på grund av ugnstorlek och ugnform. Detta kan ha gett en påverkan som uppmärksammats vid 4-punkts böjprov och termisk chocktest. Variationen kan ha berott på flera aspekter. Ett av dem är att saltet inte kommer upp i rätt temperatur vilket ger att mindre joner differentieras och kan ge en sämre förväntad härdning.

En annan anledning kan vara att färre kaliumjoner existerade i saltbadet under andra härdningsomgången. Vilket kan ge försämrad härdning då längre tid krävs för att överföra fler joner, samt att en avstanning i diffusionen kan ske när det börjar uppnå jämvikt i systemet.

Relaxation är en möjlig faktor som även kan ha påverkat processen och skapat en variation som nämns i teorin.

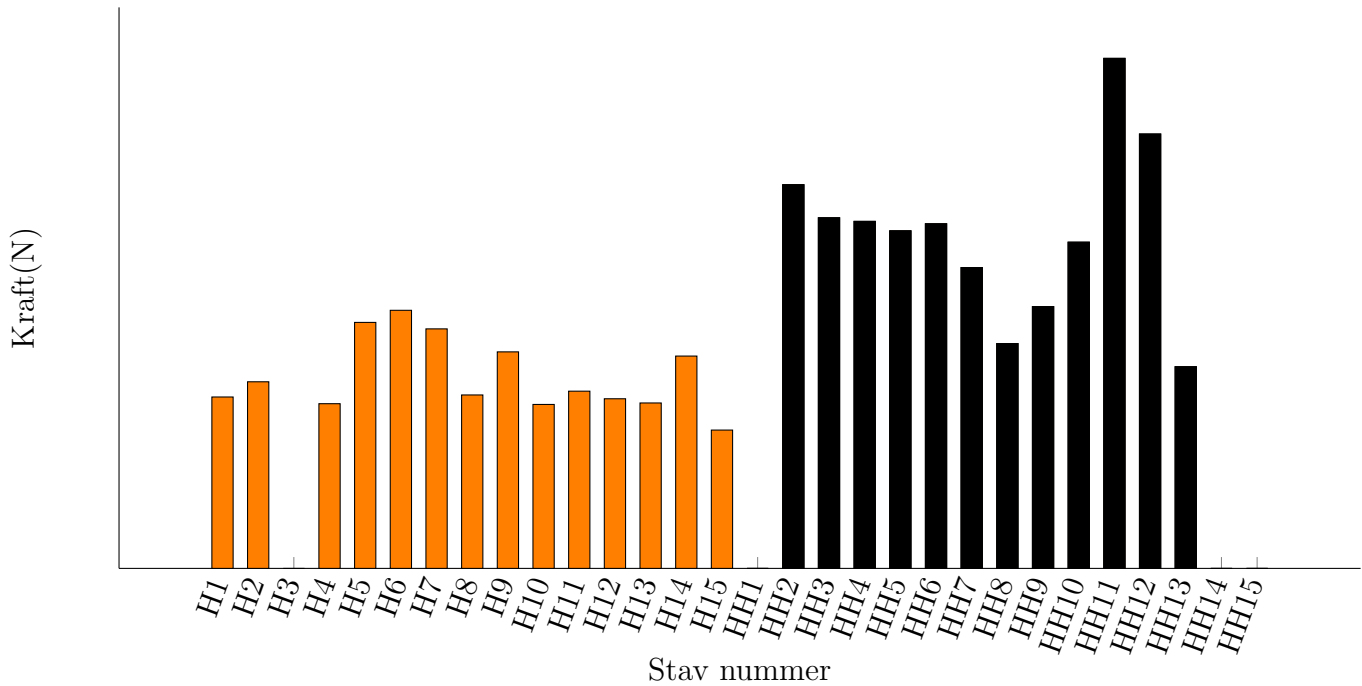
Placering av stavar i saltbadet där ytor inte kunnat komma i kontakt med saltsmältan effektivt kan ha skapat en skillnad mellan stavarna. Till exempel att stavarna legat mot formens kant under härdning eller mot en annan stav. Detta kan även vara en anledning till att resultaten på stavar i samma härdning har haft stora variationer i resultatet av testomgångarna hos tidigare tester.

Annat som kan påverkat variationen är hantering innan och efter härdningen. Eventuella variationer i nedkylningsprocessen av stavar efter härdning, stötar och misshantering vid upppackning eller nerpackning kan vara faktorer som bidrar till varierade resultat.

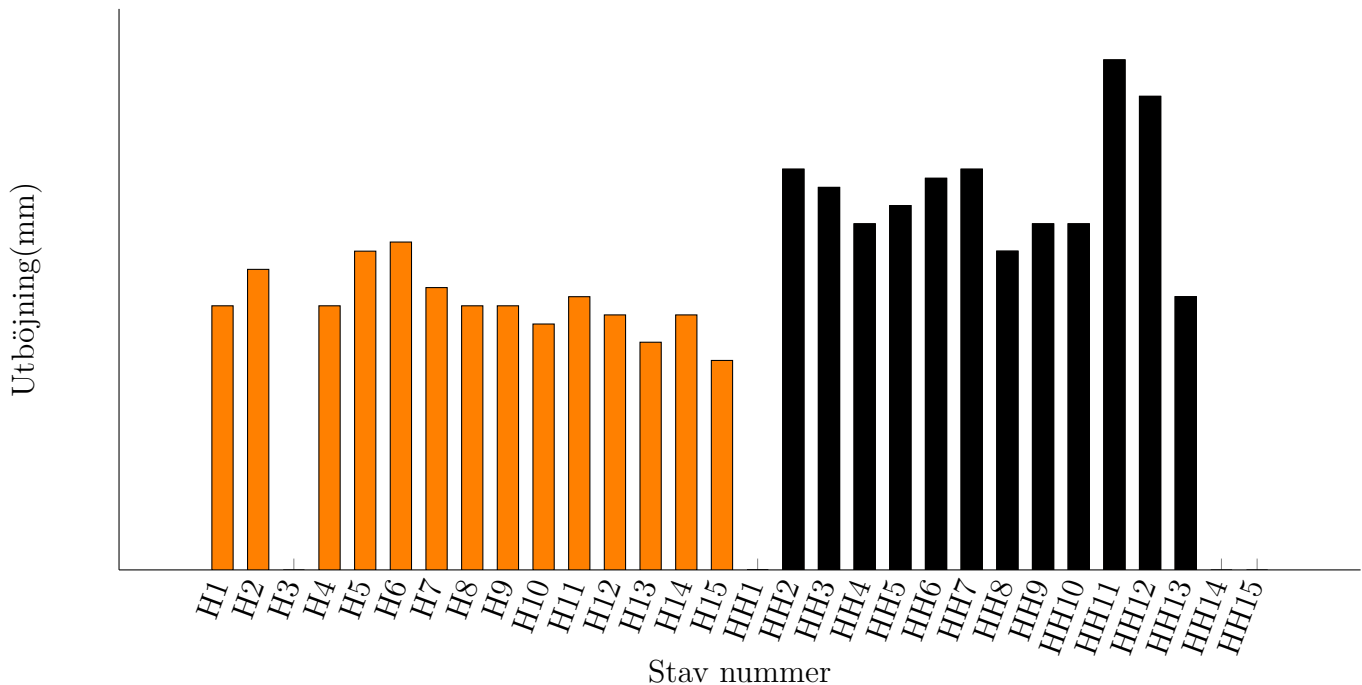
Dock för att konstatera att olika härdningsomgångar haft en påverkan behövs fler prover göras. Det är möjligt att se en tendens till en variation, men kan även bero på defekter i materialet.

## 4.5 4-punkts böjprov

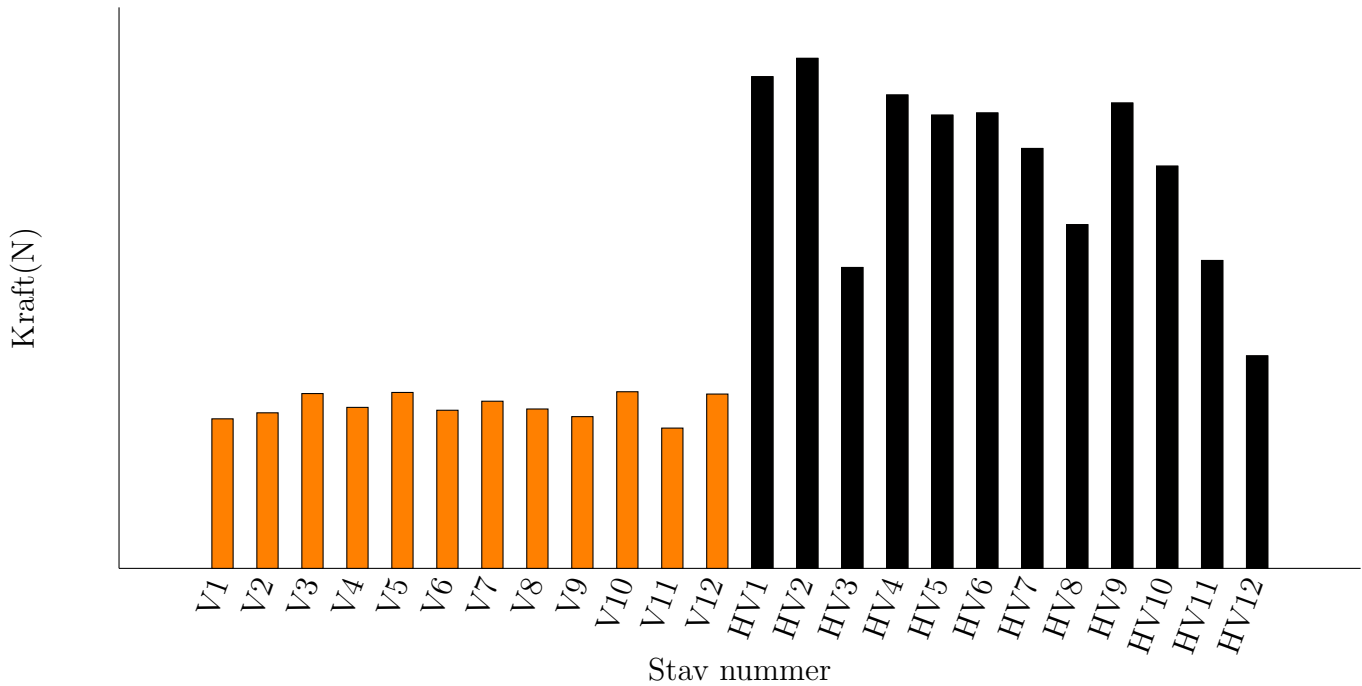
Resultat från 4-punkts böjprov visade på en förbättrad hållfasthet på 70% ökning hos härdade stavar utan brottanvisning och ökning med 145% hos härdade stavar med brottanvisning, i förhållande till ohärdade stavar. Stavarna för tester av 4-punkts böjprov delades in i fyra grupper för att förenkla dokumentering och hantering. Dessa benämnda med H(ohärdad stav), HH(härdad stav), V(ohärdad stav med brottanvisning) och HV(härdad stav med brottanvisning). Resultatet från testerna kan ses i Figur 4.9, 4.10, 4.11 samt Figur 4.12.



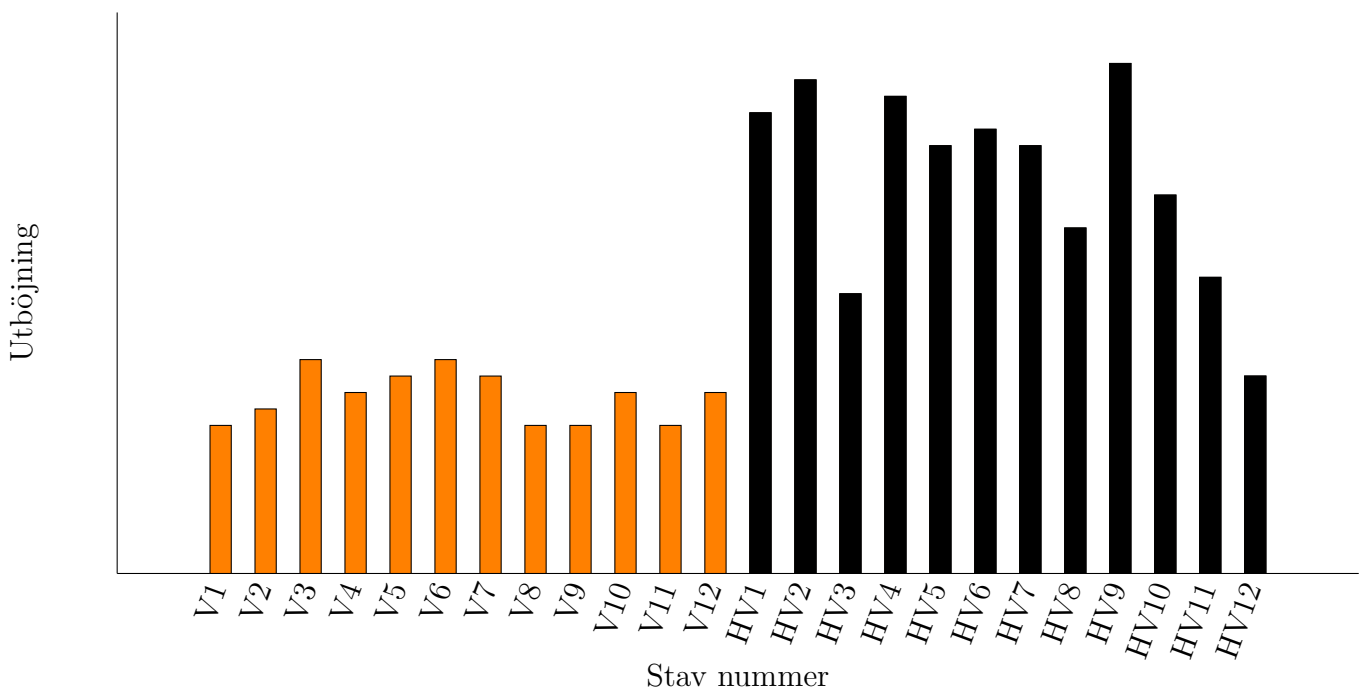
**Figur 4.9:** Diagram över kraft för 4-punkts böjning. Ohärdade stavar benämns som H stavar, härdade stavar som HH. Värdet för stav HH1 finns ej med då provstaven sprack under härdningsprocessen. Stavarna HH14, HH15 utfördes inte tester på utan användes vid termisk chocktest.



**Figur 4.10:** Diagram över utböjning för 4-punkts böjning. Ohärdade stavar benämns som H stavar, Härdade stavar som HH. Värdet för stav HH1 finns ej med då provstaven sprack under härdningsprocessen. Stavarna HH14, HH15 utfördes inte tester på utan användes vid termisk chocktest



**Figur 4.11:** Diagram över kraft för 4-punkts böjning. Ohärdade stavar med brottanvisning benämns med V och härdade stavar med brottanvisning benämns HV

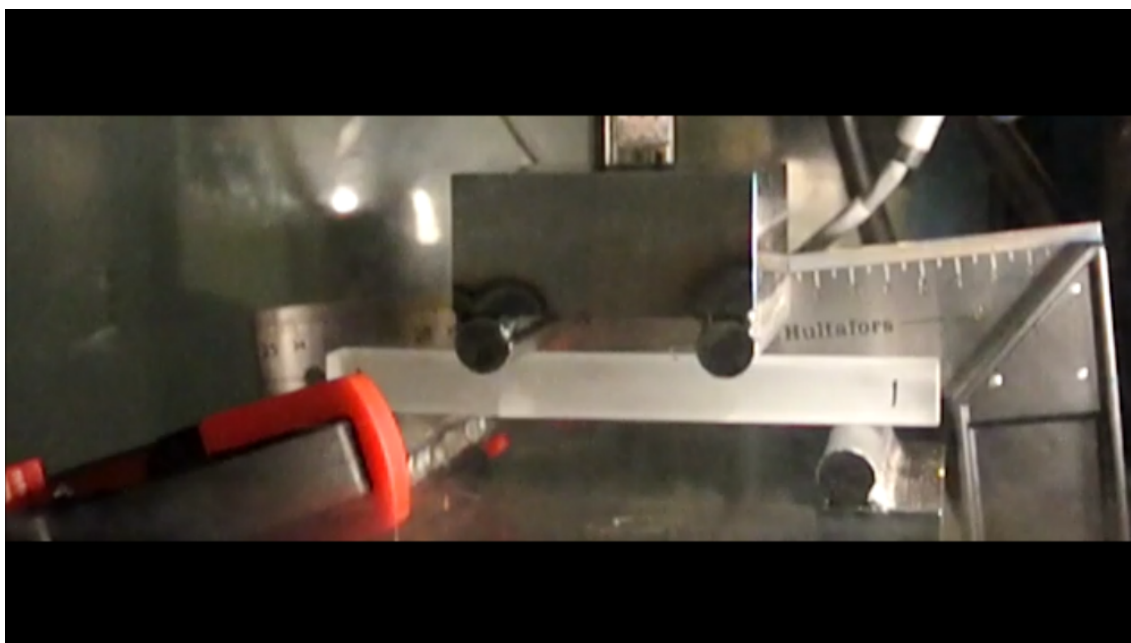


**Figur 4.12:** Diagram över utböjning för 4-punktsdiagram, V(ohärdade) stavar och HV(härdade) stavar

En felkälla som kan ha påverkat resultatet är kvoten mellan längden som utsätts för tryck och diametern. Kvoten uppnådde inte det optimala förhållandet tio som önskades. Istället uppnåddes ett förhållande på 120 mm/ 15 mm som resulterade i

åtta som ger en felmarginal på under 5% [12]. Därav bortses felet från resultaten. Ett annat eventuellt fel som upptäcktes under provning och granskning av filmklipp från höghastighetskamera, var att övre delen av verktyget kan ha skapat snedbelastning på provstavarna.

En trend i sprickbildningen var att sprickning påbörjades vid den vänstra tryckpunkten innan sprickbildning på annan del av staven uppkom (Figur 4.13). Detta på grund av att vänster tryckpunkt troligen fick kontakt med provstav innan höger tryckpunkt. Vilket medför en osäkerhet om provet kan godkännas då det eventuellt kan gett effekten av 3-punkts böjprov istället för eftertraktade 4-punkts böjprov till en början.



**Figur 4.13:** Stillbild från höghastighetskamera vid brott

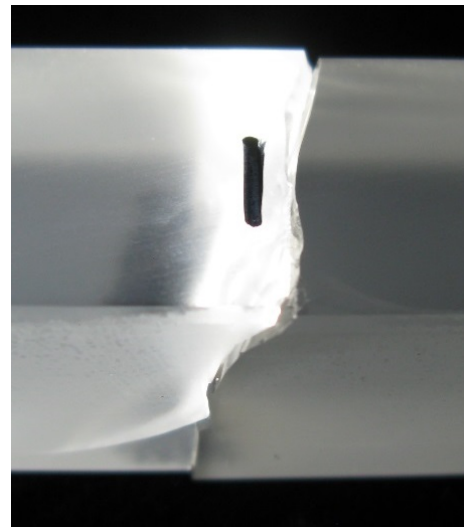
Då alla prover utfördes under samma förutsättningar antas att testerna fortfarande kan jämföras med varandra och ge ett resultat, men kan eventuellt inte användas som jämförelse vid senare tester av andra stavar, annat verktyg eller andra förhållanden.

Risk att stavarna har blivit felplacerade eller att tryckpunkterna har flyttat sig inåt vid provning existerar. Felplacering av stavar kunde observeras hos några prover vid granskning (Figur 4.14), men tryckpunkterna har inte hamnat snett över ytan, utan är placerade horisontellt med glasstavarnas ändar. Detta påverkar då inte provningsresultat utan ger endast att brott inte sker i centrum av stavarna, då stavarna är försjutna åt ett håll. Dock är det svårt att fastställa tryckpunkternas placering på flera stavar på grund av sprickor, splitter eller liknande, som dolde möjliga markeringar (Figur 4.15). Speciellt hos stavar som utsatts för härdning och bröts i flera delar. För att förhindra felplacering sker bör en förbättring av verktyg göras så stavar inte kan placeras fel och får en felaktig belastning.



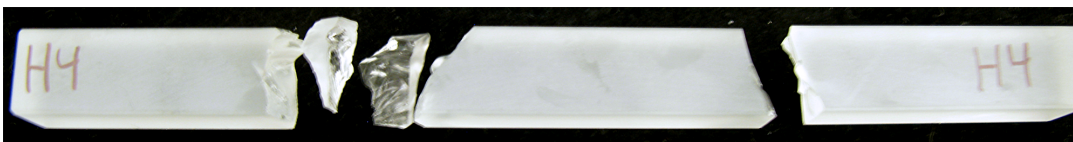


**Figur 4.14:** Märke från verktyg bredvid markering



**Figur 4.15:** Svårdefinierad tryckpunkt

En annan anledning kan vara att fel uppstod under provningen på grund av variationer i montering. Då alla prover utfördes under likartade förhållanden samt tidpunkt som nämnts tidigare, antas detta inte ha påverkat resultatet. Detta då brott hos alla stavar inom respektive gruppering skedde på likartat sett och medför att provresultat kan jämföras. Ett exempel är stav H4 med högst registrerad kraftmätning och stav H15 med lägst registrerad kraft och likartat brott (Figur 4.16).



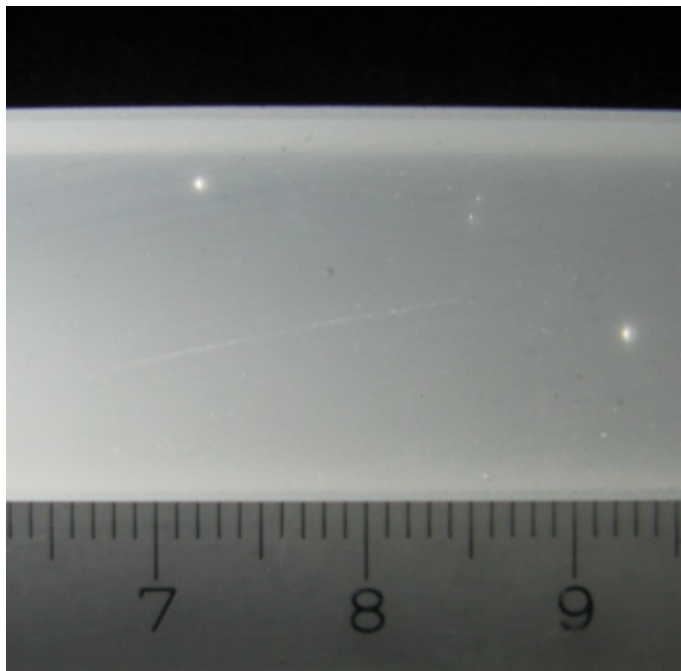
(a) Stav H4



(b) Stav H15

**Figur 4.16:** Defekter i stav H4 och H15

Defekter kan konstateras ge en viss påverkan på provresultatet. Ett samband mellan en lägre resulterande kraft och defekter på ytan kan konstateras (Bilaga C). Ett exempel är staven H15 som har en repa (Figur 4.17) på toppytan vilket kan tyda på dålig slipning efter sågning.



**Figur 4.17:** Stav H15 med repa på yta

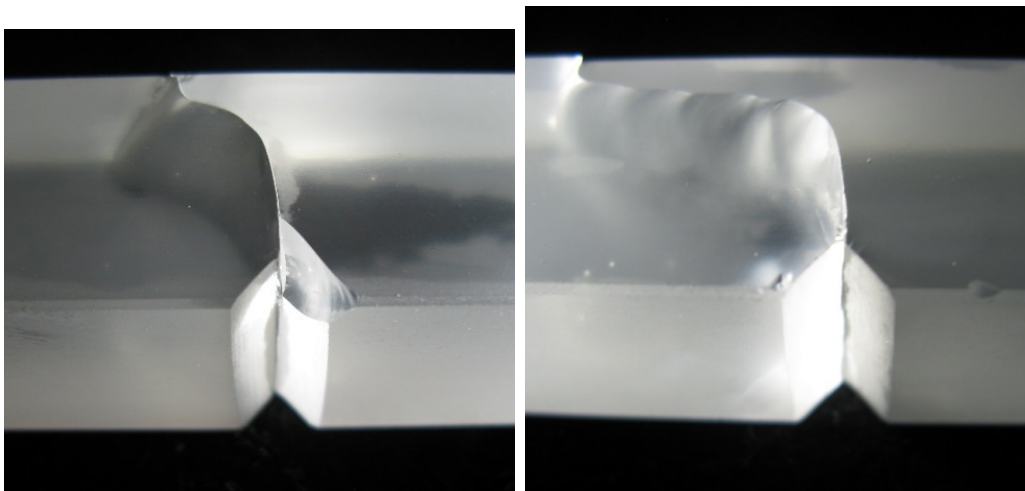
Stav HH6, vars kraftmätning hamnade lite ovanför medelkraften för alla stavar (Bilaga F), har flertalet defekter men dock inga ytdefekter. Vilket visar på att inreboende defekter inte har stor påverkan. Ett exempel är att en bubbla på 4 mm i diameter kan hittas centrerad under en av tryckpunkterna för verktyget, men sprickan har kringgått bubblan (Figur 4.23) till vänster. Ytterligare bubbla på 2 mm i stav HH6, som sprickbildning passerat, kan ses till höger i figuren. Stav HH12 med flertalet bubblor påvisar ytterligare att inneslutna bubblor inte påverkar. Där passerar sprickbildning utanför bubbla på 2 mm vid 82 mm från vänster kant (Bilaga C) men ett hög registrerad kraftmätning (Bilaga F).

Stavar med lägst registrerad kraft har ytdefekter på ytan. Ett exempel är stav HH13, som har lägst värde, samt mycket små bubblor på avstånden 71 mm och 74 mm. Dessa låg på ovansidan och utsattes inte för dragspänning utan tryckspänning, vilket förmodligen gjorde att sprickbildningar inte startade i dessa, även att bubblornas yta genomgått härdning som eventuellt kan ha bidragit. Alltså är det andra aspekter som påverkat resultatet. Mycket små kantstötningar som inte dokumenterades, då de existerade på alla stavar, kan eventuellt ha påverkat om de var placerade i dragytan på staven.

Hos de med brottanvisning kan en påtaglig skillnad ses mellan härdningsomgångarna. Stav HV11 och stav HV12 tillhörande härdningsomgång två, vars värden ligger lågt i förhållande till resterande värden. Jämförs stav HV12 med medelkraften för alla stavar inom samma grupp är medelvärdet 80% högre än värdet för HV12. Dock har stav HV11 ett högre värde än varav HV3 som tillhörde härdningsomgång ett. Men låga värden hos stavarna kan även bero på defekter eller felhantering av stavarna. Stav HV3 har bland annat flertalet ytdefekter (Bilaga C). Antagandet om att härdningsomgången påverkar resultatet kan inte verifieras, då inte tillräckligt många stavar finns.

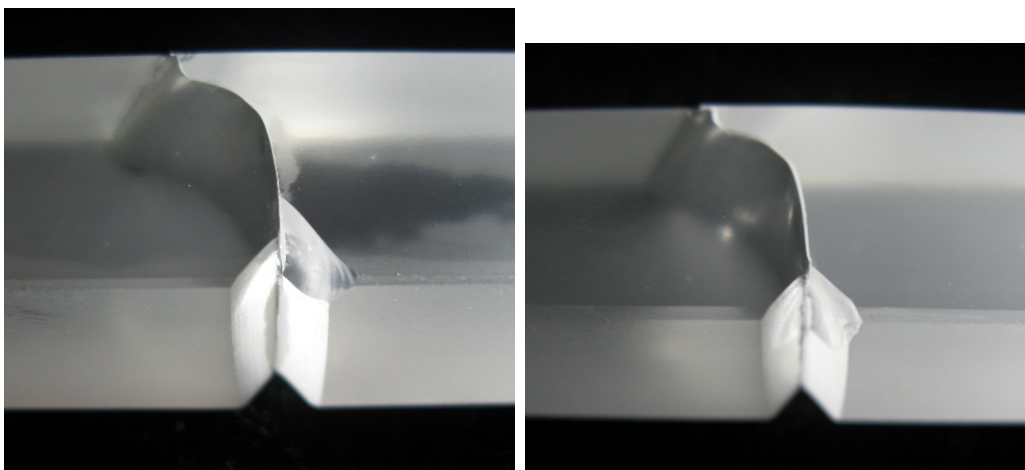


Brottanvisningen blir en säkrare källa för resultat på grund av att sprickbildningen tvingas till mitten av önskat intervall samt att defekter i materialet kan bortses ifrån. Stavarna HV8, HV11 och HV12 skedde med ett mycket liknande brott som började i brottanvisning och avvek sedan mot övre vänster tryckpunkt. Liknande skedde även hos ohärdade stavar (Figur 4.18).



**Figur 4.18:** Till vänster brott hos V3. Till höger brott hos HV8

Vid granskning av defekter i stavarna stämmer resultaten överens med teorin för brottanvisning. Som exempel är V3 med en defekt och V7 med flertalet defekter, även ytdefekter (Bilaga C), men har likartade brott som kan ses i Figur 4.19. Kraftskillnaden som behövdes för att bryta stavarna låg under 5% (Bilaga F).



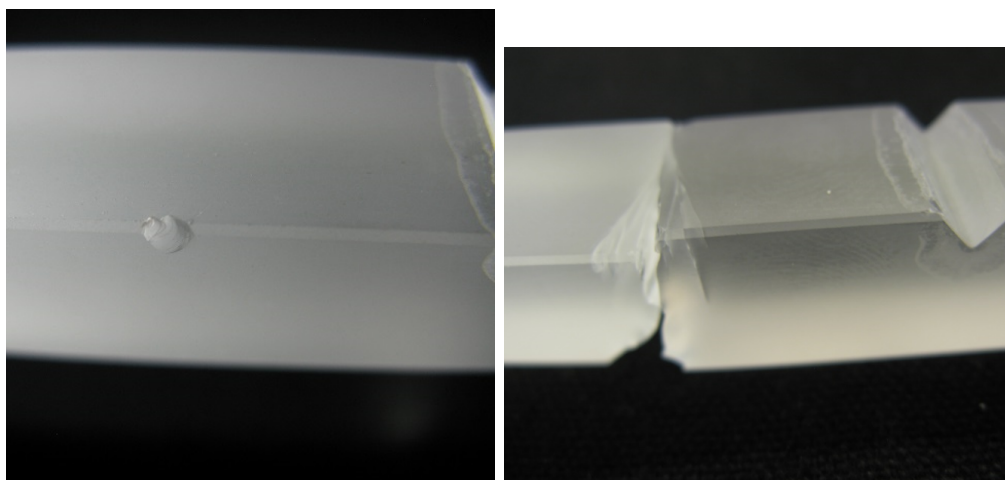
**Figur 4.19:** Till vänster brott hos V3. Till höger brott hos V7

Enligt de riktlinjer som följts bör ett brott ske i tre delar med liknande brottyta som V3 och V7[12]. En anledning till att inte tre delar uppstod vid brott kan vara snedbelastning ifrån verktyget som tagits upp tidigare, bland annat på grund av att brottet hos alla provstavar drar sig mot den tryckpunkt som troligen når glasytan först.

Studeras brottytan ytterligare kan då en skillnad mellan härdade stavar och ohärdade stavar upptäckas, som stavarna V3 och HV8 (Figur 4.18). Brottet hos de härdade stavarna bli längre och ”hackigare”, antagningsvis på grund av att det sker en större utböjning. Hos stavar med brottanvisning skedde ett brott utanför brottanvisningen vid 80 mm. Brott skedde vid 58 mm från vänster hos stav HV3 (Figur 4.20). Hos staven existerade en defekt i form av en kantstötning (Figur 4.21), som anses vara anledningen till brottet. Troligen uppkom defekten efter härdningsprocessen och på så vis eliminerade eller försämrade härdningseffekten i det området. Detta antagande kan göras på grund av att färre kaliumjoner finns djupare in i materialet som bildar den nya ytan vid det avslagna området, som i sin tur ger upphov till färre eftertraktade tryckspänningar för att motverka yttre påfrestningar. Materialet blir svagare i defektområdet än i brottanvisningen som är härdad, vilket leder till att brott sker i defekten istället för den önskade brottanvisningen.



**Figur 4.20:** stav HV3



**Figur 4.21:** Vänster bild: Innan brott. Höger bild: Efter brott

I teorin påverkar ytliggande defekter, som sprickbildningar av olika slag, hållfastheten hos materialet. Detta kan bekräftats genom resultaten från böjprovstesterna. Bubblor i ytan ger en försämrad hållfasthet. Dock talar resultatet från H7 emot antagandet. Eventuellt kan små bubblor mindre än 0.5 mm inte ge en påverkan, eller andra aspekter så som djupet på bubblan kan vara avgörande. Brott på stav HV3 visar tydligt hur defekter efter härdning kan ha en påverkan på materialet, men för att konstatera detta kan fler tester behöva göras. När jämförelser görs mellan stavar utan härdning och stavar med härdning, utan hänsyn till eventuella defekter eller härdningsomgångar, kan en förbättrad hållfasthet på 70% utskiljas i jämförelse med ohärdade stavar. Stavar med brottanvisning visar en förbättring på 145% högre

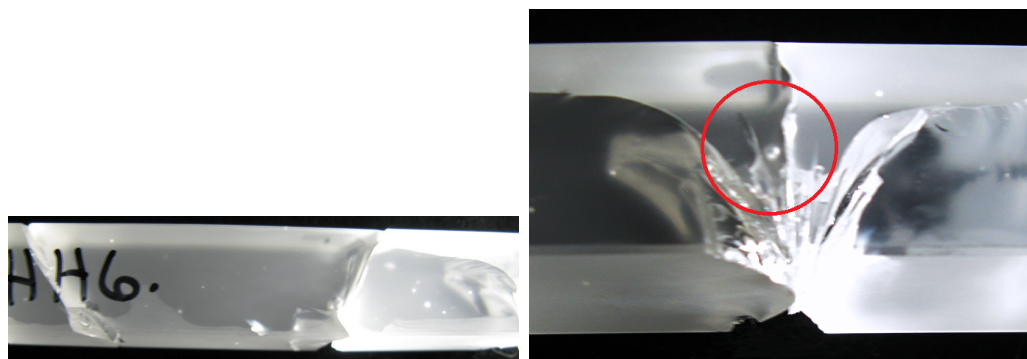
hållfasthet hos stavar med härdning än de stavar som inte har genomgått härdningsprocessen (Bilaga F).

En annan jämförelse är splittermängden under provet. Mer splitter uppkom från härdade stavar vilket kan bevittnas genom jämförelse av stav HH6 (Figur 4.22) samt stav H15 (Figur 4.16b). Härdade stavar får ett mer explosivartat brott, där splitter färdas längre sträckor. Troligen på grund av att mer kraft krävs för att bryta stavarna. Vilket kan vara ett problem i konstruktionssammanhang, beroende på användningsområde.

Stavar med brottanvisning bröts med mindre splitter både hos ohärdade stavar och härdade stavar. Här kunde också en skillnad ses mellan härdade och ohärdade stavar i explosivitet i brotten, men alla brott skedde på ett mer kontrollerat sett än hos hela stavar.



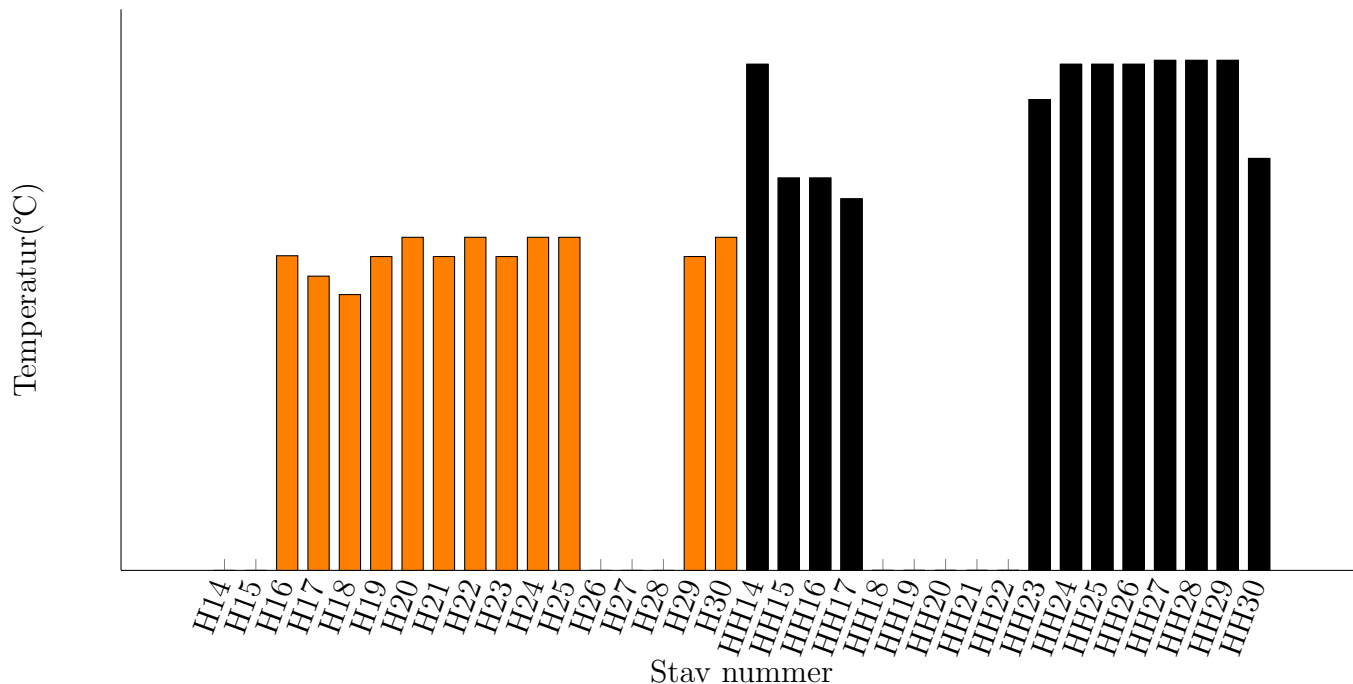
Figur 4.22: stav HH6



Figur 4.23: Bubblor i stav HH6.

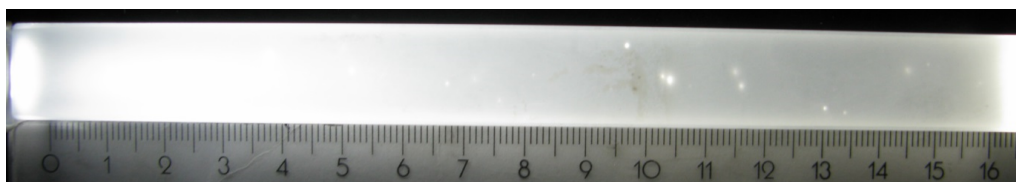
## 4.6 Termiskt chocktest

Resultat från termiskt chocktest visar på en ökad förbättring hos stavar som genomgått härdning med 146% i förhållande till ohärdade stavar.



**Figur 4.24:** Diagram över resultat från termiskt chocktest för H och HH stavar. Härdade stavar med beteckningen HH, ohärdade med beteckningen H. Stavarna HH18-22, H14-15 samt H26-28 utsattes inte för termiskt chocktest på grund av tidsbrist

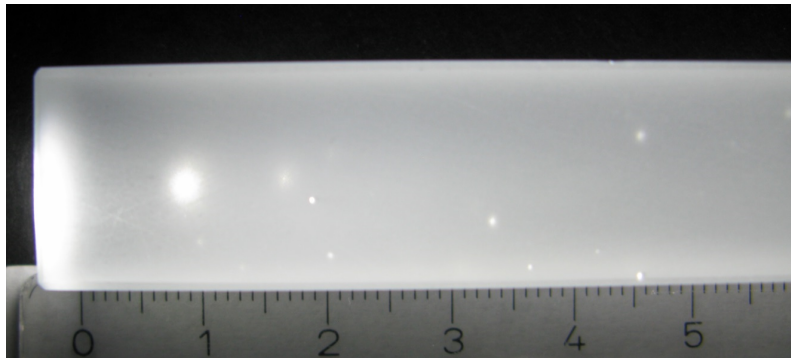
Defekter så som bubblor i yta eller inuti staven verkar mot förväntan inte påverkas av termiskt chock. Till exempel stav HH27 innehållande 12 bubblor (Bilaga C samt Figur 4.25) mellan storlekarna 0.5 mm till 2 mm som klarade sig förbi maximala temperaturen. Ett antagande är att staven vid ihopdragning inte påverkas lika mycket av ytdefekter som vid pålagt last som undersöktes i 4-punkts böjprov.



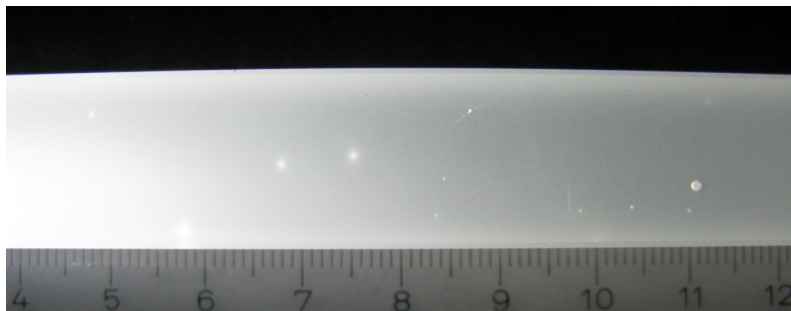
**Figur 4.25:** Stav HH27

Stavarna H17 och H18 som var några av de första stavar att krackelera (Figur 4.24), innehåller mycket små och få defekter, undantagsvis H17 som innehåller även en bubbla på 3 mm (Bilaga C).

En annan stav som stödjer teorin om att defekter inte påverkar resistensen mot temperatur chock är stav H20, som ses i Figur 4.26. H20 innehåller mer än 20 defekter av blandade storlekar från mindre än 0.5 mm till 2 mm samt ytliggande bubblor. Stav H20 höll upp till den maximala temperaturen hos ohärdade stavar.



(a) Stav H20 vänster



(b) Stav H20 höger

**Figur 4.26:** Defekter i stav H20

Vid termiskt chocktest provades fyra stycken stavar från härdningsomgång två. HH15, HH16 och HH17 stavarna från härdnings omgång två har det lägsta registrerade värdena för härdade stavar. Detta kan visa på att en skillnad finns mellan härdningsomgångarna. Stav HH14 (Figur 4.24) från härdnings omgång 2 två, med flera defekter, visar däremot på att härdningsomgången inte påverkar resultat. Dock kan en trend uppfattas hos tester från både termiskchockprov och 4-punkts böjprov, men på grund av att glas är ett material med mycket defekter behövs fler stavar för att bevisa teorin.

Andra orsaker som kan ha påverkat resultatet är temperaturdifferenser under provning. Temperaturdifferenser i ugnen eller vattenbadet kan uppstått. Till exempel skillnad i temperatur i den övre och undre delen av ugnen som i sin tur kan ge missvisningar eller felvisning av termometern. Men då prover utfördes på konstant höjd antas felet kunna bortses ifrån.

Termometern som användes var inte exakt kalibrerad, vilket kan ge ett felaktigt värde på isbadets temperatur under provning. Men variationen på isbadet mellan tester låg inom en grad Celsius, som antas vara ett konstant förhållande.

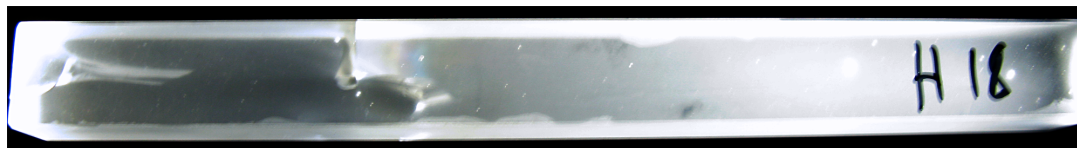
En oväntad aspekt var att stavarna håller sin form efter sprickbildning hos både H och HH stavar. Skillnaden som kan ses är att fler sprickor bildas i de härdade, då speciellt de som går vid högre temperatur (Figur 4.27). Stav H18 (Figur 4.27a) sprack först av alla H stavar och fick få sprickbildningar, medan H20 (Figur 4.27b) som sprack sist av alla H stavar har antalet fler sprickor. Stav HH17 (Figur 4.27c)



#### 4. Resultat

---

som krackelerade först av HH stavarna liknar till viss del stav H18 i utseendet efter provning. Stavarna H18 och HH17 låg även nära varandra i resulterande temperatur, se Figur 4.24. Stav HH14 (Figur 4.27d) som hade ett av de högsta registrerade värdena har stort antal sprickbildningar. Detta kan visa på att stavar som spricker vid högre temperatur differenser har genomgått en bättre härdning då fler sprickor bildas.



(a) Stav H18



(b) Stav H20



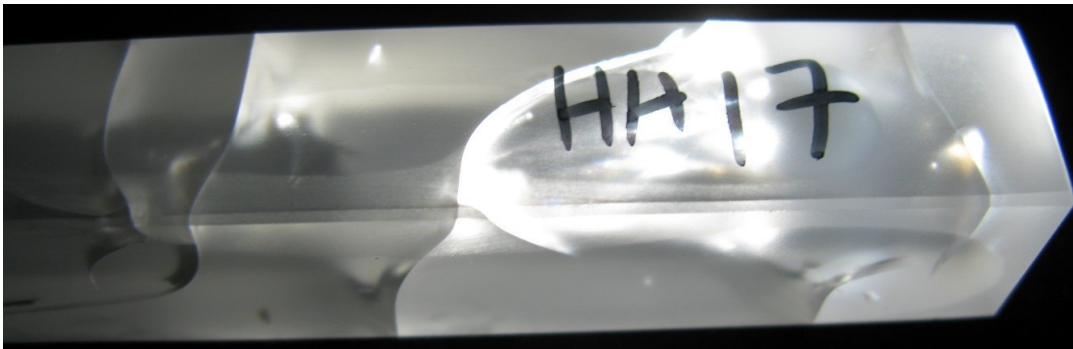
(c) Stav HH17



(d) Stav HH14

**Figur 4.27:** H och HH stavar utsatta för termisk chock

Härdade stavar får granulliknande sprickor på de som klarade högre temperaturer (se Figur 4.28) men som nämns tidigare bevarar sin form. Vilket i sin tur möjligen kan minska skaderisk om stavar utsätts för våld efter sprickbildning, då granulliknande fragment redan bildats.



(a) Stav HH17



(b) Stav HH14

**Figur 4.28:** Sprickbildning på HH17 och HH14





# 5

## Slutsats

Från SEM mätningarna och spänningsvisualiseringen i polariskopet gick det tydligt att se att kemisk härdning är fullt möjligt på blyfritt kristallglas. Ett utbyte av kaliumjoner sker i glasytan och orsakar avtagande tryckspänningar ner till 18  $\mu\text{m}$ .

Resultaten från 4-punkts böjprov visar på en förbättring av hållfasthet i de härdade glasstavarna, men hårdhetsindenteringen visade att det ej sker någon förändring i hårdheten av materialet efter härdning. Genom Glafo konstaterades att forskning fortfarande sker inom området.

Härdade glasstavar klarade högre påfrestningar som även resulterade det i att det bröts mer explosivt vid brott.

Stavarna med en redan existerande brottindentering påvisade en lägre hållfasthet, men en ännu större hållfasthetökning vid härdning. Detta kan tyda på att härdningen är den största påverkande faktor för hållfasthetsförbättringen, då specifikt vid redan existerande defekter som genomgår härdning. Tvärt emot så har defekter som orsakats efter härdning en negativ effekt på glaset då det nöter bort härdningen och försvagar materialet i den punkten vilket kunde ses på vissa stavar.

Brottindenteringarna resulterade även i att brottet blev mer förutsägbart och mindre explosivt på det härdade hela stavarna.

Resultaten visar att härdning av kristallglas ökar hållfastheten hos glaset, då en kraftökning på 70 % för hela stavar och 145% för stavar med brottanvisning kan konstateras.

Det härdade kristallglaset visade en tydlig ökad resistens mot termisk chock jämfört med den ohärdade versionen. Alla provstavarna, härdade och ohärdade, höll ihop i sin ursprungliga form utan någon form av splitter, efter att det skapats sprickbildningar rakt igenom staven.

En ökad temperaturrestans på 146 % kan ses hos härdade glasstavar som konstaterar att härdat kristallglas ger en förbättrad temperaturrestans.

Utifrån resultat ses att en förbättring av materialegenskaper kan erhållas med härdning. Med hjälp av detta kan blyfritt kristallglas i en större utsträckning användas som ett konstruktionsmaterial, istället för som konstverk.

### 5.1 Vidare forskning

För att få ett mer noggrant resultat på 4-punkt böjprovet kan vidare forskning ske där mer avancerade testverktyg används samt stavar med mindre defekter. Längre stavar är att föredra för att få ett mer korrekt värde vid utböjning. Härdade

glasskivor kan till och med vara att föredra över stavar.

Då tester visade att materialet fortfarande håller ihop efter att sprickbildning skett av termisk chock, kan det vara intressant att få fram resultat på hur hållfastheten påverkas efteråt. En stav med redan befintliga sprickor kan behövas testas hur de reagerar vid yttre påfrestningar.

Då det är vanligt att glas modifieras med saker såsom färgning, efterbearbetning och många olika typer av formbearbetning, kan det vara intressant att undersöka hur dessa påverkar materialet i sig samt dess påverkan på härdning. Även kristallglasets ursprungliga kemiska sammansättning kan tittas över för att se ifall modifiering är möjlig för att förbättra glasets förbättringspotential vid härdning.

# Referenser

- [1] Harwood S. Glass Blowing [Internet]. 2007 [citerad 15 December 2015]. Hämtad från: [https://c4.staticflickr.com/3/2134/1533164411\\_f9e1207631\\_b.jpg](https://c4.staticflickr.com/3/2134/1533164411_f9e1207631_b.jpg)
- [2] EDAG Engineering GmbH: EDAG - an Overview [Internet]. Edag.de. 2016 [citerad 20 September 2015]. Hämtad från: <http://www.edag.de/en/edag/edag-an-overview.html>
- [3] Richerson D. Modern ceramic engineering. Boca Raton, FL: CRC Taylor & Francis; 2006.
- [4] Flygt E, Falk T. Boken om glas. Stockholm: Infotain & Infobooks; 2011.
- [5] Flygt E, Falk T. Boken om glas. Stockholm: Infotain & Infobooks; 2011. s. 18.
- [6] Ghedini P. Glass processing in Lombardy [Internet]. 2015 [citerad 15 December 2015]. Hämtad från: [https://pixabay.com/static/uploads/photo/2015/12/20/21/09/glass-1101689\\_960\\_720.jpg](https://pixabay.com/static/uploads/photo/2015/12/20/21/09/glass-1101689_960_720.jpg)
- [7] Shelby J. Introduction to glass science and technology. Cambridge: Royal Society of Chemistry; 2005.
- [8] Hufnagel T. Materials Science & Engineering | Metallic Glasses [Internet]. Engineering.jhu.edu. 2016 [citerad 4 February 2016]. Hämtad från: <http://engineering.jhu.edu/materials/research-projects/metallic-glasses/#.VqiBDP6FPvU>
- [9] Karlsson S. Modification of float glass surfaces by ion exchange. Växjö: Linnaeus University Press; 2012.
- [10] Haglund M. Grundläggande kunskaper om glas och tillverkningsmetod. Presentation presented at; 2015; Kosta.
- [11] Karlsson S. Glasets kemi och härdning av glas. Presentation presented at; 2015; Växjö.
- [12] Mitchell M, Link R, Quinn G, Sparenberg B, Koshy P, Ives L et al. Flexural Strength of Ceramic and Glass Rods. Journal of Testing and Evaluation. 2009;37(3):101649.
- [13] Rasmussen P. Riddled Glass [Internet]. 2012 [citerad 15 December 2015]. Hämtad från: <https://www.flickr.com/photos/peterras/7107616417>
- [14] Bray C. Dictionary of glass. London: A & C Black; 2001.
- [15] Oliver W, Pharr G. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. Journal of Materials Research. 2004;19(01):3-20.



A

# Specifikation till Orrefors



# B

## Ritning av verktyg





# C

## Feldokumentering på stavar



# D

## Hårdhetsmätningar



# E

## SEM mätningar



F

Resultat av stavar