DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

(19) **DD** (11) **247 439 A1**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) **C 03 B 5/225**

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 03 B / 288 574 1	(22)	01.04.86	(44)	08.07.87

(71) VEB Behälterglas, 7702 Bernsdorf, Otto-Buchwitz-Straße, DD
(72) Hartung, Erika, Dr. rer. nat.; Heide, Klaus, Dr. rer. nat.; Schmidt, Hans-Georg, DD

(54) Verfahren und Einrichtung zur Bestimmung des Läuterverhaltens und Läuterzustandes von Glas

(57) Die erfinderische Lösung beinhaltet die Charakterisierung von Glasproben aus beliebigen Produktionsabschnitten im Hinblick auf den Läuterzustand und das Läuterverhalten. Es handelt sich dabei um ein Verfahren zur Produktionsoptimierung bei der Herstellung silikatischer Massen- und Sondergläser.

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung des Läuterverhaltens und des Läuterzustandes von silikatischen Glas, **gekennzeichnet dadurch,** daß eine Glasprobe in einem Hochtemperatur-Vakuumofen (2) unter Hochvakuumbedingungen mit einem definierten Temperaturprogramm aufgeheizt wird und dabei der Toteldruck in Abhängigkeit von der Temperatur mit Hilfe eines Hochvakuummeßgerätes (3) bei einem Anfangsdruck von mindestens 10^{-3} Pa registriert wird, wobei das Produkt aus Blasenzahl und normierten Intensitäten in einem niedrigen Temperaturbereich den Läuterzustadn und in einem höheren Temperaturbereich das Läuterverhalten charakterisiert.
2. Einrichtung und Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß ein Rezipient (1) mit Hochtemperatur-Vakuumofen (2) und Vakuummeßgerät (3) über ein Ventil (4) mit einer Hochvakuumpumpe (5) verbunden ist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Einrichtung zur Bestimmung des Läuterverhaltens durch die Blasenbildung bei der Schmelze von Glas im Vakuum und des Läuterzustandes durch die im Glas gelösten bzw. durch die vom Gemenge eingebrachten Gase.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekanntermaßen dient die Läuterung der Entfernung vorhandener Blasen, der Entgasung und Homogenisierung der Schmelze.
Dabei wird die Läuterqualität durch prozentualen Anteil der analytisch bestimmten Gaskonzentrationen entweder durch eine direkte Gasanalyse (Heizextraktion) oder einer visuellen Charakterisierung der Blasengrößen und Blasenzahl, in Abhängigkeit vom Glasvolumen bestimmt.
Diese Verfahren besitzen den Nachteil, daß für die Heißextraktion der Gase ein hoher zeitlicher und materieller Aufwand und für die visuelle Analyse ein relativ hoher Präparationsaufwand erforderlich ist.
Ein weiterer Nachteil der visuellen Analyse besteht darin, daß für die Proben bestimmte geometrische Abmessungen eingehalten werden müssen.
Ein weiteres Verfahren beinhaltet die Messsung der elektrischen Leitfähigkeit von der Temperatur und dem mit der Gasfreisetzung zusammenhängenden Veränderungen.
Da die elektrische Leitfähigkeit von einer Vielzahl von Faktoren, wie Gemengeinhomogenität und Feuchtigkeit abhängig ist, ergeben sich Schwierigkeiten für eine reproduzierbare Gestaltung des Meßvorganges und die Interpredation der gemessenen Effekte.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, vorgenannte Nachteile zu beseitigen und ein Verfahren sowie eine Einrichtung zu schaffen, die es erlaubt unter Produktionsbedingungen zeit- und kostengünstig während des Produktionsprozesses entnommene Glasproben zu charakterisieren.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, unter Produktionsbedingungen eine quantitative Bestimmung der beim Aufheizen einer Glasprobe unter Hochvakuumbedingungen freigesetzten Gase, in Abhängigkeit vom Rohstoffeinsatz, von der Art und Konzentration der Läutermittel zu ermöglichen.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß eine Glasprobe in einem Hochtemperatur-Vakuumofen unter Hochvakuumbedingungen mit einem definierten Temperaturprogramm aufgeheizt wird und dabei der Totaldruck in Abhängigkeit von der Temperatur mit Hilfe eines Hochvakuummeßgerätes registriert wird.
Für die Messung ist ein Anfangsdruck von mindestens 10^{-3} Pa notwendig.
Die Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens weist sich dadurch aus, daß ein Rezipient mit einem Hochtemperatur-Vakuumofen und einem Hochvakuummeßgerät über ein Ventil mit einer Hochvakuumpumpe verbunden ist.

Ausführungsbeispiel

Anhand von schematischen Darstellungen wird ein Ausführungsbeispiel näher beschrieben.
Fig. I und Fig. II zeigen die Totaldruckänderungen von zwei unterschiedlichen Behältergläsern wobei die Zahl der platzenden Blasen und das Volumen der freigesetzten Gase zu entnehmen ist Fig. III zeigt das Schema der Einrichtung
Zur Realisierung der Aufgabe wird eine kompakte Glasprobe ohne sichtbare Blasen mit einer Masse von 30–100 mg mit einem Tiegel in einen Hochtemperatur-Vakuumofen 2 eingebracht.
Der Rezipient 1 mit den Hochtemperatur-Vakuumofen 2 wird über ein Ventil 4 mit der Hochvakuumpumpe 5 evakuiert, bis ein Druck von ca. 10^{-3} Pa erreicht ist.
Mit Hilfe eines Temperaturregelgerätes erfolgt eine programmierte Aufheizung. Die Druckänderungen werden mittels Vakuummeter 3 gemessen. Als Meßgrößen werden die Temperatur der Probe und der Totaldruck erfaßt.

Aus den Totaldruckänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur erhält man für jedes Glas zwei Temperaturbereiche in dessen spontan der Totaldruck durch das Platzen von Blasen ansteigt.
Aus Fig. I ergibt sich in dem Temperaturbereich von 900–1 050 °C aus dem Produkt von Blasenzahl multipliziert mit der Summe der nomierten Intensität ein Zahlenwert von 649. Im Temperaturbereich 1 050–1 300 °C ist dieser Zahlenwert 156658.
Die entsprechenden Werte in der Fig. II sind 60 bzw. 408. Daraus ergibt sich, daß das in Fig. I dargestellte Diagramm ein Glas mit einem relativ schlechten Läuterzustand im Vergleich zu der Probe, die durch das Diagramm in Fig. II charakterisiert wird, beschreibt.
Demgegenüber weist die Probe von Fig. I ein sehr gutes Läuterverhalten im Vergleich zu der Probe von Fig. II aus. Das Glas gemäß Fig. I ist im Hinblick auf eine erneute Blasenbildung gegenüber lokalen Temperaturschwankungen relativ anfällig.

Fig. I

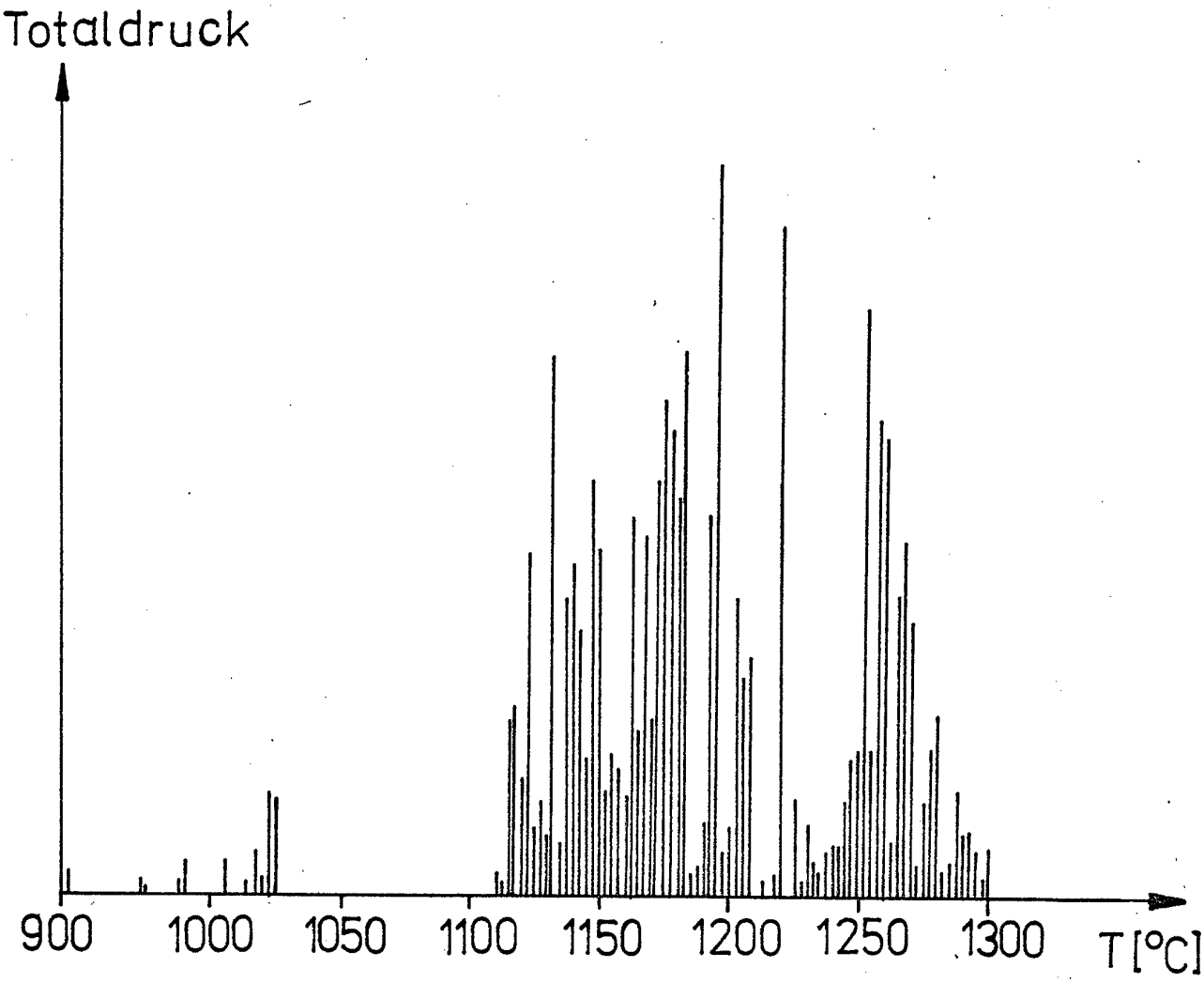

Totaldruck
900
1000
1050
1100
1150
1200
1250
1300
T [°C]

Fig. II

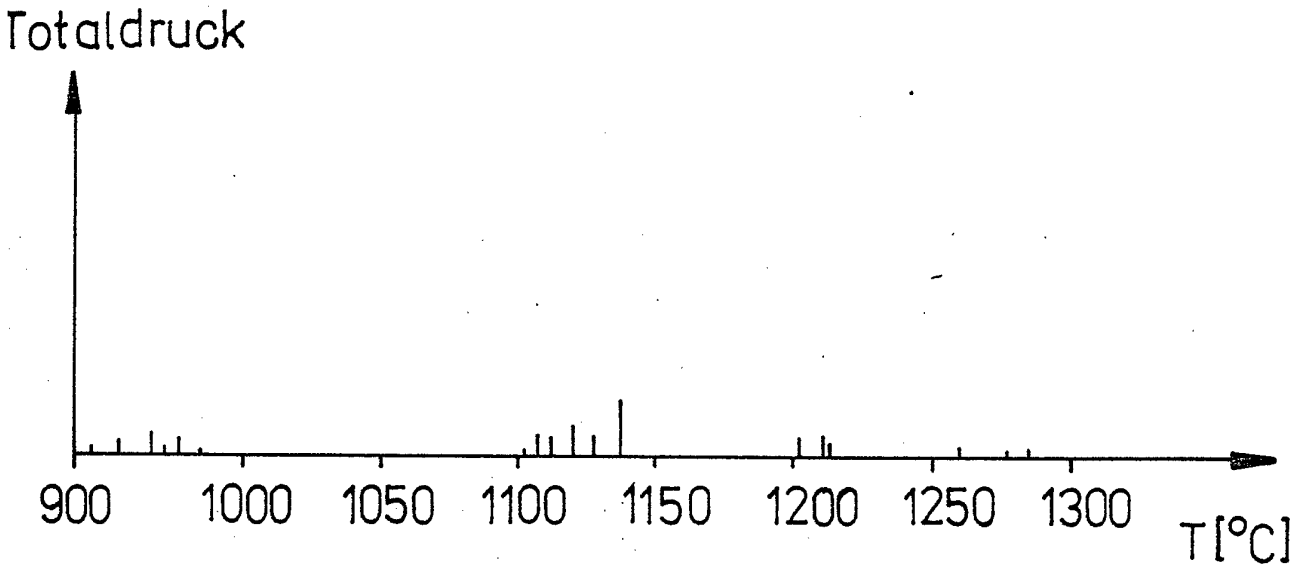
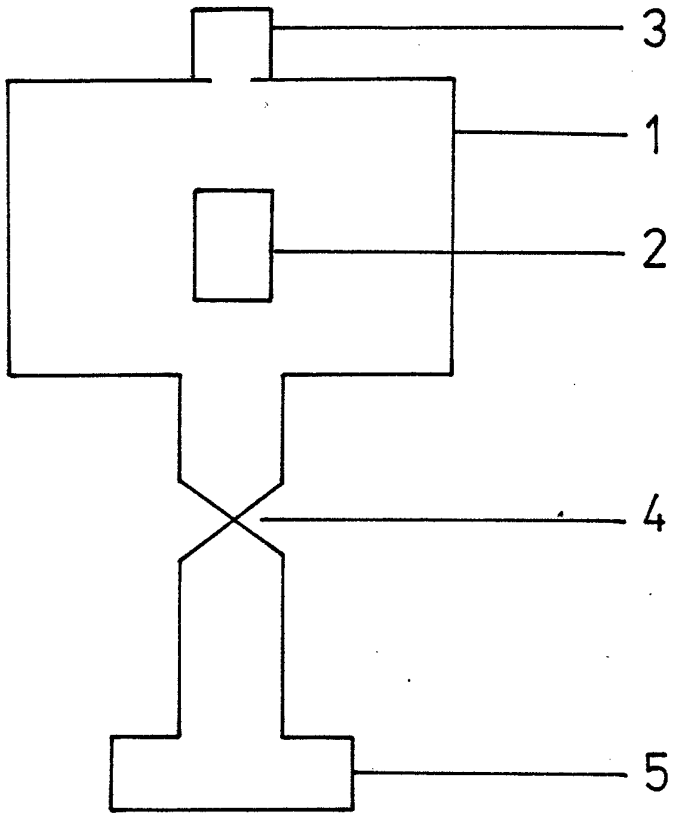

Totaldruck
900
1000
1050
1100
1150
1200
1250
1300
T [°C]

Fig. III



-1 (98- 3368206