

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

ISSN 0433 6461

(11)

207 987

Int.Cl.³

3(51) G 01 N 33/38

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2394 925

(22) 03.05.82

(4) 21.03.84

(71) siehe (72)

(72) HERRMANN, VOLKER, DIPL.-MIN.; DD;

(73) siehe (72)

(74) VEB INST. TECHN. GLAS JENA BFS 6900 JENA GOESCHWITZER STRASSE 22

54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DER SCHÄUMTEMPERATUR VON GLAS

57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der Schäumtemperatur von Glas durch Erhitzen einer Glasprobe bei einem Druck von 1000 Pa. Das Ziel der Erfindung ist es, die Bestimmung der Schäumtemperatur mit geringerem Prüfaufwand sowie höherer Genauigkeit und Reproduzierbarkeit vorzunehmen. Dazu ist ein objektives Prüfverfahren und eine Vorrichtung dafür zu schaffen. Die zu untersuchende Probe wird in einem evakuierbaren Laborofen in einem Schmelzgefäß eingeschmolzen, danach die Temperatur schrittweise um 5 K gesteigert und für 5 min. gehalten. Dabei wird ein Unterdruck von 1000 Pa über der Schmelze hergestellt. Durch eingetauchte Platinelektroden, mit angeschlossener konstanter Spannung, wird die elektrische Leitfähigkeit kontinuierlich gemessen. Beim vorzeitigen Absinken der elektrischen Leitfähigkeit, bei gleichbleibender oder steigender Temperatur, ist die Schäumtemperatur erreicht. Das Verfahren ist für eine automatisierte Bestimmung der Schäumtemperatur zur Produktionsüberwachung, z. B. im Zweistufenprozeß zur Glaseidenherstellung geeignet. Fig. 2

239492 5

- 1 -

Titel der Erfindung

Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung der
Schäumtemperatur von Glas

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Schäumtemperatur von Glas durch kontinuierliches Erhitzen einer Glasprobe über deren Erweichungspunkt hinaus, weiterer stufenweiser Temperatursteigerung mit zeitweisem Halten eines Temperaturniveaus, auf dem ein Unterdruck in der Atmosphäre über der Schmelze erzeugt wird und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Bestimmung des Gasgehaltes von Gläsern gibt es aufwendige Verfahren, bei denen im Vakuum die aus der Glasschmelze bei Wiedereinschmelzen einer Glasprobe entweichenden Gase, z.B. gaschromatografisch oder massenspektroskopisch qualitativ und quantitativ bestimmt werden.

Zur einfacheren, nur quantitativen Bestimmung des Gasgehaltes von Gläsern ist die Bestimmung der Temperatur des erstmaligen Auftretens von Blasen im schmelzflüssigen Glas (Schäumtemperatur) beim Erhitzen bei Unterdruck geeignet (Steklo (1976) 1 (150), S. 49 - 55).

Die Bestimmung der Schäumtemperatur wird insbesondere zur Produktionsüberwachung eingesetzt, wenn in einem technologischen Abschnitt der Glasherstellung oder Glasverarbeitung Gläser wieder aufgeschmolzen werden, wie beispielsweise im Zweistufenprozeß zur E-Glas-seidenherstellung, und das Freisetzen von Gasblasen dabei vermieden werden muß. Ein Verfahren und eine Vorrichtung hierzu sind in Sklár a keramik 26 (1976) 9, S. 262 - 264 beschrieben.

Der wesentliche Nachteil dieses und ähnlicher Verfahren ist die visuelle Einschätzung des Beginns der Blasenbildung. Neben der nachteiligen subjektiven Bestimmung der Schäumtemperatur tritt eine Sichtbehinderung auf die Glasprobe während der Untersuchung auf, die bedingt ist durch die von der heißen Glasprobe ausgehenden Wärme- und Lichtstrahlung, sowie durch den Niederschlag von leichtflüchtigen Bestandteilen der Schmelze am Glas der Beobachtungsöffnung. Diese Verfahren gewährleisten keine objektive Beurteilung der Schäumtemperatur.

Ziel der Erfindung

Es ist das Ziel der Erfindung, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der Schäumtemperatur von Glas zu schaffen, die den Prüfaufwand senken und eine höhere Genauigkeit und Reproduzierbarkeit aufweisen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Bestimmung der Schäumtemperatur von Glas zu entwickeln, bei dem das Auftreten von Gasblasen in einer erhitzten Glasprobe bei einer bestimmten Temperatur unter vorgegebenem Unterdruck der Atmosphäre objektiv erfaßt wird sowie eine Vorrichtung für dieses Verfahren zu schaffen.

Der Lösung der Aufgabe liegt der erfinderische Gedanke zugrunde, daß die im erhitzten Glas vor sich gehenden Veränderungen bei Blasenbildungsbeginn verbunden sind mit einem charakteristischen Verlauf der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit der Schmelze.

Die zu untersuchende Glasprobe wird wieder eingeschmolzen, danach die Temperatur stufenweise um 5 K gesteigert und für ca. 10 min. gehalten. Während das Temperaturniveau gehalten wird, wird ein Unterdruck von 1000 Pa über der Schmelze hergestellt. Kontinuierlich wird dabei die elektrische Leitfähigkeit der Glasprobe gemessen.

Tritt ein kurzzeitiges Absinken der elektrischen Leitfähigkeit auf, ist die Schäumtemperatur erreicht.

Das Verfahren wird in einem evakuierbaren Laborofen zum Schmelzen und stufenweisen Erhitzen der Glasprobe in einem Schmelzgefäß durchgeführt, wobei in die Schmelze, zentrisch im Schmelzgefäß, zwei vorzugsweise stabförmige Elektroden aus Platin oder ähnlichem Werkstoff mit konstantem Abstand sowie ein Thermoelement bis zu einer bestimmten Tiefe eintauchen. An die Elektroden wird eine konstante Spannung angelegt und der Stromfluß registriert. Für Gläser, die zu starker Schaumbildung neigen, ist das Schmelzgefäß konisch ausgebildet, um zu gewährleisten, daß auch bei maximaler Gasentwicklung und Schaumbildung die Schmelze nicht aus dem Schmelzgefäß austritt.

Der wesentliche Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß die Schäumtemperatur frei von subjektiven Fehlern bestimmt wird. Eine ständige Beobachtung des Prüfvorganges kann entfallen. Die Schwierigkeiten bei der visuellen Beobachtung durch Strahlung und niedergeschlagene flüchtige Glasbestandteile am Glas der Beobachtungsöffnung entfallen.

Das Verfahren ist geeignet für eine automatische Bestimmung der Schäumtemperatur bei großen Meßreihen, z. B. zur Produktionsüberwachung.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einem Ausführungsbeispiel erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 das Schema der Prüfanordnung

Fig. 2 den Effekt des Schäumens auf die relative elektrische Leitfähigkeit.

Das Gefäß mit der Glasprobe 1 wird von unten mit Hilfe einer Beschickungseinrichtung in ein vakuumdichtes Rohr 2 gebracht, das sich in einem Labor-Schmelzofen 3, z. B. Silitstabofen, befindet. Von oben durch die Abdeckung 4 des Rohres 2 ragt eine Meßsonde, deren Platinelektroden 5 mittig in das Schmelzgefäß 1 eintauchen und einen Abstand zum Boden des Schmelzgefäßes 1 von ca. 10 mm haben. Ein an der Meßsonde angebrachtes Thermoelement 6 mißt die Temperatur im Glasbad. An die Platinelektroden 5 wird eine Wechselspannungsquelle mit vorzugsweise 8 V (50 Hz) angeschlossen. Über einen mit den Platinelektroden 5 in Reihe geschalteten Widerstand 7 wird der Spannungsabfall gemessen, der proportional der Leitfähigkeit der Schmelze ist. Zur Glättung der Meßwerte mit gleichzeitiger Dämpfung von Störfrequenzen ist es notwendig, einen Leiterstrang je Meßstelle zu erden. Am Rohr 2 befindet sich eine Öffnung mit den Anschlußvorrichtungen für eine Vakuumpumpe 8.

Zur Bestimmung der Schäumtemperatur von z. B. einem E-Glas, wird die 10 g-Glasprobe von der Raumtemperatur bis auf ca. 1350 K kontinuierlich erhitzt.

Die weitere Temperaturerhöhung erfolgt in 5 K-Stufen. Während man die Temperatur für 10 min. konstant hält, wird für 2 min. ein Unterdruck von 1000 Pa über der Schmelze erzeugt. Tritt mit Erreichen des Unterdruckes in der Atmosphäre über der Schmelze ein Abfall der relativen elektrischen Leitfähigkeit entsprechend Fig. 2 auf, liegt die Schäumtemperatur vor. Tritt der Abfall der Leitfähigkeit noch nicht auf, wird die Evakuierung des Rohres beendet und die Schmelztemperatur wird um 5 K erhöht. Auf dem neuen höheren Temperaturniveau wird nach 10 min. wieder ein Unterdruck für 2 min. erzeugt und der Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit verfolgt.

Die Erfassung der Meßwerte erfolgt mit einem Schreiber 9.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Bestimmung der Schäumtemperatur von Glas durch kontinuierliches Erhitzen einer Glasprobe über deren Erweichungspunkt hinaus, weiterer stufenweiser Temperatursteigerung mit zeitweisem Halten eines Temperaturniveaus bis zur Einstellung des Temperaturgleichgewichts zwischen Schmelzofen und Schmelzprobe und Erniedrigung des Druckes in der Atmosphäre über der Schmelze auf ca. 1000 Pa während der Temperaturkonstanz, dadurch gekennzeichnet, daß die stufenweise Temperatursteigerung um ca. 5 K und die Haltezeit eines Temperaturniveaus ca. 10 min. beträgt und daß kontinuierlich die elektrische Leitfähigkeit der Glasprobe gemessen wird bis zum Auftreten eines kurzzeitigen Absinkens der Leitfähigkeit, ausgelöst durch die 2-minütige Erniedrigung des Druckes der Atmosphäre über der Schmelze auf ca. 1000 Pa bei konstanter Schmelztemperatur, wodurch das Erreichen der Schäumtemperatur angezeigt wird.

2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Punkt 1, bestehend aus einem evakuierbaren Laborofen zum Schmelzen und stufenweisen Erhitzen der Glasprobe in einem Schmelzgefäß, dadurch gekennzeichnet, daß in das Schmelzgefäß zentrisch zwei vorzugsweise stabförmige Elektroden aus Platin oder ähnlichem Werkstoff mit konstantem Abstand sowie ein Thermoelement

239492 5 - 7 -

bis zu einer vorgegebenen Tiefe in das schmelzflüssige Glas eintauchen, daß an die Elektroden eine konstante Spannung angeschlossen und der Stromfluß kontinuierlich registriert wird, zusammen mit der Glastemperatur.

3. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Schmelzgefäß sich nach oben konisch erweitert.

Hierzu 2 Seiten Zeichnung

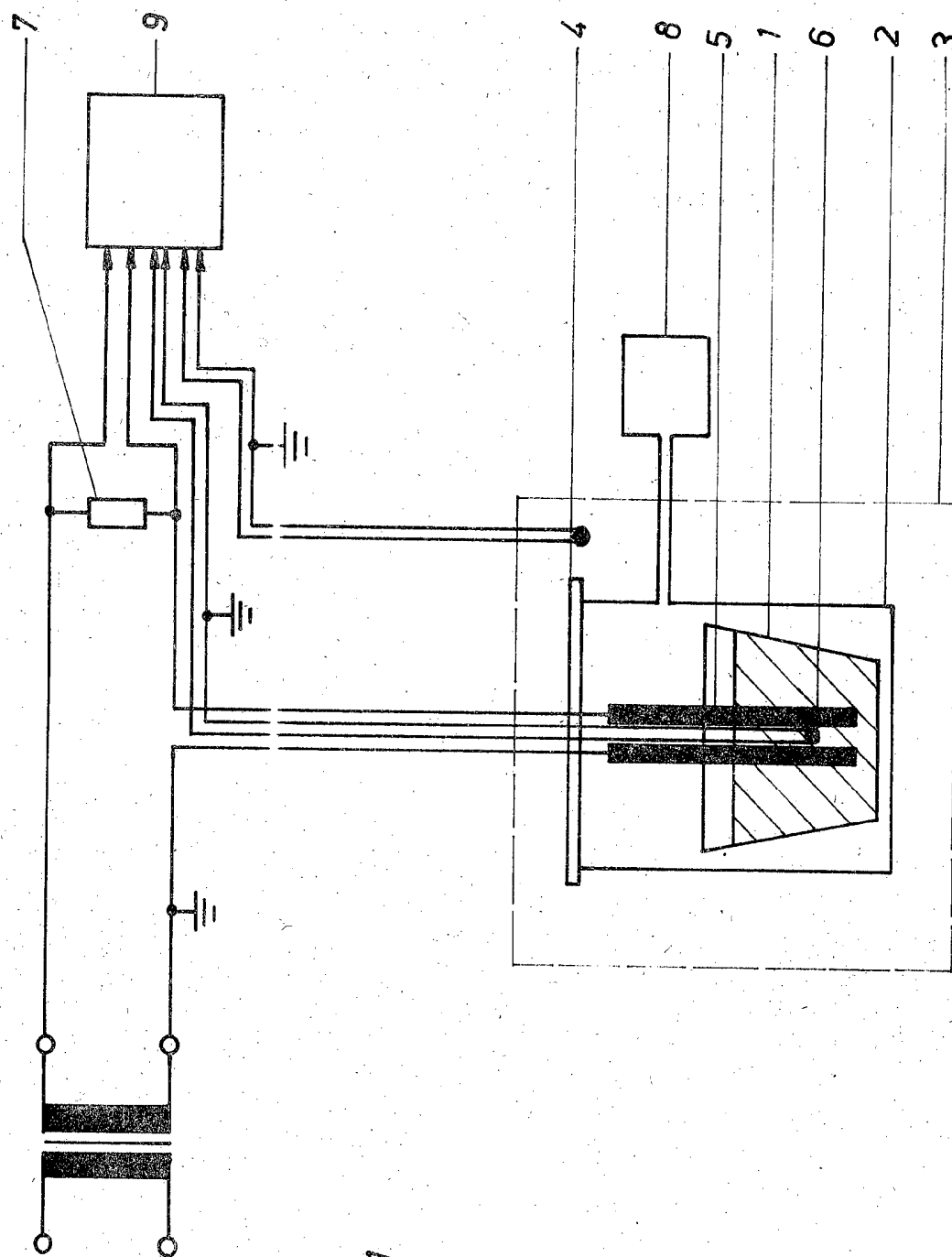


Fig. 1

Fig. 2

