

Návod na laboratorní práci:

## Stanovení viskozity skla v intervalu $10^2$ až $10^5$ dPas

Vedoucí práce: Dr.Ing. Martin Míka, Ing. František Lahodný, Ph.D. telefon 220444102

Místo: laboratoře A14 a A15

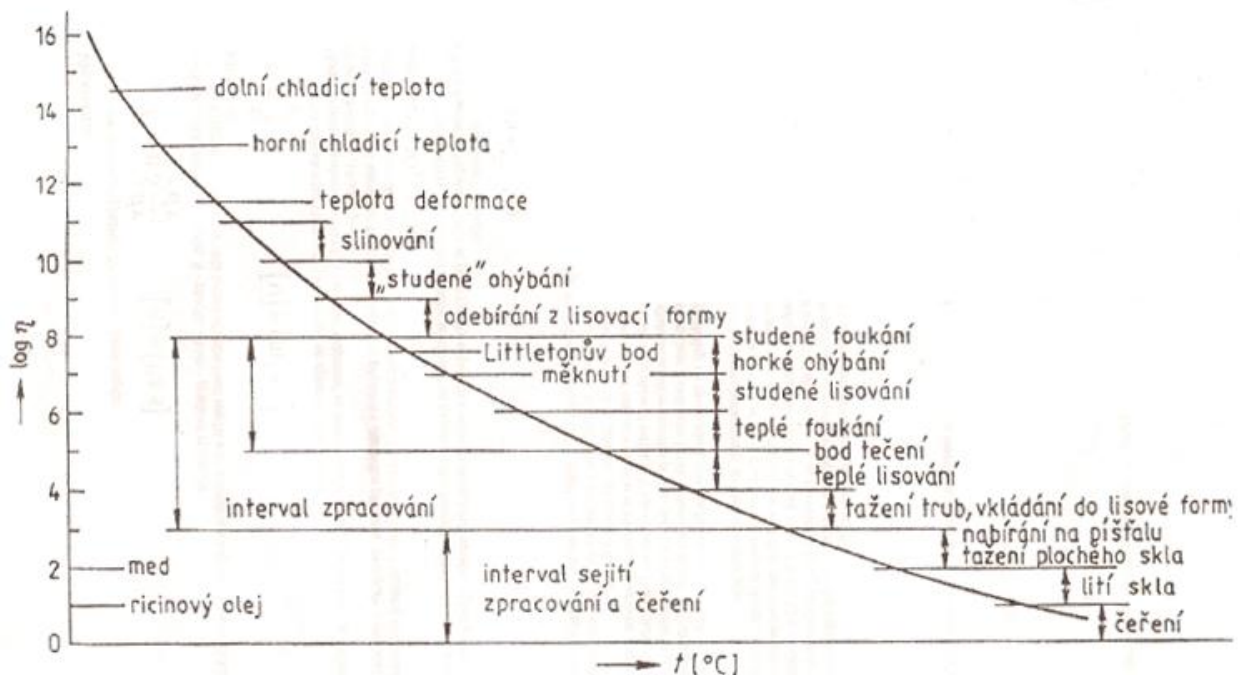
### Úvod

Viskozita skla a její teplotní závislost je jednou z nejdůležitějších vlastností skla. Má rozhodující vliv na vznik skla při ochlazování taveniny, kdy strmý nárůst viskozity s klesající teplotou brání krystalizaci taveniny. Rovněž ovlivňuje řadu dalších technologických pochodů, jako je reakce pevných částic sklářských surovin s taveninou a jejich rozpouštění, homogenitu taveniny, odstraňování šlír a bublin a vlastní tvarování skla. Dynamická viskozita  $\eta$  představuje odpor kapaliny vůči toku při působení vnější síly. Roztavené sklo (sklovina) se chová jako Newtonská kapalina a viskozita tak představuje konstantu úměrnosti mezi smykovým napětím a gradientem rychlosti podle rovnice:

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{dv}{dy}$$

kde  $\eta$  je viskozita v dP.s,  $F$  je působící síla,  $A$  je plocha,  $dv/dy$  je gradient rychlosti. Viskozita běžných křemičitých skel poměrně prudce narůstá s klesající teplotou. Tuto závislost, která se nazývá viskozitní křivka, je možné vystihnout viskozitní rovnicí. Obvykle se ve sklářské praxi používá Arrheniova, Vogel-Fulcher-Tammannova, nebo Adrianova rovnice. Teplotní závislost viskozity se ve sklářské praxi nazývá viskozitní křivka (obr.1) a skla se strmou křivkou se označují jako „krátká“ skla, zatímco skla s plochou křivkou se označují jako „dlouhá“ skla.

Viskozita a její teplotní průběh výrazně závisí na chemickém složení skla, a tedy na jeho struktuře. Viskozita roste s rostoucí koncentrací můstkových kyslíkových vazeb sklotvorného oxidu a s jejich rostoucí pevností. Křemenné sklo má 4 můstkové kyslíkové vazby a vysokou viskozitu. Přidáváním oxidů modifikátorů skelné sítě (např.  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ , nebo  $\text{CaO}$ ) dochází k výraznému poklesu viskozity.



Obr. 1 Viskozitní křivka skla a vymezení hlavních technologických procesů.

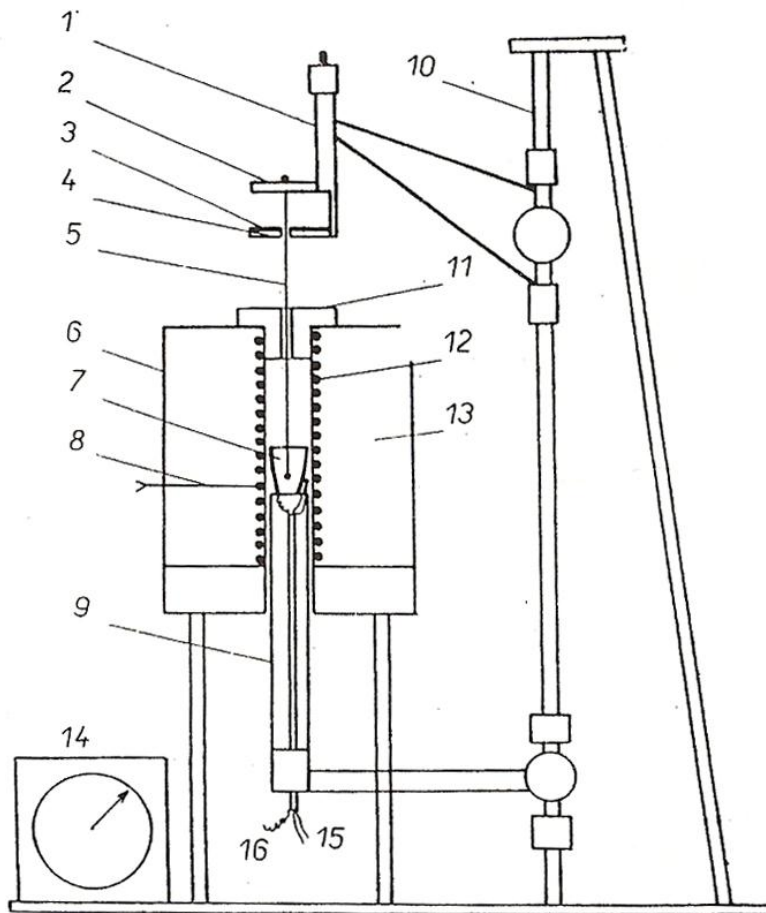
Pro měření teplotní závislosti viskozity v rozpětí  $\eta = 10^2\text{-}10^5$  dPa.s byla v naší laboratoři vyvinuta metoda založená na vnoření Pt20%Rh tyčinky o průměru 0,5 mm do skloviny o 2 cm. Tyčinka má na obou koncích PtRh kuličku o průměru 2,5 mm. Za horní kuličku je tyčinka upevněna v lamelách fotografické uzávěrky, spodní kulička je ponořena 5 mm pod hladinu skloviny. Signalizaci dotyku tyčinky s hladinou skloviny nebo horní kuličky s držáky zajišťují elektrické stopky. Jedná se o relativní metodu a přístroj je nutné předem zkalibrovat sklovinou o známém průběhu závislosti viskozity na teplotě.

Pro tuto metodu měření byl zkonstruován viskozimetr (obr.2), který se skládá ze tří základních částí:

- vertikální elektrické odporové pece s vysouvatelným dnem,
- mechanismem pro uchycení a uvolňování PtRh tyčinky, elektrické indikace jejího dotyku s hladinou skloviny a konečné polohy po zanoření o 2 cm,
- regulátorem teploty v peci a ukazatelem teploty skloviny.

Výška pece je 30 cm a její průměr je 25 cm. Plášť pece je zhotoven z ocelového plechu o síle 0,8 mm. Topná odporová spirála je zhotovena z 10 m drátu Pt20%Rh o průměru 0,6 mm a je navinuta na korundovou trubku o vnitřním průměru 4 cm. Tepelnou izolaci zajišťuje vláknitý

žáromateriál Sibal. Maximální používaná teplota je 1450°C. Teplota v peci je řízena regulačním termočlánkem připevněným přímo na topné vinutí, aby se tak odstranila setrvačnost pece při



Obr. 10.17. Schéma zařízení k měření viskozity skloviny v rozsahu  $\eta = 10^{3,5}$  až  $10^{1,5}$  Pa s metodou teploty vnoření  
 1 – jemný šroubový vertikální posuv, 2 – fotouzávěrka, 3 – Pt kontakt, keramická destička, 5 – měřicí čidlo Pt20%Rh tyčinka o průměru 0,5 mm, 6 – plášť pece, 7 – Pt20%Rh kelímek se sklovinou, 8 – regulační Pt–Pt10%Rh termočlánek, 9 – vysouvatelné korundové dno pece, 10 – stojan k zvětšovacímu přístroji Magnifax II, 11 – horní uzávěr pece, 12 – Pt20%Rh vinutí elektrické pece, 13 – izolace pece (MgO), 14 – elektrické stopky s obráceným funkčním chodem, 15 – měřicí Pt–Pt10%Rh termočlánek, 16 – Pt kontakt.

Obr. 2 Schéma viskozimetru.

regulaci na konstantní teplotu. Dno pece tvoří vysouvatelná korundová trubka, na jejímž horním konci je připevněn měřicí termočlánek a kontaktní drát signalizačního okruhu o průměru 0,6 mm, na kterém je položen PtRh kelímek. Korundová trubka je na spodu zatmelena, aby nedocházelo k ochlazování dna kelímku prouděním studeného vzduchu. Měřicí tyčinka je z Pt20%Rh drátu o průměru 0,5 mm, délce 30,5 mm a váze 1,3g s natavenými kuličkami o průměru 2,4-2,5 mm na obou koncích. Tyčinka je za jednu kuličku zavěšena mezi lamely fotouzávěry. Tyčinka prochází keramickou destičkou, na jejíž horní části je kontaktní plíšek. Horní otvor pece je zakryt keramickou destičkou s otvorem uprostřed, jímž tyčinka prochází do pece. Fotouzávěra, v níž je tyčinka zavěšena, je připevněna ke stojanu Magnifax II, který slouží k hrubému vertikálnímu posuvu tyčinky nad hladinou skloviny v kelímku. Tyčinka je zavedena 0,5 mm pod hladinu

skloviny jemným posunem s mikrometrickým šroubem, který je od stojanu izolován, neboť slouží jako druhý kontakt signalizačního obvodu. Irisové lamely fotouzávěry, ve kterých je tyčinka uchycena, jsou zapojeny na stejný kontakt jako plíšek na keramické destičce, na který dosedne tyčinka po vnoření o 2 cm. Kontakt tyčinky se sklovinou, lamelami fotouzávěry, nebo plíškem na keramické destičce indikují elektrické stopky, které se po uzavření elektrického obvodu zastaví. Teplota v peci je přesně řízena regulátorem Clare 4, neboť kolísání teploty značně ovlivňuje naměřené hodnoty.

### **Pracovní postup**

Kelímek ze slitiny PtRh obsahující vzorek skla se vloží do pece do pásma konstantní teploty a pec se vyhřejeme na teplotu 1420°C. Tyčinka ze slitiny PtRh se zavěsí za kuličku mezi lamely fotouzávěry. Po dosažení požadované teploty se zapnou elektrické stopky, které se při rozpojeném obvodu rozeběhnou. Nejprve se hrubým a jemným posunem sjede s tyčinkou dolů tak, až se spodní kulička dotkne hladiny skloviny. Tím se uzavře elektrický obvod a stopky se zastaví. Následně se jemným posunem ponoří kulička tyčinky o 5 mm pod hladinu skloviny. Poté se teplota nechá 20 min ustálit a přístroj je připravený k měření.

Při měření odečteme ustálenou teplotu, zapneme stopky a rychlým plynulým pohybem otevřeme lamely fotouzávěry. Tyčinka se začne ponořovat do skloviny, elektrický kontakt s lamelami se přeruší a stopky se rozeběhnou. Po ponoření o 2 cm do skloviny dosedne horní kulička na plíšek kontaktu, elektrický obvod se propojí a stopky se zastaví. Na stopkách se pak odečte s přesností na 0,01s čas, potřebný k ponoření tyčinky o 2 cm do skloviny. Po odečtení je nutné stopky vypnout. Mezi jednotlivými měřeními se tyčinka ze skloviny nevyjímá, pouze se pinzetou opatrně povytáhne ze skloviny tak vysoko, až je možné lamelami fotouzávěry zachytit tyčinku za její horní kuličku. Po 5 minutách, kdy sklovina dostatečně stekla z tyčinky, se měření opakuje. Naměřené časy při jedné teplotě by se od sebe neměly lišit o více jak 0,02s. Poté se sníží teplota o 50°C a čeká se 15 min na ustálení nové teploty. Jakmile jsou časy delší než 2s, tak se při dané teplotě provádí pouze jedno měření a teplota se ustaluje po 20 min. Měření viskozity se provádí při 5 až 6 různých teplotách.

Naměřené hodnoty teploty a času se vloží do programu KING, který na základě předem změřené kalibrační křivky vypočte hodnoty viskozity pro danou teplotu. Program dále zpracuje tyto hodnoty a určí konstanty  $A$  a  $B$  Adrianovy viskozitní rovnice:

$$\log \log \eta = A + B \log T$$

kde  $T$  je termodynamická teplota v K. Program rovněž provede výpočet teploty pro danou hodnotu viskozity.

V protokolu budou uvedeny naměřené a vypočtené hodnoty viskozity včetně vlastní viskozitní křivky a teplot vztažných viskozitních bodů pro viskozity  $\log \eta = 2; 4; 7,65; 13$  a  $14,5$ , které představují technologicky významné teploty tavení, tvarování, Littletonovu teplotu měknutí, horní a dolní chladicí teplotu.