

Referenzmaterialien für die Viskositätsmessung an Glasschmelzen

Die PTB bietet drei Gläser mit unterschiedlichem Viskositäts-Temperatur-Verhalten (VT-Verhalten) an. Das VT-Verhalten dieser Gläser wurde mit einem in der PTB aufgebauten speziellen Rotationsviskosimeter ermittelt. Die Rückführung dieses Rotationsviskosimeters auf das nationale Normal der Viskosität erfolgte unter Zuhilfenahme von Referenzflüssigkeiten. Zusätzlich wurde die Viskositätsmessung mit Hilfe einer ebenfalls in der PTB aufgebauten Fadenziehapparatur mit berührungsloser Erfassung der Dehngeschwindigkeit kontrolliert.

Das **Kalk-Soda-Glas G1** ist im Temperaturbereich von 525 °C bis 1400 °C zertifiziert. Es gilt die Einschränkung, dass Messungen oberhalb 1200 °C erst dann durchgeführt werden, wenn alle Messungen bei tieferen Temperaturen abgeschlossen sind. Dieses Verhalten ist typisch für Kalk-Soda-Gläser und gilt z. B. auch für das Standardglas I der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft, das von dieser Institution bezogen werden kann. Das **Bleiglas G2** ist im Bereich 900 °C bis 1400 °C und das **Hartglas G3** im Bereich 1000 °C bis 1400 °C zertifiziert. Die in der Norm ISO 7884 (12.87) definierten Fixpunkte (keine thermodynamischen Fixpunkte) sind – soweit sie im Zertifizierungsbereich liegen – gemessen worden. Für jedes Referenzglas wurde eine möglichst gut geeignete Ausgleichskurve für das VT-Verhalten ermittelt, der Kalibrierschein enthält außerdem eine VT-Tabelle in 25-K-Schritten und Angaben zur Messunsicherheit.

Hinweis zur Messunsicherheit: Angegeben ist jeweils die erweiterte Messunsicherheit, die sich aus der Standardmessunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor $k=2$ ergibt. Sie wurde gemäß der "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" (ISO, 1995) ermittelt. Der Wert der Messgröße liegt im Regelfall mit einer Wahrscheinlichkeit von annähernd 95 % im zugeordneten Werteintervall.

Daten für das Kalk-Soda-Glas G1:

Temperatur °C	dynamische Viskosität dPa·s	dekadischer Logarithmus der dyn. Viskosität	Temperaturkoeffizient der Viskosität in 10 ⁻² K ⁻¹
525	2,3293·10 ¹³	13,3672	10,07
600	3,1685·10 ¹⁰	10,5008	7,43
700	8,5417·10 ⁷	7,9315	4,65
800	1897700	6,2782	3,11
900	135970	5,1334	2,23
1000	19403	4,2878	1,69
1100	4294,5	3,6329	1,34
1200	1282,9	3,1081	1,08
1300	475,8	2,6773	0,90
1400	207,6	2,3171	0,76
528,9; u _T =1,2	1,585·10 ¹³	13,2	Oberer Kühlpunkt
717,0; u _T =1,0	3,981·10 ⁷	7,6	Littleton-Punkt
1041,0; u _T =1,2	1,000·10 ⁴	4,0	Verarbeitungspunkt

Die obigen Werte wurden aus einer Vogel-Gleichung mit drei Konstanten und einem 5-gliedrigen Korrektionspolynom nach Meurlender berechnet. Die kombinierte Gleichung mit den dazugehörigen Konstanten lautet:

$$\lg \eta = A + \frac{B}{\vartheta - C} - \frac{B}{(\vartheta - C)^2} \sum_{i=1}^5 \left\{ b_i \left(\frac{1000}{\vartheta + 273,15} \right)^{i-1} \right\} \quad \vartheta \text{ in } ^\circ\text{C} \text{ und } \eta \text{ in dPa} \cdot \text{s}$$

mit	$A = -1,485703,$	$b_1 = 604,2458$
	$B = 4472,106$	$b_2 = -2807,975$
	$C = 225,1503$	$b_3 = 4780,683$
		$b_4 = -3537,12$
		$b_5 = 960,6668.$

Die Messunsicherheit der Viskositäts-Temperaturfunktion, ausgedrückt als Unsicherheit der Temperaturangabe u_T beträgt

im Temperaturbereich von 525 °C bis < 1100 °C:	1,5 K
im Temperaturbereich von 1100 °C bis < 1200 °C:	2,7 K
im Temperaturbereich von 1200 °C bis 1400 °C:	4,9 K.

Daten für das Bleiglas G2:

Temperatur °C	dyn. Viskosität dPa·s	dekadischer Logarithmus der dyn. Viskosität	Temperaturkoeffizient der Viskosität in $10^{-2}K^{-1}$
900	35840	4,5543	1,72
1000	7700,8	3,8865	1,37
1100	2226,7	3,3476	1,12
1200	800,2	2,9031	0,93
1300	338,8	2,5299	0,79
1400	162,9	2,2119	0,67
981,3; $u_T=1,5$	10000	4,0	Verarbeitungspunkt

Die obigen Werte wurden mit einer Gleichung nach Sturm mit drei Konstanten berechnet. Die Gleichung mit den dazugehörigen Konstanten lautet:

$$\lg \eta = A - B \cdot \lg \left(1 - \frac{C}{T} \right) \quad T \text{ in K und } \eta \text{ in dPa} \cdot \text{s}$$

mit $A = -1,831803$

$B = 24,27971$

$C = 532,931$.

Die Messunsicherheit der Viskositäts-Temperaturfunktion, ausgedrückt als Unsicherheit der Temperaturangabe beträgt

im Temperaturbereich von 900 °C bis < 1100 °C: 1,8 K

im Temperaturbereich von 1100 °C bis 1400 °C: 3,6 K

Daten für das Suprax-Hartglas G3:

Temperatur °C	dyn. Viskosität dPa·s	dekadischer Logarithmus der dyn. Viskosität	Temperaturkoeffizient der Viskosität in $10^{-2}K^{-1}$
1000	284380	5,4539	1,85
1100	54195	4,7339	1,47
1200	14239	4,1535	1,20
1300	4728,1	3,6746	1,00
1400	1872,8	3,2725	0,85
1230,1; $u_T=2,4$	10000	4,0	Verarbeitungspunkt

Die obigen Werte wurden mit einer Gleichung nach Sturm mit drei Konstanten berechnet. Die Gleichung mit den dazugehörigen Konstanten lautet:

$$\lg \eta = A - B \cdot \lg \left(1 - \frac{C}{T} \right) \quad T \text{ in K und } \eta \text{ in dPa} \cdot \text{s}$$

mit $A = -1,479891$

$B = 21,538$

$C = 666,4888$.

Die Messunsicherheit der Viskositäts-Temperaturfunktion, ausgedrückt als Unsicherheit der Temperaturangabe beträgt

im Temperaturbereich von 1000 °C bis < 1100 °C: 1,5 K

im Temperaturbereich von 1100 °C bis 1400 °C: 2,8 K

Hinweis: Im Temperaturbereich zwischen 800 °C und unterhalb 1000 °C nimmt die Viskosität des Suprax-Hartglases G3 mit der Zeit zu, wenn es über viele Stunden oder länger in diesem Bereich gehalten wird. In einem Zeitraum von bis zu 5 Stunden in diesem Temperaturbereich wurde keine Viskositätsänderung beobachtet. Als Ursache für dieses Verhalten ist Entglasung nachgewiesen. Durch Erhitzen der Schmelze auf 1300 °C oder höher kann dieser Vorgang rückgängig gemacht werden.

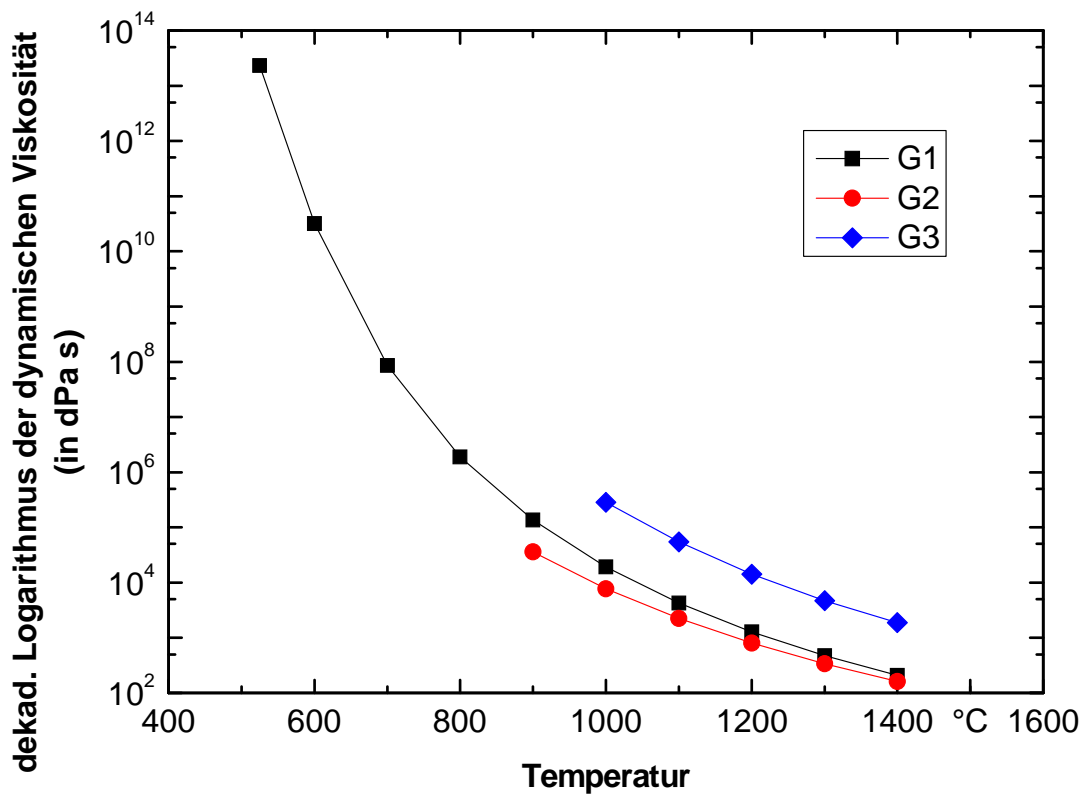


Abb. 1: Temperaturabhängigkeit der dynamischen Viskosität der drei Referenzmaterialien G1, G2 und G3.

Weitergehende Informationen finden Sie in

Norbert Böse, Günther Klingenberg, Gustav Meerlender

Viscosity measurements of glass melts – Certification of reference material

Glastech. Ber. Glass Sci. Technol. 74 (2001) 115 - 126

Die Referenzgläser werden in Stücken von etwa 500 g (450 g bis 550 g) abgegeben, die Kosten betragen etwa 307,50 € pro Stück.

Diese Kosten werden nach der Kostenverordnung für Nutzleistungen der PTB erhoben und entsprechend dem durchschnittlichen Arbeitsaufwand berechnet, der für die Bereitstellung, die Viskositätsbestimmung und die Abgabe der Referenzgläser notwendig ist.

Zusätzlich wird eine Versandkostenpauschale erhoben. Diese beträgt für das erste Referenzglas bei Versendung innerhalb Deutschlands 10 €, bei Versendung innerhalb der EU 25 €, sonst 40 €, für jedes weitere Glas erhöht sich die Pauschale um 5 €.

Anfragen richten Sie bitte an:

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Arbeitsgruppe 3.32 „Flüssigkeitseigenschaften“
Postfach 33 45
38023 Braunschweig**

**Telefon: 0531 592-3320 (Dr. Henning Wolf)
Telefax: 0531 592-693320 oder 0531 592-3305
E-Mail: Henning.Wolf@PTB.DE**