

Laboratorní a výpočetní technika

ZKUŠENOSTI S PENETRAČNÍM VISKOZIMETREM

PETR EXNAR, MARCELA HRUBÁ, JOSEF UHLÍŘ, JAN VOLDÁN

Státní výzkumný ústav sklářský, Škroupova 957, 501 92 Hradec Králové

Došlo 3. 4. 1979

Byl postaven penetrační viskozimetr a byly na něm odzkoušeny válcovité a polokulovité indenty. Prokázalo se, že při použití polokulovitých indenterů, na rozdíl od válcovitých indenterů, metoda poskytuje absolutní hodnoty viskozity, jak bylo ověřeno na řadě standardních skel. Metoda je použitelná v rozsahu 10^8 až 10^{13} dPa . s.

ÚVOD

Princip penetračního viskozimetru i jeho praktického použití pro měření viskozity skloviny jsou známy již přes 25 let [1]. Přestože v posledních patnácti letech je této metodě měření viskozity věnována zvýšená pozornost, dosud se významnějším způsobem nerozšířila.

Metoda je založena na sledování časové závislosti hloubky pronikání penetračního tělíska do skloviny při konstantním zatížení. Penetrační tělísko má zpravidla tvar jednoduchých geometrických těles — válce [2]—[9], hranolu [8], kužele [2], [8] a polokoule [1], [2], [7], [10], [11]. Systematickým studiem použitelnosti různých tvarů penetračních tělísek se zabývali Brückner a Demharter [2]. Na základě kritického rozboru a praktického ověření dospěli k závěru, že polokulovité tělísko na rozdíl od válcovitého a kuželovitého, lze použít pro absolutní měření viskozity. Hlavní příčinou odchylek, zjištěných při použití kuželovitého a válcovitého penetračního tělíska, spatřovali v rozdílném geometrickém profilu tělíska a příslušného vtisku. Jedině pro polokulovité tělísko se tvar tělíska a vtisku optimálně shoduje, dokonce i při různě zvolené hloubce průniku.

Nemilov [8] odvodil teoretické vztahy pro penetraci válcovitého a kuželovitého tělíska do skloviny. Na základě experimentálních výsledků ověřil použitelnost válcovitého tělíska. Polokulovité penetrační tělísko však bez bližšího zdůvodnění nedoporučil.

Z dalších prací je třeba uvést Heynese a Rawsona [10], Douglase a kol. [11] a Baltu a kol. [6], [7]. Všichni tito autoři dospěli na základě experimentálních ověření k závěru, že penetrační viskozimetr s polokulovitým penetračním tělískem lze použít k přesnému měření viskozity.

Na našem přístroji jsme proto vyzkoušeli oba hlavní geometrické tvary penetračních tělísek — válec a polokouli.

TEORETICKÁ ČÁST

Vztah pro válečový indentor

Při odvození rovnice pro penetraci válečku do viskózního tělesa jsme vycházeli z Navierovy—Stokesovy rovnice. Konečný výraz však obsahuje i korekční faktor C , který zahrnuje vliv všech zjednodušení a zavedených předpokladů, a proto jde pouze o poloempirický vztah.

$$\eta = C \cdot \frac{16F}{3\pi r v}, \quad (1)$$

η — viskozita [Pa · s], C — korekční faktor [1], F — aplikované zatížení [N], r — poloměr válečku [m], v — rychlost penetrace [ms^{-1}]. Podrobné odvození je uvedeno v práci Hrubé [12].

Obdobné vztahy použili i někteří jiní autoři [2]—[4], [8], [9]. Složitější výpočtové vztahy, použité Kelleyem [5] nebo Baltou a kol. [6], [7], se podle autorů údajně osvědčily, mají však také různá omezení a jsou pouze semiempirické.

Odvození vztahů pro polokulovitý indentor

Stručné odvození výpočetního vztahu bylo uvedeno v práci Douglase a kol. [11]. Teoreticky odvozená rovnice neobsahuje žádnou konstantu přístroje a je odvozena bez výrazně zjednodušujících předpokladů, jde tedy o vztah pro výpočet absolutní hodnoty viskozity.

Jestliže jsou dvě elastické koule stlačeny na dotyk, lze dokázat [13], že posun u ve vzdálenosti b od středu plošky dotyku (obr. 1) je dán vztahem

$$u = (k_1 + k_2) \frac{9\pi^2}{4a} (2a^2 - b^2), \quad b \leq a, \quad (2)$$

kde

$$k_1 = \frac{1 - \nu_1^2}{\pi E_1}; \quad k_2 = \frac{1 - \nu_2^2}{\pi E_2},$$

E — Youngův modul, ν — Poissonova konstanta, q — maximální tlak — $3F/2\pi a^2$, F — aplikovaná síla, a — poloměr kruhu dotyku.

Uvažujeme-li posun ve středu dotyku ($b = 0$), ztotožní se posun u s posunem indentoru l , vtlačovaného do skloviny. Pro případ dokonale tuhé koule (indentor) je $k_1 = 0$ a pro l vychází (po úpravě) vztah

$$l = k_2 \frac{q\pi^2}{2} a. \quad (3)$$

V případě skla uvažujeme dokonale nestlačitelnou kouli o nekonečně velkém poloměru ($\nu = 0,5$). Za těchto předpokladů přejde rovnice (3) na tvar

$$l = \frac{9F}{16aE_2}. \quad (4)$$

V případě newtonovského toku je rychlost deformace úměrná aplikované síle. Z teorie viskoelastivity [14] platí

$$\sigma_x - \frac{1}{3}(\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) = 2\eta \frac{d\varepsilon_x}{dt}, \quad (5)$$

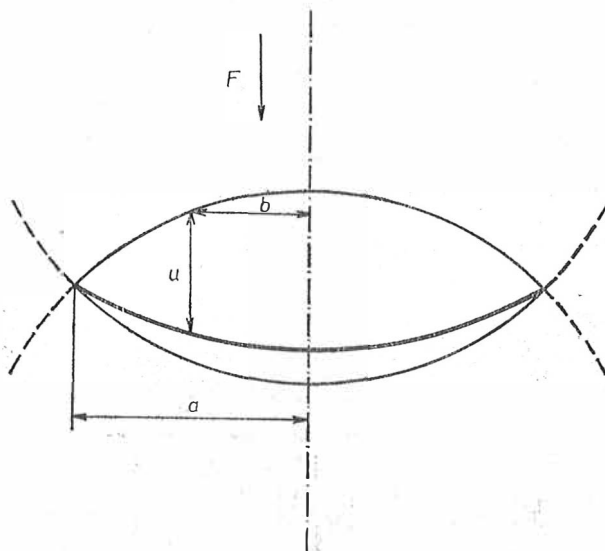
$\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$ — napětí ve směru osy x, y a z , vyvolaná aplikovanou silou, ε_x — deformace, t — čas.

Při zatížení jen ve směru osy x je $\sigma_y = 0, \sigma_z = 0$ a výraz (5) přejde na tvar:

$$\sigma_x = 3\eta \frac{d\varepsilon_x}{dt}. \quad (6)$$

Aplikací Hookova zákona dojdeme k výrazu

$$\frac{d\varepsilon_x}{\varepsilon_x} = \frac{E}{3\eta} dt. \quad (7)$$



Obr. 1. Schematický náčrtek stlačení dvou elastických koulí. (Vysvětlivky jsou uvedeny v textu).

Výraz $d\varepsilon_x/\varepsilon_x$ je vlastně relativní posun dl/l a spojením rovnice (4) a (7) a úpravou získáme závislost rychlosti penetrace na viskozitě ve tvaru

$$\frac{dl}{dt} = \frac{3F}{16a\eta}. \quad (8)$$

Dále platí $a = \sqrt{l(2R - l)}$, kde R je poloměr polokoule. Dosazením tohoto výrazu do rovnice (8) dostaneme tvar pro konečnou integraci

$$\frac{dl}{dt} = \frac{3F}{16\eta} \cdot \frac{1}{\sqrt{l(2R - l)}}. \quad (9)$$

Pro zjednodušení integrace se často předpokládá, že $R \gg l$, a pak rovnice (9) přejde na lehce integrovatelný vztah, jehož výsledkem je po úpravě konečný výraz pro penetraci polokulovitého tělíska do viskózního prostředí

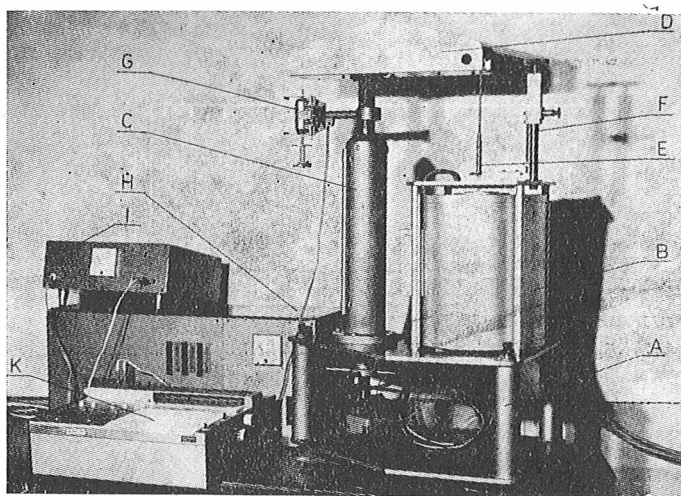
$$\eta = \frac{9}{32\sqrt{2R}} \cdot \frac{Ft}{l^{1/2}}. \quad (10)$$

Bez výše uvedeného zjednodušení je integrace obtížná a získáme složitý vztah, nevhodný pro praktické výpočty. Numerickým porovnáním bylo zjištěno, že rozdíl ve vypočítané viskozitě podle zjednodušeného postupu integrace a úplného výrazu je dostatečně malý, aby mohl být zanedbán. Pro nejvyšší používanou citlivost (penetrace do hloubky 0,05 mm při $R = 1,5$ mm) činí rozdíl 0,51 % a se zvyšováním hloubky penetrace roste až na 5,21 % (hloubka penetrace 0,5 mm při $R = 1,5$ mm). Tato chyba je však stále podstatně menší než chyba stanovení teploty.

POPIS PŘÍSTROJE

Celkový pohled na přístroj je na obr. 2. Na masivním ocelovém podstavci (A) je umístěna vertikální elektrická odporová pec (B) a výsuvný ocelový sloupek (C), nesoucí vahadlo (D). Na jednom rameni vahadla je zavěšena penetrační sonda (E), držaná v požadované poloze pomocí spouštěcího zařízení (F). Na druhém rameni vahadla je zavěšen inдуктивní snímač (G). Teplota v peci je nastavována a regulována regulátorem teploty (H) s přenosem PID. Induktivní snímač má napájecí zdroj a zesilovač (I), výstupní napětí inдуктивního snímače je demodulováno a zapisováno jako funkce času dvoukřivkovým potenciometrickým kompenzačním zapisovačem Servogor 2S (K).

Mechanická část přístroje je schematicky znázorněna na obr. 3.



Obr. 2. Celkový pohled na přístroj. (Vysvětlivky jsou uvedeny v textu).

Centrální část vertikální elektrické odporové pece tvoří keramický žárovzdorný válec (11), jehož středem prochází keramická trubka (7) s navinutou topnou spirálou (20). Od vinutí pece je vyveden řídicí termočlánek Pt-PtRh (21). Otvorem ve spodní části pece je otočně uložen keramický trn (10) natmelený do kovové objímky (14), nesoucí misku (9) s měřeným vzorkem (22). Trn je upevněn k podstavci (30) přírubou (12) se šrouby (13).

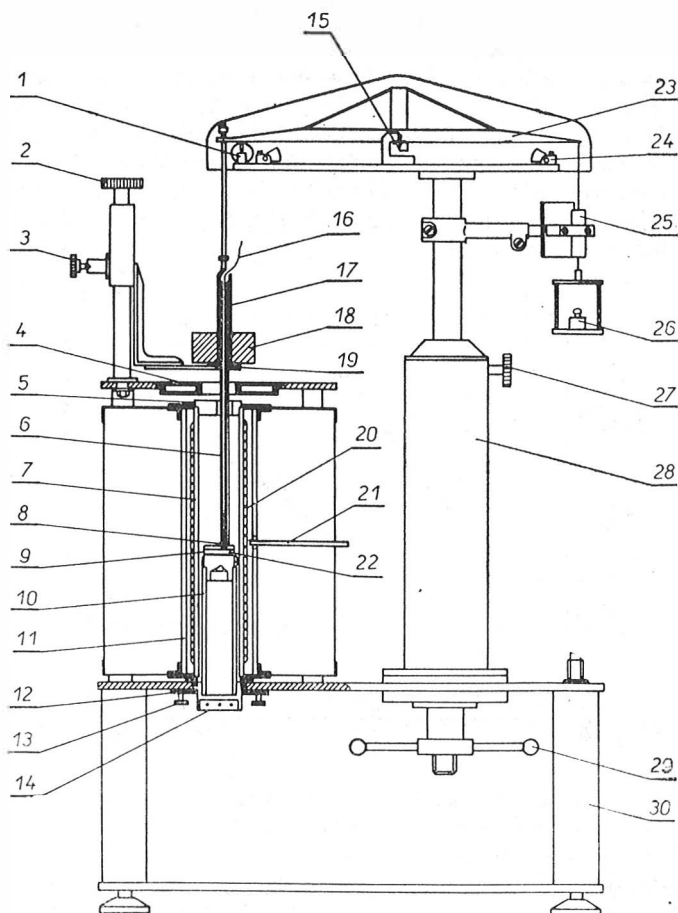
Nad pecí je umístěn měděný kruhový chladič (4), keramické víčko s otvorem (5) a stativ zařízení pro plynulé spouštění penetrační sondy, sestávající z rýhované

matice posuvu (2), odklopné opěrné plošky (19) a aretační západky (3). Penetrační sonda (6) se skládá z křemenné trubky, která je v horní části zatmelena do kovové objímky (17) s nákrůžkem pro uložení závaží (18). Na spodní část trubky je přitmeleno kovové penetrační tělísko (8), do jehož váleovitého nebo polokulovitého hrotu je bodově přitaven měřicí termočlánek (16).

Do kovové objímky (17) je zašroubován kovový hrotový závěs a celá sonda (6) je zavěšena na jedno rameno vahadla (23). Pro aretaci vahadla slouží sklopné opěrky (24), vyvážení sondy se kontroluje pomocným zařízením (1).

Vertikální pohyb vahadla zajišťuje ruční kolo (29). Induktivní snímač (25), jehož železné jádro je na jednom konci zavěšeno pomocí kovového vlákna na druhé rameno vahadla, je upevněn objímkou k nosné tyči vahadla, posuvně uložené ve stojanu (28) s aretačním šroubem (27).

Na druhém konci jádra snímače je zavěšena ploška pro závaží (26), které vyrovnává hmotnost penetrační sondy. Vahadlo je uloženo v pružinovém kloubu (15) se dvěma páry zkrřížených pružin.



Obr. 3. Schéma přístroje. (Vysvětlivky jsou uvedeny v textu).

OVĚŘENÍ PLATNOSTI VÝPOČETNÍCH VZTAHŮ

Válcovitý indentor

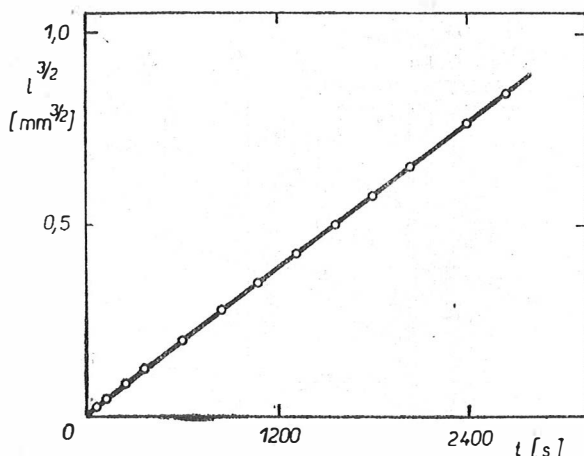
K ověření výpočetního vztahu byla použita optická skla SF-4 a ZK-5. Při měření se postupovalo tak, že se při různém zatížení a při různých teplotách odečetla rychlost penetrace z lineární části průběhu časové závislosti hloubky penetrace. Závislost rychlosti penetrace na zatížení byla lineární. Hodnoty kalibračního faktoru C se však pro obě použítá skla natolik lišily ($C_{\text{ZK-5}} = 0,25$; $C_{\text{SF-4}} = 0,05$), že nelze předpokládat použitelnost zjištěné hodnoty faktoru C pro jiné sklo, než pro které byl tento faktor stanoven.

Tato nesrovnalost je pravděpodobně způsobena rozdílným tvarem vpichu a rozdílným chováním povrchu indentoru k různým sklovinám. S ohledem na lepší výsledky při použití polokulovitého indentoru, které jsme získali později, jsme se dále problematikou válcového indentoru nezabývali.

Polokulovitý indentor

Platnost teoreticky odvozeného výpočetního vztahu (10) byla ověřována na řadě skel různorodého chemického složení i různého viskozitního chování: SF-4 (vysoce olovnaté optické sklo), ZK-5 (zinečnaté korunové optické sklo), brýlové sklo (sodnovápenatokřemičité sklo) a F 5/20 (složitě alkalickokřemičité sklo).

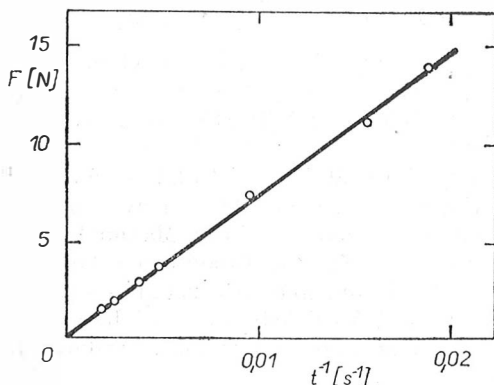
Vztah (10) ukazuje lineární závislost mezi mocninou hloubky penetrace $l^{3/2}$ a časem t . Z provedených měření jsme náhodně vybrali několik, u nichž bylo zjištěno, že lineární závislost platí právě pro mocninu $l^{2/3}$, což je znázorněno na obr. 4. Tím se potvrdila platnost vztahu (10).



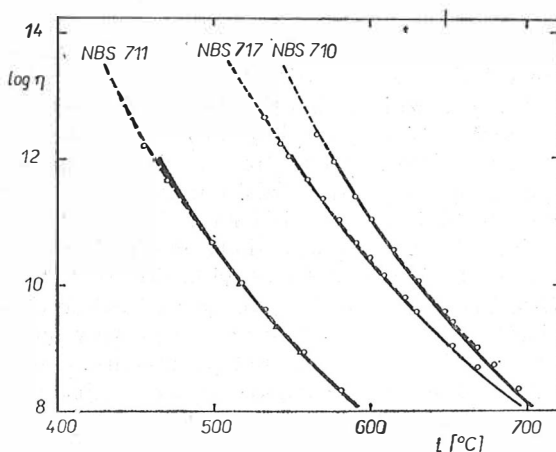
Obr. 4. Ověření lineární závislosti mezi mocninou hloubky penetrace $l^{3/2}$ a časem t (sklo SF-4, indentor průměr 3 mm, teplota 509 °C).

Vztah mezi zatížením a dobou penetrace lze linearizovat vynesáním reciproké hodnoty času proti zatížení (pro konstantní hloubku penetrace). Tento předpoklad se také při zkouškách plně potvrdil (obr. 5).

Vliv změny průměru indentoru byl ověřen na sklech ZK-5 a na standardu NBS 711. Výsledky získané při použití indentorů s průměrem 2 mm a 3 mm se vzájemně liší maximálně o 2,5 °C. Tento rozdíl může být připsán chybě použitých termočlánků. Pro standard NBS 711 je srovnání výsledků měření s indentorem o průměru 2 mm a 3 mm uvedeno na obr. 6.



Obr. 5. Závislost doby penetrační zatížení indentoru na reciproké hodnotě pro konstantní hloubku penetrační 0,25 mm (brýlové sklo, indentor průměr 3 mm, teplota 620 °C).



Obr. 6. Porovnání experimentálních hodnot s hodnotami $\log \eta$ pro standardní sklo NBS 710, 711 a 717. (Vysvětlivky: $\circ$ 3 mm indentor; $\triangle$ 2 mm indentor; — průběh podle VFT certifikátu; --- průběh podle VFT z práce Napolitana a kol. [18]).

Pro zjednodušení praktických výpočtů byl postup upraven tak, že byl z penetračních křivek odečten čas pro určité hloubky penetrační (0,05 mm; 0,10 mm; 0,25 mm nebo 0,50 mm). Po dosazení těchto hloubek penetrační do teoretického vzorce (10) se vztah zjednodušil na výraz

$$\eta = K F t, \quad (11)$$

kde

$$K = \text{konstanta} = \frac{9}{32\sqrt{2R}} \cdot \frac{1}{l^{3/2}},$$

$$[\eta] = \text{Pa} \cdot \text{s}, \quad [F] = \text{N}, \quad [R] = \text{m},$$

$$[K] = \text{m}^{-2}, \quad [l] = \text{s}, \quad [l] = \text{m}.$$

Tato úprava postupu výrazně zrychlí výpočty bez vlivu na přesnost.

Pro závěrečné ověření pracovního postupu jsme na penetračním viskozimetru proměřili viskozitu standardních skel NBS 710, 711 a 717, která jsou přímo určena ke kalibraci viskozimetrů.

Porovnání našich experimentálních výsledků s údaji certifikátů [15]–[17] a nového proměření Napolitanem a kol. [18] je uvedeno na obr. 6. Ze srovnání vyplývá velmi dobrá vzájemná shoda výsledků. Maximální odchylka našich měření proti údajům certifikátů nebo měřením Napolitana a kol. (v oboru platnosti jimi uvedených Vogel—Fulcher—Tammannových vztahů — dále jen VFT vztahů) je $\pm 3,5^\circ\text{C}$ s tím, že rozdíly mezi údaji jednotlivých laboratoří, ze kterých byly vypočítány VFT vztahy certifikátů, dosahují v oblasti viskozit 10^8 – 10^{12} dPa . s také $\pm 3,5^\circ\text{C}$.

ROZSAH A PŘESNOST METODY

Možný rozsah měření viskozity na penetračním viskozimetru je dán technickými podmínkami.

Pro použitý přístroj je v rozmezí 10^7 až 10^{13} dPa . s, tj. přes 6 řádů. Pro běžná měření lze použít interval $10^{8,5}$ až $10^{12,5}$ dPa . s, tj. přes 4 řády. V oblasti vysokých viskozit (nad $10^{12,5}$ dPa . s) omezuje možnost měření požadavek dlouhodobé stability všech přístrojů. Doba měření se zde pohybuje mezi 30 až 60 minutami s přístroji na nejcitlivějších rozsazích. Tuto nevýhodu lze částečně kompenzovat větším zatížením, přitom se však začne projevovat další omezující vliv — relaxační efekty. Doba působení těchto efektů je silně závislá na viskozitě. Podle výpočtů i podle praktického ověření Simmonse a kol. [19] je doba působení těchto efektů při viskozitě 10^{11} dPa . s přibližně 0,1 minuty, ktežto při viskozitě 10^{13} dPa . s trvají až 10 minut. Tato doba je při zatížení, které používáme, dostatečně krátká proti době měření (0,5 min. resp. 50 min.), takže se tento efekt projeví pouze v počáteční fázi měření posunem celé křivky na zapisovači, to se však při našem způsobu vyhodnocování negativně neprojeví. Analýzou penetračních křivek nebyly zjištěny ani při vysokých viskozitách žádné výrazné odchylky v jejich průběhu, které by mohly ovlivnit výsledky měření.

V oblasti viskozit 10^7 až $10^{8,5}$ dPa . s byla použitelnost přístroje ověřena na skle speciálního složení, označeném F 5/20. Výraznou vlastností tohoto skla je, že nesmáčí AKC ocel ani při teplotách odpovídajících viskozitě 10^7 dPa . s. Běžná skla se začínají lepit na penetrační tělísko z AKC oceli již při teplotách odpovídajících viskozitě 10^9 dPa . s, což při nižších viskozitách znemožňuje měření. Pro sklo F 5/20 se objevily odchylky od průběhu viskozity podle Vogel—Fulcher—Tammannova vztahu až při viskozitách pod $10^{7,3}$ dPa . s. Pod hranici 10^7 dPa . s znemožnila další měření nedostatečná citlivost vahadla na malé rozdíly zatížení.

Tato univerzálnost metody je dána možností měnit podmínky při sledování penetrace (čas, zatížení, hloubky penetrace) v širokých mezích.

Rozborem přesnosti měření bylo zjištěno, že největší chybou je zatíženo stanovení teploty. Mimo systematické chyby termočlánku byla vypočítána celková teoretická chyba měření (z přesnosti jednotlivých přístrojů a operací) pro sklo ZK-5. V měřeném rozsahu je to $\pm 8\%$ hodnoty viskozity při viskozitě $10^{8,5}$ dPa . s (což v této oblasti odpovídá rozdílu teploty $\pm 1,4^\circ\text{C}$) až $\pm 17\%$ při viskozitě 10^{13} dPa . s (což odpovídá rozdílu teploty $\pm 1,3^\circ\text{C}$). Tyto hodnoty jsou větší než zjištěné směrodatné odchylky viskozity při výpočtu konstant Vogel—Fulcher—Tammannovy rovnice z experimentálních hodnot (tabulka I).

Tabulka I

Konstanty Vogel—Fulcher—Tammannovy rovnice, vypočítané z experimentálních hodnot, platné pro rozsah teplot, odpovídajících viskozitám 10^8 — 10^{13} dPa . s

Sklo	A	B [°C]	T_0 [°C]	Směrodatná odchylka ($\Delta \log \eta$)
SF-4	—8,526	9151,64	8,7	0,043 ^b
ZK-5	—2,207	4379,85	176,2	0,035 ^{a, b}
brýlové sklo	—1,559	4344,79	243,4	0,033
F 5/20	—5,443	4882,41	189,8	0,019
Standard NBS 710	—4,278	6709,31	162,7	0,010
Standard NBS 711	—4,721	7095,04	36,3	0,045 ^a
Standard NBS 717	—6,909	10495,89	—5,9	0,022

Poznámky: a — různé indentory; b — pokusná stanovení Vogel-Fulcher-Tammannova rovnice:

$$\log \eta = A + \frac{B}{\tau - T_0},$$

$[\eta]$ v $\log \eta$ má rozměr dPa . s, τ — teplota ve $^\circ\text{C}$, A, B, T_0 — konstanty.

ZÁVĚR

Penetrační viskozimetr s polokulovitým penetračním tělískem je vhodný pro měření viskozity skel v rozsahu 10^8 — 10^{13} dPa . s. Použití válcovitého tělíska se neosvědčilo. Proti jiným metodám měření viskozity v této oblasti má řadu výhod. Metoda je jednoduchá a dosti přesná ($\pm \Delta \log \eta = 0,05$ až $0,10$), nevyžaduje složitou přípravu vzorku (leštěné kolečko skla o průměru 30 mm) a je poměrně rychlá. Měření při jedné teplotě i s teplotní stabilizací vzorku trvá asi 2 hodiny. Další velkou výhodou je skutečnost, že na jednom vzorku lze provést větší počet měření (až 16 měření), což umožňuje sledovat časové závislosti viskozity při konstantní teplotě při studiu kinetiky krystalizace a odmísení skel.

Kladem metody jsou absolutní výsledky měření bez nutnosti kalibrace přístroje a zavádění korekcí.

Autoři děkují Ing. Františku Beránkovi za cenné rady a připomínky k teoretickému odvození výpočetních vztahů.

Literatura

- [1] Cox S. M.: J. Sci. Instrum. 20, 113 (1943).
- [2] Brückner R., Demharter G.: Glastechn. Ber. 48, 12 (1975).
- [3] Slavjanskij V. T., Krestnikova E. N., Borejko V. M.: Steklo i keramika 19, [11] 18 (1962).
- [4] Kljujev V. P., Sachov V. B.: Stěklo VNIIS 2, 106 (1967).
- [5] Kelley J. E., Roberts T. D., Harris H. M.: US Department of the Interior, Bureau of Mines, 1964, RI 6358.
- [6] Balta P., Dobrescu V.: Industria usoara 16, 539 (1969).
- [7] Balta P., Dinulescu M., Biale M.: Industria usoara 20, 744 (1973).
- [8] Nemilov S. V.: Fiz. Chim. stekla 3, 148 (1977).
- [9] Nemilov S. V., Petrovskij G. T.: Ž. prikl. chim. 36—1, 222 (1963).
- [10] Heynes M. S. R., Rawson H.: Phys. chem. Glasses 2, 1 (1961).
- [11] Douglas R. W. a kol.: Glass Technol. 6, 52 (1965).
- [12] Hrubá M.: *Měření skla penetrační metodou*. (Závěrečná práce postgraduálního studia.) KTS VŠCHT, Praha 1975.
- [13] Timošenko S. P., Goodier J. N.: *Teorija uprugosti*, str. 413. Izd. Nauka, Moskva 1975.
- [14] Boley B. A., Weiner J. H.: *Theory of thermal stresses* (ruský překlad: Teorija temperatur-nych napraženij, str. 393. Izd. „Mir“, Moskva 1964.
- [15] NBS certificate of viscosity values: Standard Sample No. 711. National Bureau of Standards, 1964.
- [16] NBS certificate of viscosity values: Standard Sample No. 710. National Bureau of Standards, 1962.
- [17] NBS certificate of viscosity values: Standard Sample No. 717. National Bureau of Standards, 1969.
- [18] Napolitano A. a kol.: J. Res. Nat. Bur. Stand. 78 A, 323, (1974).
- [19] Simmons J. H. a kol.: NBS Technical Note 792, US Department of Commerce NBS, 1973.

ОПЫТ С ПЕНЕТРИРУЮЩИМ ВИЗКОЗИМЕТРОМ

Петр Экснар, Марцела Груба, Йозеф Углириш, Ян Вольдан

Государственный научно-исследовательский институт стекла, Градец Кралове

Собрали пенетрирующий вискозиметр с индуктивным датчиком глубины пенетрации. В работе приводится подробное описание прибора (рис. 2, 3) и теоретическое выведение отношения для полушарикового индентора. При практическом контроле теоретически выведенных отношений (рис. 4, 5) показалось, что при применении полушариковых инденторов метод дает абсолютные величины вязкости. Применение цилиндрических инденторов не оправдалось. Измерили семь видов стекол разного химического состава, из которых три являются международными стандартами вязкости (NBS 710, 711, 717). Отличное согласие нами полученных результатов с данными сертификата приводится на рис. 6.

Прибор использовали в области вязкостей 10^8 — 10^{13} д Па . с с точностью $\pm \Delta \log \eta = 0,05$ — $0,10$. Преимущества метода заключаются в том, что приготовление образцов весьма просто, измерение незамедлительно и на одном образце можно провести 8—16 измерений. Таким образом дана возможность проводить исследования зависимости вязкости при постоянной температуре, исследуя кинетику кристаллизации и ликвации стекол.

Рис. 1. Схематическое изображение сжатия двух эластических шариков.

Рис. 2. Общий вид прибора.

Рис. 3. Схема прибора.

Рис. 4. Контроль линейных зависимостей между степенью глубины пенетрации $h^{3/2}$ и временем t (стекло SF-4, индентор сечением 3 мм, температура 509 °C).

Рис. 5. Зависимость от обратной величины времени пенетрации нагрузки индентора для постоянной глубины пенетрации 0,25 мм (оптическое стекло для очков, индентор сечением 3 мм, температура 620 °C).

Рис. 6. Сопоставление экспериментальных величин с величинами $\log \eta$ для стандартного стекла NBS 710, 711 и 717. Примечания: ○ индентор сечением 3 мм, Δ индентор сечением 2 мм, — — — ход согласно VFT сертификату; — — — ход согласно VFT по работе Нанолитана и сопр. [18].

EXPERIENCE WITH THE PENETRATION VISCOSIMETER

Petr Exnar, Marcela Hrubá, Josef Uhlíř, Jan Voldán

State Glass Research Institute, Hradec Králové

A penetration viscosimeter with an induction penetration depth scanner was constructed. The paper presents a detailed description of the apparatus (Figs. 2, 3) as well as a theoretical derivation of the relationship for the hemispherical indenter. Practical verification of these theoretical relations (Figs. 4, 5) showed that the method yields absolute viscosity values when using the hemispherical indentors. Application of cylindrical indentors was not satisfactory. Seven glasses of various chemical compositions were measured, among which three were international viscosity standards (NBS 710, 711, 717). The very satisfactory agreement of our results with the standard data is indicated by Fig. 6.

The apparatus was used in the viscosity range of 10^8 to 10^{13} dPa s with an accuracy of $\pm \Delta \log \eta = 0.05$ to 0.10 . The method exhibits considerable advantages in that the sample preparation is very simple, the measurement is comparatively rapid and 8 to 16 measurements can be executed with one sample. This allows the time dependence of viscosity at constant temperature to be determined when studying the kinetics of crystallization and phase separation of glasses.

Fig. 1. Schematic diagram of the compression of two elastic spheres.

Fig. 2. Overall view of the apparatus.

Fig. 3. Schematic diagram of the apparatus.

Fig. 4. Verification of the linear dependence of penetration depth $h^3/2$ on time t (glass SF-4, indenter diameter 3 mm, temperature 509 °C).

Fig. 5. Indenter loading vs. reciprocal time of penetration for constant penetration depth of 0.25 mm (spectacle glass, indenter diameter 3 mm, temperature 620 °C).

Fig. 6. A comparison of experimental values with the $\log \eta$ values for standard glasses NBS 710, 711 and 717; $\circ$ dia. 3 mm indenter; $\triangle$ dia. 2 mm indenter; — course according to VFT standard; - - - course according to VFT by Napolitano et al. [18].