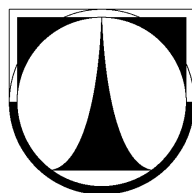


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ



**VZTAH REOLOGICKÝCH PARAMETRŮ
A MODELŮ TVAROVÁNÍ SKLA**

DISERTAČNÍ PRÁCE

MARIE VÍTOVÁ

Počet výtisků: 5
Číslo výtisku: 1
Počet stran: 98

Autor: Ing. Marie Vítová
Studijní program: 2302V Stroje a zařízení
Studijní obor: 2302V010 Konstrukce strojů a zařízení
Pracoviště: Technická univerzita v Liberci
Fakulta strojní
Katedra sklářských strojů a robotiky
Školitel: doc. Ing. František Novotný, CSc.

© Ing. Marie Vítová – 2008

Poděkování:

Na úvod své disertační práce bych ráda poděkovala všem lidem, bez kterých by tato práce nevznikla. Především děkuji mému školiteli doc. Ing. Františku Novotnému, CSc. za trpělivost, odbornou pomoc a cenné připomínky v rámci celé práce a dále Ing. Ivo Matouškovi, PhD. za poskytnuté know-how převážně z oblasti numerické simulace. Také děkuji Ing. Tomáši Pekárkovi za obětavou asistenci při častém rutinním seřizování laboratorního pracoviště.

Mojí milou povinností je též poděkovat svým rodičům za nejen morální podporu během celého studia, sestře Zdeničce za korekturu textu a v neposlední řadě mé dík patří příteli Michalovi obzvláště za pomoc při závěrečných úpravách.

RESUMÉ

Předložená disertační práce se zabývá problematikou hodnocení reologických vlastností základních běžně aplikovaných typů sklovin v definovaném rozsahu viskozit a rychlostí lisování. Získané reologické charakteristiky jsou v následující fázi implementovány do materiálového konečnoprvkového modelu tvarování skla.

Úvodní část práce byla věnována rozboru deformačního chování skloviny, který zahrnuje ve vazbě na různé reologické modely popis tohoto chování konstitutivními vztahy. Byly analyzovány výstupy publikované v odborné literatuře a metody používané pro identifikaci reologických vlastností. Na tomto základě byla navržena experimentální metoda umožňující identifikaci visko-elastických parametrů zvolených sklovin (24% olovnatý křišťál, sodno-draselná sklovina, čirá sklovina float a zelená obalová sklovina). Za účelem realizace experimentů bylo posléze vytvořeno a odladěno speciální laboratorní pracoviště. Získané materiálové charakteristiky byly použity pro popis visko-elastického chování skloviny při tvorbě výpočetního modelu.

Provedený výzkum byl omezen na tvarování geometricky jednoduchých vzorků (skleněných válečků) v rozsahu viskozit $10^7 - 10^{10}$ Pa s - pomocí metody stlačování válečku mezi rovnoběžnými rovinnými lisovacími nástroji. Tvarovací proces byl výrazně zjednodušen oproti reálné strojní výrobě skla, lisování skloviny probíhalo za izotermických podmínek pecní atmosféry a obou lisovacích čelistí.

Kromě obecné analýzy tvarovacího cyklu jsou v práci podrobně diskutovány faktory ovlivňující lisovací proces. Prostřednictvím rozsáhlých laboratorních měření byla stanovena kritická rychlost lisování v průběhu tvarovacího procesu, která má za následek vznik axiálních trhlin ve stlačované sklovině. Dále byla stanovena kritická rychlost deformace iniciující vývoj nenewtonského chování skloviny během tvarování.

Akcent byl položen na analýzu experimentálně zjištěné silové odezvy a vyhodnocení reologických charakteristik během jednotlivých fází stlačení. Nejprve byla vyhodnocována elastická odezva v počáteční fázi stlačení skleněných vzorků a dále sledována oblast viskózního toku skloviny. Charakteristiky viskózní odezvy byly následně použity pro realizaci zpřesněného numerického modelu vytvořeného na platformě MKP.

Realizované simulace testovaných sklovin byly konfrontovány s jejich experimentálními výstupy. Užitý lineární model (MKP) ukázal poměrně dobrou shodu s naměřenými daty především v případě, že tvarovací cyklus probíhal na dolní hranici zvoleného viskozitního intervalu a při velmi nízkých rychlostech lisování, kde lze v souladu s aplikovaným numerickým modelem považovat sklovinu za viskózní kapalinu. V souvislosti s tímto poznatkem lze konstatovat, že zohlednění elastické složky nabývá na důležitosti v průběhu celého tvarovacího cyklu, nejen v počáteční fázi stlačení, a její význam roste s rostoucí lisovací rychlostí.

Klíčová slova: sklovina, reologické vlastnosti, tvarování skloviny, numerická simulace, MKP

RESUME

The PhD thesis submitted deals with an assessment of rheological properties of basic, commonly used glass melts within the defined range of viscosities and pressing rates. Subsequently, rheological characteristics obtained are implemented into a material model of glass forming based on finite elements.

The work introductory part is focused on an analysis of the glass melt deformation behavior. Connected with different rheological models, the analysis describes this behavior by constituent relationships. Results published as well as method identified rheological properties were analyzed. Based on this analysis an experimental method was devised allowing viscous-elastic parameters of the glass melts chosen (24% lead crystal, soda potash glass, clear float glass and green container glass) to be identified. With a view to carrying out experiments a special laboratory were built and adapted. Creating a computational model, the material characteristics obtained were used for a description of the glass melt viscous-elastic behavior.

The research was limited to forming of geometrically simple samples (glass cylinders) within the viscosity range between 10^7 and 10^{10} Pa s using the method of the cylinder compression between parallel flat pressing tools. The forming process was simplified substantially compared with the real machine glass production. The glass melt was pressed under isothermal conditions of the furnace atmosphere and both pressing jaws.

Besides the forming cycle generic analysis the work discusses in detail factors influencing the forming process. By means of extensive laboratory measurements a critical pressing rate was determined due to axial cracks occur in the glass melt compressed. Furthermore, a critical deformation rate was determined initiating a profile of the glass melt non-Newtonian behavior during the forming process.

The accent was put on the analysis of the force response found experimentally as well as on rheological characteristics evaluation during particular compression phases. First, the elastic response was evaluated at the starting phase of glass samples compression. Then the area of the glass melt viscous flow was monitored. Subsequently, the viscous response characteristics were applied to improved numerical model based on FEM.

Simulations of tested glass melts carried out were confronted with their experimental outputs. The used linear model (FEM) showed a relatively good agreement with data measured, especially if the forming cycle took place at the lower limit of the viscous interval selected and upon very low pressing rates, where the glass melt can be considered to be viscous fluid in accordance with the numerical model applied. In this respect it can be said that it is important to take into account the elastic component during the entire forming cycle, not only at the initial phase of compression. The elastic component importance increases with increasing pressing rate.

Key words: *glass melt, rheological properties, glass forming process, numerical simulation, FEM*

SEZNAM ZÁKLADNÍCH SYMBOLŮ

Předložený seznam udává přehled o základních použitých symbolech v této práci. Rozličná lokální indexová značení jsou definována až přímo v příslušném textu.

Označení	Rozměr	Význam
α	$[\text{K}^{-1}]$	součinitel délkové teplotní roztažnosti
	$[\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}]$	součinitel přestupu tepla
β	$[\text{K}^{-1}]$	součinitel objemové teplotní roztažnosti
γ	$[\text{N m}^{-1}]$	povrchové napětí
Δ	$[\text{m}]$	systémová deformace stroje
δ_{ij}	$[-]$	Kroneckerovo delta
ε	$[-]$	poměrné přetvoření
ε_{ij}	$[\text{m}]$	tenzor přetvoření
$\dot{\varepsilon}$	$[\text{s}^{-1}]$	rychlost deformace
$\dot{\varepsilon}_g$	$[-]$	normalizovaná rychlost deformace
$\dot{\varepsilon}_{ij}$	$[\text{s}^{-1}]$	tenzor rychlosti deformace
$\dot{\varepsilon}_k$	$[\text{s}^{-1}]$	kritická rychlost deformace
η	$[\text{Pa s}]$	dynamická viskozita
η_0	$[\text{Pa s}]$	rovnovážná Newtonova viskozita
λ	$[\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}]$	tepelná vodivost
μ	$[-]$	Poissonova konstanta
ρ	$[\text{kg m}^{-3}]$	hustota
σ	$[\text{Pa}]$	napětí
σ_a	$[\text{Pa}]$	axiální napětí
σ_{ii}	$[\text{Pa}]$	hlavní napětí
σ_{ij}	$[\text{Pa}]$	tenzor napětí
σ_{lim}	$[\text{Pa}]$	mezní napětí
σ_m	$[\text{Pa}]$	kulový tenzor
σ_N	$[\text{Pa}]$	normálové napětí
σ_r	$[\text{Pa}]$	radiální napětí
σ_t	$[\text{Pa}]$	tangenciální napětí
τ_s	$[\text{Pa}]$	smykové napětí
A	$[\text{m}^2]$	průřez (plocha) vzorku
C_s	$[\text{J m}^{-2} \text{s}^{-1} \text{K}^{-4}]$	Stefan-Boltzmannova konstanta
c_p	$[\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}]$	měrné teplo
D_{ijkl}	$[\text{Pa}]$	tenzor elastických modulů
d	$[\text{m}]$	průměr vzorku
E	$[\text{Pa}]$	modul pružnosti v tahu
F	$[\text{N}]$	lisovací síla

f	[-]	součinitel tření
G	[Pa]	modul pružnosti ve smyku
g_i	[N m ⁻³]	složka objemových sil
h_0	[m]	počáteční výška vzorku
$h(t)$	[m]	aktuální výška vzorku
$\dot{h}$	[m s ⁻¹]	skutečná rychlost lisování
Δh	[m]	skutečná deformace vzorku
K	[Pa]	objemový modul pružnosti
m	[kg]	hmotnost vzorku
N_u	[-]	Nusseltovo číslo
p_i	[N m ⁻²]	složka povrchové síly
Q_{in}	[J]	teplo od disipace energie
Q_{net}	[J]	skutečné teplo ($Q_{in} - Q_{out}$)
Q_{out}	[J]	teplo odvedené, ztrátové
R	[m]	poloměr vzorku
s	[m]	celková deformace soustavy
s_{ij}	[Pa]	deviátor napětí
T	[°C, K]	teplota
t	[s]	čas
t_r	[s]	relaxační čas
V_0	[m ³]	počáteční objem vzorku
v	[m s ⁻¹]	rychlost lisování
v_k	[m s ⁻¹]	kritická rychlost lisování
x_i	[m]	prostorová souřadnice

	Úvod.....	1
1	Rozbor přístupů k řešení problematiky a formulace cílů disertace	3
1.1	Rozbor tvarovacího procesu a jeho vazba k počítačové simulaci.....	3
1.2	Rozbor dosavadních přístupů k řešení problematiky	5
1.3	Cíle disertační práce	9
2	Reologické chování skloviny	11
2.1	Základní specifikace materiálových vlastností	11
2.1.1	Viskozita	11
2.1.2	Teplotní roztažnost.....	15
2.1.3	Měrné teplo	16
2.1.4	Hustota	16
2.2	Lineární visko-elastické chování	17
2.3	Elastické konstanty skla	19
2.4	Toková charakteristika skloviny	21
2.5	Relaxace napětí ve skle a vznik trhlin.....	24
3	Metodika zkoumání reologického chování	27
3.1	Rozbor experimentálních metod	27
3.2	Použitá experimentální metoda	28
3.3	Experimentální pracoviště.....	29
3.4	Popis použité metodiky měření.....	30
3.5	Teoretický základ aplikované metodiky měření	34
3.6	Charakteristika zpracování výsledků	37
4	Numerická simulace – MKP	39
4.1	Metody řešení.....	39
4.2	Matematická formulace úlohy	40
4.2.1	Tepelná úloha	40
4.2.2	Mechanická úloha	43
4.3	Výpočetní model tvarování skla	44
4.3.1	Geometrie modelu.....	45
4.3.2	Materiálový model	46
4.4	Rozbor vlivu jednotlivých činitelů na tvarovací proces.....	47
4.4.1	Vliv rozměrů vzorku na velikost lisovací síly	47
4.4.2	Vliv počátečních rozměrů vzorku na výpočet relaxačního modulu.....	49
4.4.3	Disipace energie	49
4.4.4	Tření	49

5	Experimentální výsledky popisující reologické chování sklovin.....	51
5.1	Elastické vlastnosti sklovin	52
5.1.1	Elastické vlastnosti 24% olovnatého křišťálu	53
5.1.2	Elastické vlastnosti sodno-draselné skloviny	58
5.1.3	Elastické vlastnosti čiré skloviny float	63
5.1.4	Elastické vlastnosti zelené obalové skloviny.....	68
5.1.5	Shrnutí elastických vlastností sklovin	73
5.1.6	Měření za předpokladu shodné viskozity	75
5.1.7	Trhliny v tvarované sklovině.....	78
5.2	Viskózní tok sklovin.....	81
5.2.1	Ověření platnosti empirických vztahů	87
6	Závěr	89
6.1	Výsledky disertace s uvedením nových poznatků	89
6.2	Přínosy disertační práce pro vědu a praxi.....	91
7	Literatura	93
7.1	Publikace autora	98

ÚVOD

Výroba skla se řadí mezi nejstarší a nejvýznamnější objevy lidstva. Doposud nejstarším známým skleněným předmětem je perla, přibližně 5000 let stará, která byla objevena v Thébách. Již ve druhé polovině 2. tisíciletí ve staré Mezopotámii starověcí skláři tvarovali ze skla první duté nádoby. Důležitým mezníkem ve vývoji sklářské výroby byl vynález sklářské píšťaly v 1. století před n. l., který umožnil vyfukování rozměrných nádob a ovlivnil tak další osudy ruční sklářské výroby. Pro udělení vnějšího tvaru skleněného předmětu se již v této době mnohdy používaly tvarovací formy, které byly převážně dřevěné a později kovové.

Za rozmach sklářské výroby lze označit přechod z ruční řemeslné výroby foukáním na výrobu pomocí lisovacích zařízení, tj. lisování skloviny do forem, kdy vnější tvar výlisku je vytvořen vnitřním reliéfem tvarovací formy a vnitřní tvar výlisku je dán vesměs kovovým razníkem. Tento přerod je spjat s nástupem průmyslové éry na počátku 20. století.

Trend průmyslového vývoje sklářství byl a doposud je udáván optimalizací strojní výroby, která vede k jejímu zefektivnění a navýšení účinnosti. Prudký vývoj výrobních strojů v průběhu času brzy zajistil jejich relativně vysoké technologické parametry a meze výrobní technologie začaly narážet na vlastní průběh přetváření hmoty. Klíčem k dalšímu zefektivnění strojní výroby je tedy hloubka poznání tvarovacího procesu, který se odvíjí od reologického chování skloviny. Mocným nástrojem v této oblasti je nasazení numerické simulace. Nasazení metod počítačového modelování v předvýrobních etapách umožní lokalizovat kritické oblasti, které jsou ve většině případů zdrojem významných technologických problémů, zejména při výrobě užitkového skla s orientací na výrobu tvarově a rozměrově nestandardního sortimentu. Teoretické řešení visko-elastického chování skloviny, během skutečného tvarovacího procesu, prostřednictvím běžně používaných jednoduchých reologických modelů není často dostatečně přesné a v případě složitějších modelů může být příliš náročné na výpočet. Předpokladem věrohodné simulace je aplikace co nejpřesnějších a experimentálně ověřených materiálových charakteristik do reprezentativního konečnoprvkového modelu.

Dosažené znalosti z oblasti reologického chování skloviny za vyšších teplot byly zpracovány a utříděny renomovanými výzkumníky, jejichž poznatky v oblasti visko-elastické odezvy skloviny vyústily v řadě odborných publikací [14, 17, 76]. Publikované práce jsou obvykle zaměřeny na identifikaci toku skloviny ve vazbě na aplikovanou experimentální metodu. Výsledky získané různými metodami se vyznačují značným rozptylem a ve většině případů jsou aplikovatelné pouze na konkrétní analyzovanou sklovinu.

Při popisu visko-elastické odezvy skloviny v průběhu tvarování prostřednictvím počítačového modelování bývá často elastická deformace zanedbána z důvodu neznalosti teplotní závislosti relaxačních modulů. Problematikou teplotní závislosti elastických konstant se zabývali Hessenkemper [31, 33] s Brücknerem [7, 97], jejichž poznatky poskytují ucelený návod na stanovení a vyhodnocování teplotně závislých reologických parametrů, reprezentujících chování vybraných typů sklovin, prostřednictvím jednoosé kompresní metody. Shodnou experimentální metodu ke stanovení reologického chování skloviny použili také Rekhson [68, 79] a Sakoske [76]. Značná část jejich výzkumné práce se zabývala tvorbou defektů vznikajících ve stlačované sklovině během tvarovacího procesu na horní hranici zvoleného viskozitního intervalu a především numerickou simulací deformační odezvy lisované skloviny.

Předložená disertační práce se zabývá problematikou visko-elastického chování vybraných sklovin nad transformační teplotou během procesu lisování. Nedostatečná znalost reologických parametrů běžně používaných komerčních typů skla (24% olovnatý křišťál, sodno-draselná sklovina, čirá sklovina float a zelené obalové sklo) orientovala zaměření disertační práce. Vyšetřování teplotně závislých materiálových parametrů, zejména relaxačních modulů uvedených základních sklovin, má přispět k prohloubení poznání dané problematiky a umožnit zpřesnění numerických modelů reálných tvarovacích procesů.

Disertační práce je rozčleněna do sedmi základních kapitol. První kapitola předkládá analýzu tvarovacího procesu na základě současného stavu poznání dané problematiky a umožňuje nadefinovat konkrétní zaměření práce včetně nejdůležitějších tematických cílů, které jsou postupně v dalších kapitolách naplňovány.

Kapitola druhá se detailně věnuje teoretickému popisu deformačního chování skloviny. Nejprve jsou specifikovány nejdůležitější teplotně závislé tepelné a mechanické vlastnosti skloviny doprovázející reálný lisovací cyklus. Dále je pozornost soustředěna na popis základních reologických modelů a charakteristických parametrů postihujících chování skloviny.

Třetí kapitola podložená obsáhlým rešeršním průzkumem je zaměřena na metodiku stanovení visko-elastických charakteristik skloviny za vyšších teplot. Je diskutován výběr volby experimentální metody a následně popsáno vybudované laboratorní pracoviště. Dále je zpracován souhrn realizovaných laboratorních experimentů analyzovaných sklovin a na závěr kapitoly je podrobně specifikován postup zpracování a vyhodnocování naměřených dat.

Čtvrtá kapitola, orientovaná na problematiku numerické simulace, nejprve pojednává o fyzikálních dějích odehrávajících se v průběhu experimentálního procesu založeného na metodě stlačování válečku za izotermických podmínek, přičemž dílčí procesy jsou doloženy matematickým popisem. Následně je provedena definice výpočetního modelu. Závěr kapitoly se soustřeďuje na citlivostní analýzu vlivu jednotlivých činitelů na charakter průběhu lisovací síly.

V páté kapitole jsou prezentovány výsledky laboratorních měření analyzovaných sklovin. Nejprve jsou vyhodnocovány teplotní závislosti relaxačních modulů v počáteční fázi stlačení, tedy v oblasti s výrazným projevem elastické odezvy. V další části je provedena identifikace viskózního toku skloviny v pozdější fázi tvarovacího cyklu prostřednictvím čistě viskózního numerického modelu a různých analytických vztahů.

V kapitole šest je provedeno zhodnocení výsledků dosažených v disertační práci, přičemž na závěr jsou shrnuty i přínosy pro vědu a aplikační užití ve výrobní praxi.

V kapitole sedm je uveden přehled literárních pramenů, ze kterých bylo čerpáno a vlastní publikace autora.

1 ROZBOR PŘÍSTUPŮ K ŘEŠENÍ PROBLEMATIKY A FORMULACE CÍLŮ DISERTACE

Sklářská výroba je problematickým a teplotně náročným výrobním postupem ve všech fázích zpracování skloviny. Technologický sled jednotlivých operací, počínající již přípravou sklářské vsázky, prochází operacemi tavením, dále vlastním tvarovacím procesem, chlazením až po konečné zušlechťovací operace [40].

1.1 Rozbor tvarovacího procesu a jeho vazba k počítačové simulaci

Z fyzikálního hlediska technologie tvarování skloviny představuje složitý proces, při kterém se uplatňuje mechanický a tepelný děj propojený vzájemnou interakcí mezi sdílením tepla a viskózním tokem skloviny. Dominantní fází celého technologického procesu je udělení požadovaného tvaru viskózní sklovině a fixace tvaru finálního výrobku. Přestože ve sklářské výrobě existuje široká škála tvarovacích technologií, všechny je možné shrnout do dvou základních skupin [87].

První skupinu tvoří technologie, u nichž je pro vytvoření definitivního tvaru celého výrobku potřeba tvarovacího, většinou kovového nástroje. Patří sem následující technologie:

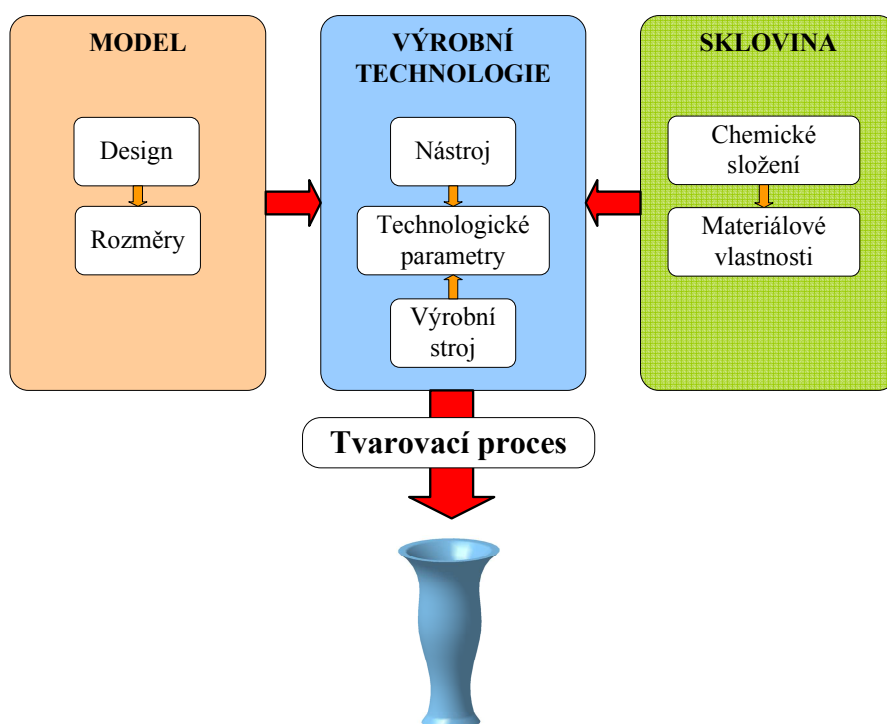
- dvakrát foukací a sacofoukací způsob;
- foukání do forem;
- lisofoukací způsob;
- lisování, lisovstřík;
- mačkání a válcování;
- odstředivé lití.

Do druhé skupiny se řadí technologie, kde je požadovaného tvaru dosaženo viskózním tokem při výrazném spolupůsobení povrchového napětí skloviny. Hlavními představiteli této skupiny jsou:

- tažení plochého skla a trubic;
- plavení skla (float);
- foukání skla;
- výroba skleněných vláken;
- ohýbání skla.

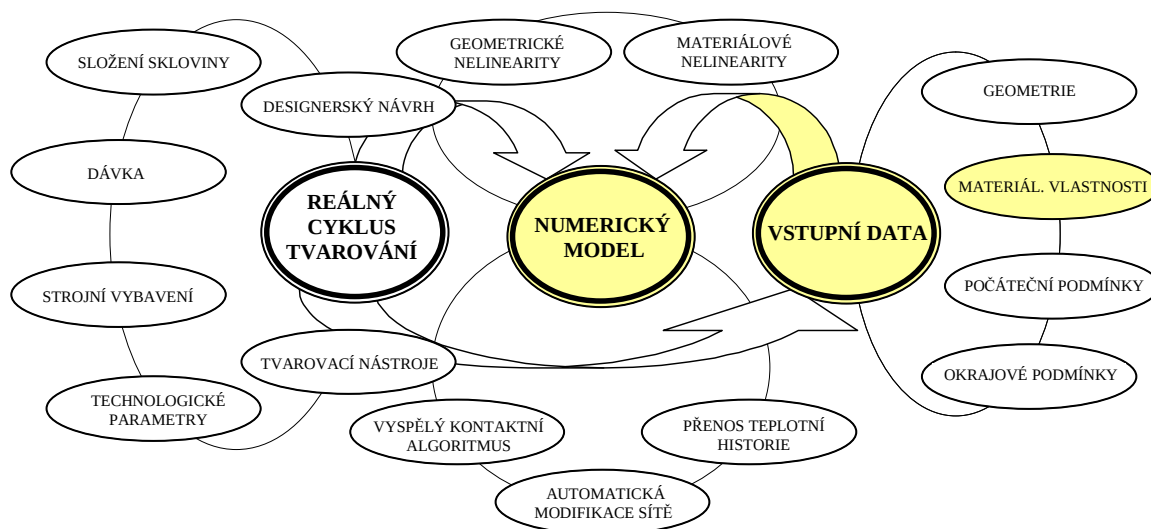
Přes obecnou aplikovatelnost dále uvedených poznatků lze za charakteristický předmět studie předložené práce specifikovat technologii lisování, která je jedním z nejčastějších způsobů strojního zpracování skloviny. Princip lisování skloviny spočívá v umístění žhavé dávky skloviny do pracovní dutiny sklářské formy, kde je následně sklovině udělen tvar formy obvykle prostřednictvím kovového razníku. Fyzikální podstatou tvarování je získání finálního tvaru výrobku či polotovaru působením vnější síly na dávku skloviny o nízké viskozitě, při následném nepřetržitém ochlazování, které má za následek výrazný růst viskozity, vedoucí k fixaci uděleného tvaru. Vlastní změna podoby dávky skloviny

Tvarovací cyklus je výrazně ovlivněn teplotně závislými materiálovými parametry



Úspěšnost použití počítačových simulací je zásadním způsobem podmíněna kvalitou popisu reologického chování skloviny, materiálových vlastností, počátečních a okrajových podmínek matematického modelu. Rozhodující roli má především výběr a formulace konstitutivních vztahů podmiňujících zvládnutí vlastního tvarovacího procesu pomocí reologického modelu v celém intervalu pracovních teplot. Běžně používané reologické modely popisující chování skloviny během tvarovacího cyklu nejsou v případě jednodušších modelů příliš přesné a naopak sofistikovanější modely jsou značně složité a tím i náročné na výpočet. Pro formulaci věrohodně reprezentativního způsobu reologického popisu je nutné experimentálně nadefinovat materiálové charakteristiky popisující visko-elastické chování základních typů sklovin v předdefinovaném viskozitním intervalu.

Výpočetní model tvarování skla je účinným nástrojem pouze tehdy, pokud poskytuje spolehlivé a přesné numerické výstupy včetně identifikace technologických problémů. Výpočetní model musí být schopen vystihnout všechny významné činitele mající vliv na průběh tvarovacího procesu skloviny, teprve pak lze výstupy z numerické simulace považovat za dostatečně věrohodné. Na obr. 2 je schématicky naznačen vztah mezi numerickým modelem a reálným tvarovacím cyklem včetně vstupních činitelů, které musí virtuální model zohlednit [50]. Pro posouzení jednotlivých faktorů je nezbytné provázaný mechanismus uvažovat jako celek se zohledněním vzájemných interakcí, přičemž zvýrazněné oblasti znázorňují hlavní předmět zájmu disertační práce. Pro výzkum zvolených materiálových vlastností bylo nezbytné minimalizovat vliv ostatních činitelů. Toho lze docílit například zjednodušující počáteční podmínkou izotermického procesu lisování, tvarovacími nástroji s triviální geometrií, rozměrovou velikostí vzorků, atd.



Obr. 2. Vazba mezi reálným tvarovacím procesem a jeho virtuálním modelem

1.2 Rozbor dosavadních přístupů k řešení problematiky

Problematicou měření a vyhodnocování reologických parametrů skloviny za vyšších teplot se zabývala řada autorů [22, 49, 77], přičemž oblast jejich zkoumání byla ve většině případů zaměřena na viskózní tok skloviny pro zvolený teplotní (viskozitní) interval. Autoři pro stanovení reologických parametrů volili různé experimentální přístupy, přičemž se

nejčastěji jednalo o metodu tažení vlákna [85, 94], měření rotačními viskozimetry [86], metodu stlačování válečku [48, 79] a také využití ultrazvukových vln [31]. Volba konkrétní metody závisela na vyšetřované viskozitní oblasti a aplikovaných rychlostech deformace. Autoři s oblibou využívali rotační viskozimetry v oblasti nízkých viskozit, neboť tato metoda dovolí využít neobyčejně vysokých tvarovacích rychlostí [86]. Metodu tažení vlákna obvykle aplikovali pro oblast vysokých viskozit. Obě metody sloužily pro popis viskózního toku skloviny, pro stanovení newtonské i nenewtonské viskozity. Na rozdíl od těchto dvou vědeckých přístupů existuje rozšířenější komplexní, opět statická, metoda, kde se dávka skloviny tvaruje mezi rovnoběžnými rovinnými lisovacími čelistmi. Metoda byla vyvinuta k vyšetřování toku skloviny [27, 39] a až později byla Brücknerem a Hessenkemperem rozšířena o zkoumání dalších reologických vlastností, mezi které patří: visko-elastická odezva skloviny, nenewtonský viskózní tok [49], teplotně závislý relaxační modul [32] a také problematika vysokoteplotní lomové pevnosti [34]. Výzkumníci shledali příslušnou metodu jako nejbližší k průmyslově aplikovaným výrobním postupům s důrazem na lisování, mačkání a foukání skloviny relativně vysokými rychlostmi tvarování.

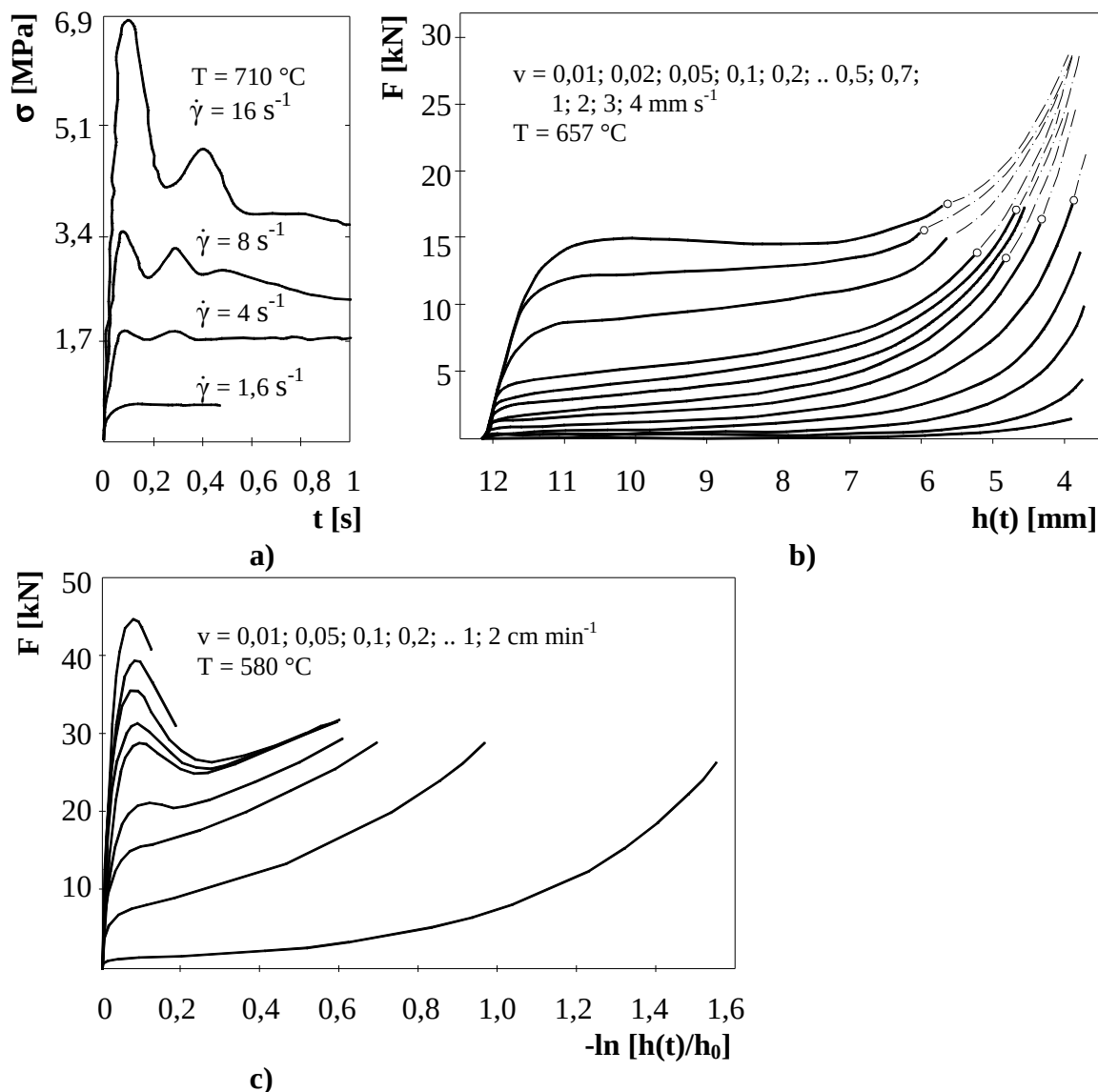
Pro určení elastických konstant za nižších teplot se s výhodou aplikují dynamické metody založené na bázi ultrazvukových vln [22, 46], podrobnější rešerše na dané téma je provedena v podkapitole 2.3.

Ve většině odborných publikací autoři pokládali za nejdůležitější popis tokového chování skloviny [77, 85] ve vztahu k rychlosti deformace. V případě tvarování skloviny velmi nízkými lisovacími rychlostmi v oblasti nízkých viskozit považují chování skloviny za čisté newtonské, charakterizované hodnotou konstantní viskozity. Na základě realizovaných měření visko-elastické odezvy skloviny byl prokázán a definován nenewtonský tok skloviny („shear thinning“ efekt) [11, 84], projevující se poklesem viskozity s rostoucí rychlostí deformace během tvarování. Publikovaná data jsou vždy demonstrována pro konkrétní viskozitní interval zkoumané skloviny, v souladu s užitou experimentální metodou, přičemž měření jsou obvykle soustředěna do oblasti chladicích teplot.

Za předpokladu nízkých napětí a rychlostí deformace měřil Bartenev [3] reologickou odezvu anorganických skel, přičemž shledal chování podobné koloidním soustavám [66]. Autor se věnoval podrobnému popisu naměřených deformačních charakteristik a definoval tři oblasti reprezentující reologickou odezvu tvarované skloviny. V intervalu nízkých rychlostí sklovina vykazuje newtonské chování. Se zvyšujícím napětím dochází k přeuspořádání struktury a částečně k jejímu kolapsu, což se projevuje poklesem viskozity. Při vysokých rychlostech se struktura rozpadá a viskozita po určité době dosáhne ustálené hodnoty.

Shodného charakteru průběhu reologické odezvy docílil ve svých výzkumech i Simmons et al. [86]. Zabývali se měřením viskózního toku sklovin podobného chemického složení (jednou z nich byla standardní sodno-vápenato-křemičitá sklovina NBS-710 [86]). Pro experimentální stanovení reologických charakteristik využili metodu tažení vlákna ($10^{10} - 10^{13}$ Pa s) a pro oblast nižších viskozit rotační viskozimetr ($10^4 - 10^6$ Pa s), smykové rychlosti byly voleny v rozsahu $0,016 - 80$ s⁻¹. Na základě rozboru experimentálních výsledků charakterizují nenewtonské chování pomocí autory navrženého modelu zohledňujícího výrazný pokles viskozity v závislosti na rychlosti deformace [84, 85]. Z naměřených deformačních charakteristik prostřednictvím rotačního viskozimetru vyplývají dva význačné rysy (obr. 3-a) provázající tvarovací proces při značně vysokých rychlostech deformace. Křivky zpočátku vykazují výrazný překmit napětí a dále je pro ně typické nenewtonské

chování projevující se poklesem viskozity s rostoucím napětím při vyšších rychlostech deformace v důsledku přeuspořádání vnitřní struktury ve tvarované sklovině.



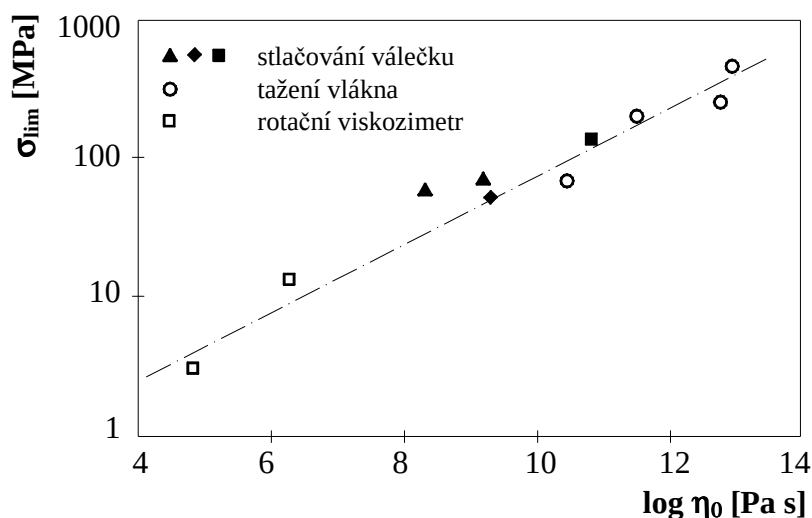
Obr. 3. Nenewtonský tok skloviny pozorovaný u sodno-vápenato-křemičité skloviny při různých rychlostech; a) rotační viskozimetr [86]; b) metoda stlačování válečku [48], c) metoda stlačování válečku [76]

Podle Guillemeta [30] je náhlý překmit vysvětlen jako negativní tlakový účinek, ale tato teorie by měla předvídat zvýšení viskozity. Nicméně kolektivem výzkumníků vedeným Brücknerem bylo také potvrzeno a doloženo v publikacích [12, 33, 95], že průběh viskoelastické odezvy je provázen nejprve náhlým překmitem napětí, který postupně přechází v „shear thinning“ efekt při tvarování vysokými rychlostmi (obr. 3-b).

Brückner s Hessenkemperem [14] podrobně zpracovali a utřídili dosažené znalosti z oblasti tvarování skloviny a poskytli návod pro vyhodnocování teplotně závislých materiálových parametrů, zejména relaxačního modulu a průběhu viskozity, z jednoosé kompresní metody. Laboratorní měření prováděli se vzorky skla float, borosilikátového, optického skla a dále měli k dispozici speciální vzorky skel různého chemického složení [49].

Část svého výzkumu zaměřili na vyhodnocování relaxačních modulů z experimentálně naměřené visko-elastické odezvy skloviny při různých viskozitách a rychlostech tvarování [14]. Prokázali, že velké rozdíly mezi relaxačními moduly se nenacházejí pouze mezi odlišnými viskozitami, ale že evidentní vliv na velikost elastické složky má chemické složení stlačované skloviny [33, 34]. Laboratorní měření prováděné autory odhalují rovněž pokles viskozity ve stlačované sklovině, pokud rychlost lisování je dostatečně vysoká, charakter průběhů křivek je obdobný s [78, 86]. Neočekávaný nárůst lisovací síly (obr. 3-b) vykazující odchylku od teoreticky očekávaných průběhů deformačních charakteristik vysvětlili jako důsledek strukturálně-viskózního nenewtonského tokového chování. Získané průběhy viskozity v závislosti na rychlosti deformace porovnali s výstupy uvedenými Simmonsem (metoda tažení vlákna) [85], přičemž bylo docíleno poměrně dobré shody. Také byla porovnána kritická napětí iniciující nenewtonský tok a zdají se být podobná. Ta se pohybovala u metody stlačování válečku mezi 60 – 120 MPa [49], u metody tažení vlákna kolem 70 MPa [45, 85].

Speciální pozornost autoři zaměřili také na vliv přeměny mechanické energie v teplo uvnitř vzorku v celém analyzovaném rozsahu viskozit ($10^6 - 10^{12}$ Pa s). Z jejich realizovaných měření vyplývá, že při rovnovážných viskozitách $\eta_0 < 10^8$ Pa s tvarovací proces může být považován za adiabatický [14]. Na základě identifikace nelinearity viskózního toku provázející lisovací proces při vyšších rychlostech tvarování definovali hranici mezi newtonským a nenewtonským chováním pro zkoumaný interval viskozit [12].



Obr. 4. Srovnání kohezní pevnosti sodno-vápenato-křemičité skloviny v závislosti na rovnovážné viskozitě; metoda tažení vlákna [85, 86]; rotační viskozimetr [86]; metoda stlačování válečku [48, 76, 79]

Otázkami zpracovatelnosti skloviny, nenewtonským tokem (obr. 3-c), vznikem axiálních trhlin při stlačování skleněného válečku a především problematikou počítačového modelování visko-elastické odezvy skloviny se dlouhodobě zabýval Sakoske [76]. Autorem vytvořený visko-elastický konečnoprvkový model je konfrontován s reálnými měřeními a vybranými empirickými vztahy [49]. Nejlepší shodu s výsledky experimentů vykazovaly výstupy počítačového modelování, pokud výpočetní model zohledňoval disipaci energie (faktor disipace $\phi = 0,95$) a odvod tepla kondukcí prostřednictvím tvarovacích nástrojů. Autor

provedl ucelené srovnání publikovaných výsledků vnitřní kohezní pevnosti sklovin podle jednotlivých experimentálních metod, které doplnil o vlastní měření (obr. 4).

Z výše uvedených poznatků vyplývá, že pro danou oblast zkoumání byla vytvořena široká škála praktických experimentálních metod sloužících k vyhodnocení reologických vlastností skloviny v příslušném viskozitním rozmezí. Zásadní problém však tkví v omezené aplikovatelnosti prezentovaných experimentálních výsledků, jelikož vlastní průběhy materiálových vlastností jsou značně závislé na teplotě, rychlosti deformace a chemickém složení skloviny.

1.3 Cíle disertační práce

Hlavním cílem disertační práce je studie reologického chování, resp. materiálových parametrů, základních typů sklovin v návaznosti na realizaci viskózního konečnoprvkového modelu a následné jeho konfrontace s experimentálními výstupy.

Cíle zkoumané problematiky je možné shrnout do následujících bodů:

- a) teoretický rozbor řešené problematiky vycházející z řešeršní činnosti;
- b) na základě teoretického rozboru reologického chování skloviny zformulovat experimentální metodiku měření pro reprezentativní popis průběhu tvarovacího procesu;
- c) vybudování laboratorního pracoviště pro měření visko-elastických vlastností skloviny za vyšších teplot v souladu se získanými poznatky a následné odladění experimentální metodiky;
- d) realizace komplexních laboratorních experimentů za účelem charakteristiky deformačních projevů základních typů sklovin:
 - sklovina olovnatý křišťál (24 % PbO);
 - sodno-draselná sklovina;
 - čirá sklovina float;
 - zelená obalová sklovina;
- e) analytické stanovení následujících teplotně závislých materiálových parametrů analyzovaných sklovin:
 - okamžitý relaxační modul;
 - kritická rychlost deformace, která způsobuje vznik axiálních obvodových trhlin;
 - skutečná viskozita;
- f) vytvoření viskózního materiálového modelu vystihujícího základní teplotní a mechanické chování daných sklovin;
- g) ověření citlivosti vytvořeného numerického modelu na změny hodnot jednotlivých parametrů vystupujících v tvarovacím procesu:
 - počáteční geometrie vzorku;

- výchozí teplota, resp. viskozita;
 - disipační energie zohledňující přeměnu mechanické práce v teplo;
 - lisovací rychlost;
- h) vyhodnocení vlivu přesnosti popisu reologické odezvy skloviny pro vytvořený numerický model.

Na základě uvedených bodů budou shrnuty poznatky o reologickém chování jednotlivých sklovin ve vazbě na zatěžovací rychlost. Zpřesněný popis reologického chování bude jako materiálový parametr zaveden do konečnoprvkového modelu. Bude vyhodnocena reprezentativnost zpřesněného numerického modelu, včetně analýzy rozsahu jeho použitelnosti, v návaznosti na experimentální výstupy.

2 REOLOGICKÉ CHOVÁNÍ SKLOVINY

V českém sklářství je při výrobě skla uplatňována rozmanitá škála sklovin různého chemického složení, jež má zásadní vliv na zpracovatelnost skloviny a současně udává použitelnost konkrétního druhu skloviny ve vazbě na tvarovací proces daného sortimentu. Obzvláště v oblasti tvarování užitkového skla jsou využívány značné modifikace chemického složení sklovin a tím jsou získávány specifické vlastnosti skla.

V tab. 1 je uveden přehled křemičitých sklovin analyzovaných v předložené disertační práci, včetně jejich chemického složení.

Tab. 1. Přehled analyzovaných sklovin a jejich chemické složení

<i>Oxid</i>	Složení skla v hmot. %			
	Sodno-draselné sklo	Číré sklo float	Zelené obalové sklo	Olovnatý křišťál (24%)
<i>SiO₂</i>	71,5	71,7	70,608	59,12
<i>Al₂O₃</i>	0,11	0,739	1,74	0,0415
<i>CaO</i>	6,47	9,11	8,56	0,0059
<i>MgO</i>	-	4,13	3,63	0,0059
<i>BaO</i>	4,11	-	0,53	-
<i>PbO</i>	-	-	-	24,69
<i>ZnO</i>	1,3	-	-	1,44
<i>Fe₂O₃</i>	0,02	0,075	0,395	0,0071
<i>Na₂O</i>	9,96	13,57	13,82	2,12
<i>K₂O</i>	6,11	0,139	0,66	12,38
<i>SO₃</i>	-	0,263	0,2	-
<i>Sb₂O₃</i>	0,34	-	-	-
<i>TiO₂</i>	0,03	0,063	0,019	-

2.1 Základní specifikace materiálových vlastností

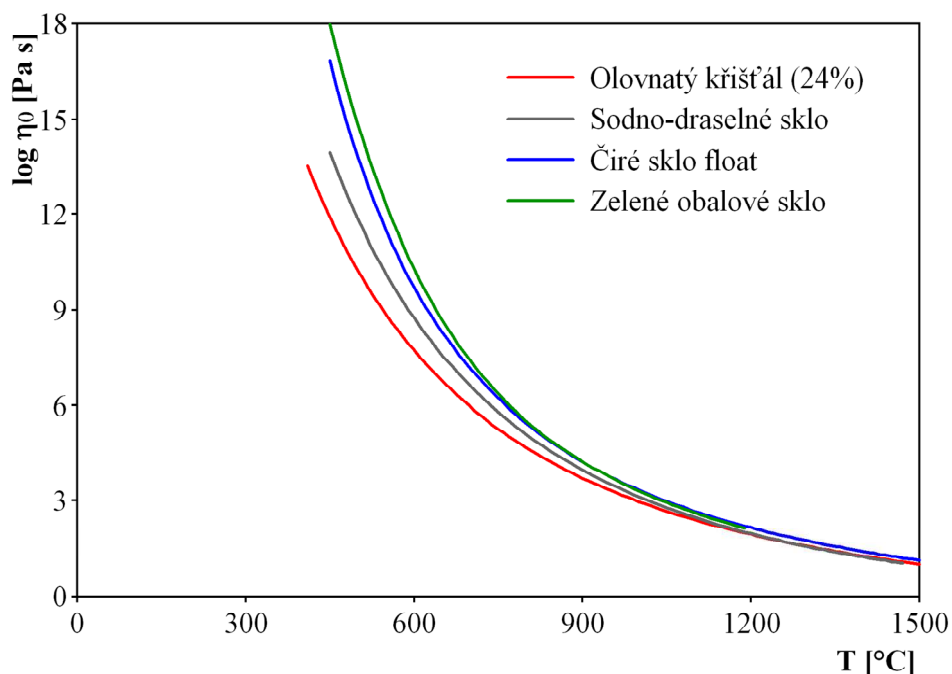
2.1.1 Viskozita

Nejvýznamnější materiálovou vlastností skloviny ve vztahu k deformačnímu chování je dynamická viskozita, která se výrazně uplatňuje ve všech fázích výroby skleněného sortimentu od tavení, čerení až po vlastní tvarování a chlazení [40]. V průběhu tvarování se viskozita mění ve značném rozsahu, řádově z hodnoty 10^1 Pa s na hodnotu přesahující 10^{20} Pa s (při okolní teplotě). Charakteristickou vlastností viskozity je její výrazná závislost na teplotě, kterou je možno popsat prostřednictvím viskozitní křivky (obr. 5) anebo (pro provozní a technické účely výhodnější) pomocí předem definovaných teplotních bodů, tzv. vztažných bodů viskozity [24], které jsou uvedeny v tab. 2. Viskozita má značný vliv na průběh a rychlost lisovacího procesu.

Tab. 2. Vybrané vztažné body viskozity pro hlavní technologické procesy

Technologické procesy	Vztažné body viskozity [Pa s]	Technologické procesy	Vztažné body viskozity [Pa s]
<i>Bod tavení</i>	10^1	<i>Deformační teplota</i>	10^{10}
<i>Bod zpracování</i>	10^3	<i>Horní chladicí teplota</i>	10^{12}
<i>Bod tečení</i>	10^4	<i>Transformační teplota</i>	$10^{12,3}$
<i>Littletonův bod měknutí</i>	$10^{6,65}$	<i>Dolní chladicí teplota</i>	$10^{13,5}$

Výroba skla probíhá ve velkém viskozitním rozmezí, přičemž technologicky důležitý je interval tvarování [24], který je definován chemickým složením skloviny a použitou technologií tvarování. Interval tvarování je vymezen rozsahem dynamických viskozit $10^2 - 10^7$ Pa s [40].

**Obr. 5.** Viskozitní křivky analyzovaných sklovin

Skla lze rozdělit na krátká, u nichž se viskozita s teplotou mění strmě, a dlouhá, jež mají plošší průběhy viskozitních křivek. Strmost viskozitní křivky je charakterizujícím činitelem pro definici teplotního rozsahu tvarování skloviny. Další technicky významné rozlišení je na skla tvrdá, která se nacházejí v oblasti vyšších viskozit a měkká. Poloha a sklon viskozitní křivky hrají důležitou roli obzvláště při procesu tvarování a mají zásadní vliv na použití dosažitelných lisovacích rychlostí.

Kromě teploty je viskozita závislá také na rychlosti přetvoření a lze ji v tomto smyslu rozčlenit na tři oblasti. Při relativně nízkých rychlostech deformace je možno sklovinu považovat za newtonskou kapalinu, u níž je konstitutivní chování vyjádřeno lineární závislostí mezi napětím a rychlostí deformace [81]. Při vyšších rychlostech a napětích se ve sklovině projevují vlastnosti nenewtonovské, tzv. pseudoplastické, látky, což je zřejmě způsobeno změnou přeskupení struktury ve sklovině, vnějším projevem je pokles vazkosti s rostoucí

rychlostí deformace [13]. Třetí oblast je interval značně vysokých deformačních rychlostí blížících se až ke kritické rychlosti, sklovina se zde chová jako Binghamova látka [88]. Při překročení kritické deformační rychlosti dochází k destrukci tvarovaného vzorku v souladu s [34].

Pro popis závislosti viskozity na teplotě se obvykle používá Arrheniova rovnice [24] [82], definovaná následovně

$$\eta = A \cdot e^{\frac{H}{RT}}, \quad (1)$$

kde A představuje frekvenční faktor, H udává aktivační energie viskózního toku (u křemičitých skel odpovídá hodnotám 125 - 250 kJ mol⁻¹ pro interval viskozit 10 - 10² Pa s, v oblasti transformačního intervalu se pohybuje v rozmezí 500 - 710 kJ mol⁻¹ [35]), T značí absolutní teplotu a R je molární plynová konstanta. Tato exponenciální rovnice, která je známá též v jednodušším logaritmickém tvaru [82] pod názvem Andradeove rovnice je vhodná pouze pro popis teplotní závislosti viskozity skloviny a to pouze v omezeném intervalu teplot (např. pro viskozitní chování v transformační oblasti běžného skla).

K popisu teplotní závislosti viskozity různých skloviny jsou, vzhledem k relativně složité vazbě mezi viskozitou a teplotou, většinou využívány empirické vztahy [24]. Pro oblast teplot nad T_g se nečastěji používá Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) rovnice [26] v logaritmickém tvaru

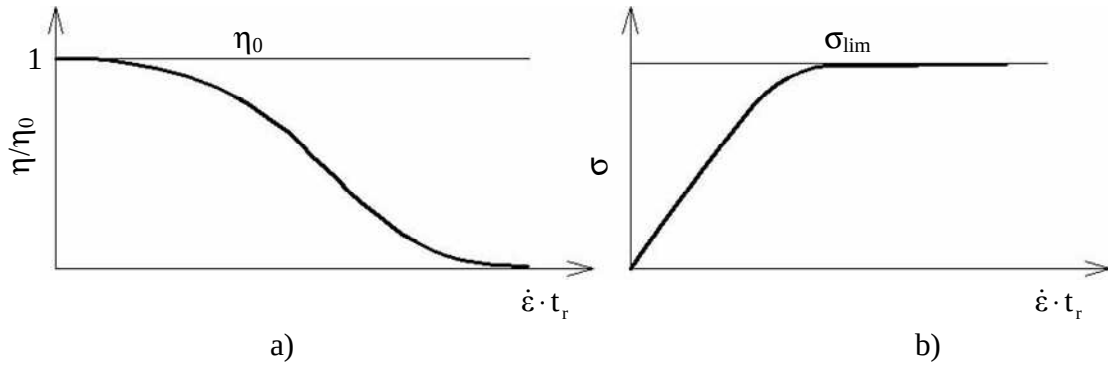
$$\log \eta = A + \frac{B}{T - T_0}, \quad (2)$$

přičemž A , B , T_0 jsou příslušné konstanty. Platnost této rovnice je omezena na oblast nižších deformačních rychlostí, kde lze konstitutivní chování skloviny vyjádřit prostřednictvím newtonské kapaliny [26].

Za předpokladu, že relaxace závisí na strukturálním uspořádání materiálu, které je funkcí smykové rychlosti, odvodil Montrose [59] vztah pro závislost viskozity na smykové rychlosti, který lze vyjádřit následovně [85, 86]

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \dot{\epsilon} \cdot t_r \cdot G_\infty / \sigma_{lim}}, \quad (3)$$

kde η_0 je rovnovážná viskozita, $\dot{\epsilon}$ je tečná složka deformační rychlosti, σ_{lim} je hodnota kohezního smykové napětí, G_∞ je smykový modul pružnosti a t_r je Maxwellův relaxační čas vyjádřený vztahem $t_r = \eta_0 / G_\infty$. Teoretická spojitost mezi normalizovanou viskozitou a normalizovanou rychlostí deformace vyplývá z obr. 6-a. Průběh viskozity definovaný vztahem (3) je tedy řízený vývojem maximálního smykového napětí σ_{lim} zatíženého rychlostí deformace jdoucí k nekonečnu (obr. 6-b).



Obr. 6. a) nenewtonský viskózní tok; b) závislost kohezni pevnosti na rychlosti

Simmons [85] označil σ_{lim} jako vnitřní kohezni pevnost materiálu a na základě extrapolace experimentálních výstupů ze zkoušek se skelnými vlákny a molekulárních výpočtů transformoval rovnici (3) do následujícího tvaru

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \dot{\epsilon} \cdot t_r / \alpha}, \quad (4)$$

kde α je parametr odpovídající dané sklovině (v případě sodno-vápenato-křemičitého skla nabývá hodnoty $\alpha = 0,0063$).

Pro sodno-vápenatou sklovinu byla výzkumníky [86] odvozena závislost pro vnitřní kohezni pevnost jako funkce newtonské viskozity v následujícím tvaru

$$\sigma_{lim} = 1,66 \cdot 10^5 \cdot \eta_0^{0,24}, \quad (5)$$

Dosazením rovnice (5) do (3) je získán vztah pro vyjádření závislosti viskozity na teplotě a smykové rychlosti deformace prostřednictvím newtonské viskozity a ekvivalentní smykové rychlosti [86]

$$\eta(\dot{\epsilon}, T) = \frac{\eta_0(T)}{1 + 3,5 \cdot 6 \cdot 10^{-6} \dot{\epsilon} \cdot \eta_0^{0,76}(T)}, \quad (6)$$

Jako nejvhodnější reologický model popisující nenewtonské pseudoplastické chování, projevující se poklesem viskozity s rostoucím napětím při vyšších deformačních rychlostech („shear thinning“) v důsledku protahování molekul ve stlačované hmotě, se jeví následující model vytvořený autory [15, 16] na základě experimentálního zkoumání organických polymerů

$$\frac{\eta - \eta_B}{\eta_0 - \eta_B} = \frac{1}{1 + \beta \cdot \dot{\epsilon}^n}, \quad (7)$$

kde η_0 je newtonská viskozita, β, n jsou příslušné konstanty. Rovnici (7) využil Sakoske [76, 77] pro extrapolaci svých experimentálních dat. Pomocí tohoto modelu lze stanovit i Binghamovu viskozitu (η_∞) při vysokých rychlostech deformace ($\dot{\epsilon} \rightarrow \infty$). Rovnice (7) je zobecněná rovnice (4), ve které se $n = 1$, $\eta_\infty = 0$ a $\alpha = \eta_0 / \sigma_{lim}$. V tomto zvláštním případě nelze označit η za skutečnou nenewtonskou viskozitu, ale tzv. naměřenou zdánlivou viskozitu, která závisí na skutečném tokovém chování skloviny a je přisuzovaná změně

uspořádání struktury skla a stejně tak vznikajícímu teplu třením od vynaložené deformační energie [95].

Pro oblast tvarování skloviny nad transformačním intervalem používají autoři materiálový model ideálně viskózní kapaliny [50], jenž lze odvodit z visko-elastické analogie [54, 88]. Za předpokladu nestlačitelnosti lze konstitutivní chování skloviny pro jednoosé tahové namáhání vyjádřit prostřednictvím ekvivalentního napětí a ekvivalentní rychlosti deformace

$$\sigma_{ekv} = 3 \cdot \eta(T, \dot{\epsilon}) \cdot \dot{\epsilon}_{ekv} \quad (8)$$

2.1.2 Teplotní roztažnost

Charakteristickým faktorem každého skla je teplotní roztažnost, která se vyjadřuje v grafické podobě prostřednictvím dilatační křivky. S rostoucí teplotou se teplotní roztažnost postupně zvyšuje, zpočátku téměř lineárně až zhruba do transformační teploty T_g , poté následuje okamžitý vzrůst průběhu křivky až do deformační teploty M_g .

Teplotní roztažnost silikátových skel se obvykle definuje prostřednictvím středního součinitele lineární teplotní roztažnosti, definovaného průměrnou hodnotou uvnitř vymezeného teplotního intervalu [24, 90]

$$\alpha_{T_1-T_2} = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot \Delta T}, \quad (9)$$

kde T_1, T_2 je počáteční a konečná teplota, Δl je změna délky při změně teploty o $\Delta T = T_2 - T_1$, l_0 je počáteční délkový rozměr.

Pro porovnání střední délkové teplotní roztažnosti skel rozličného chemického složení, je stanoven jednotný teplotní rozsah 20 - 300 °C, tab. 3. Převodní koeficienty součinitele teplotní roztažnosti na jiný teplotní rozsah jsou uvedeny v [6].

Míra roztažnosti je dána kvalitou struktury skla. Pravidelnější struktury skla lze docílit vnášením oxidů prvků mřížkotvorných (SiO_2 , B_2O_3) a prvků mřížkobytných (Al_2O_3 , MgO , ZnO), které snižují teplotní roztažnost. Naopak vnášením oxidů těžkých kovů (CaO , BaO , PbO) či kovů alkalických (Na_2O , K_2O), které narušují vazbu skla, dochází ke zvýšení teplotní roztažnosti.

Využití aditivních výpočtů pro stanovení teplotní roztažnosti křemičitých skel je možné v případě, že sklo obsahuje dostatečné množství oxidu křemičitého (min. 67%). Jedním z výpočtů pro komerční vícesložková skla je Englishův a Turnerův vztah [90], platící pro teplotní rozsah 0 – 100°C. Přesnější výpočet je odvozen Děmkinovou [90] v následujícím aditivním tvaru

$$\alpha \cdot 10^7 = \frac{\sum a_i \cdot F_i / s_i}{\sum a_i / s_i}, \quad (10)$$

kde a_i jsou hmotnostní procenta jednotlivých oxidů v daném skle, F_i jsou aditivní faktory a s_i jsou strukturní faktory.

Tab. 3. Střední součinitel délkové teplotní roztažnosti

	Olovnatý křišťál (24 % PbO)	Sodno-draselné sklo	Číré sklo float	Zelené obalové sklo
$\alpha_{20-300} [K^{-1}]$	$8,87 \cdot 10^{-6}$	$9,1 \cdot 10^{-6}$	$8,96 \cdot 10^{-6}$	$9,0 \cdot 10^{-6}$

V důsledku délkové roztažnosti se mění všechny rozměry tělesa, čímž dochází ke změně objemu tělesa. Vztah mezi objemovou a délkovou tepelnou roztažností pro sklo lze vyjádřit [24] následovně

$$\beta = 3 \cdot \alpha. \quad (11)$$

2.1.3 Měrné teplo

V tepelných bilancích, v oblasti tvarování, dávkování skloviny a chlazení skla je nepostradatelná znalost měrného tepla, které charakterizuje průběh procesů výměny tepla v celé výrobní technologii skla. Hodnota měrného tepla zpočátku z hodnot blížících se nule v oblasti extrémně nízkých teplot, narůstá relativně strmě s teplotou, přičemž při vysokých teplotách konverguje k mezní hodnotě, která je charakterizována především chemickým složením dané skloviny [89].

Měrné teplo patří mezi aditivní vlastnosti skla, proto pro jeho výpočet lze využít například rovnici odvozenou Winkelmannem [90], jejíž platnost je však omezena teplotním rozsahem 16-100 °C. V technické praxi je potřebná znalost měrného tepla v závislosti na širším teplotním intervalu, proto pro výpočet středního měrného tepla byl odvozen Sharpem a Gintherem [80] komplexnější vztah

$$\bar{c}_p = \frac{(\sum f_i \cdot a_i) \cdot T + \sum f_i \cdot c_i}{0,00146 \cdot T + 1}, \quad (12)$$

kde a_i jsou teplotní faktory pro jednotlivé oxidy, c_i jsou teplotně nezávislé faktory jednotlivých oxidů, f_i jsou jejich procentní váhové podíly a T je teplota. Tato rovnice vykazuje poměrně dobrou shodu vypočtených hodnot měrného tepla s experimentálními výsledky v širokém rozmezí teplot (až do 1300 °C), přičemž odchylka nečiní více jak 1%. Výjimku tvoří pouze skla s obsahem PbO , pro jejichž popis rovnice (12) neposkytuje odpovídající výsledky. Stejně tak je vztah omezen ve vazbě na obsah ZnO , BaO , Fe_2O_3 a Mn_3O_4 [91]. Rovnice (12) nepopisuje anomální průběh měrného tepla v teplotní oblasti krystalizace a transformačního intervalu.

2.1.4 Hustota

Hustota skla s nárůstem teploty klesá, nad transformační teplotou hustota klesá v důsledku rostoucí teplotní roztažnosti rychleji než pod T_g . Dominantní vliv na hustotu skla má především chemické složení a tepelná historie skla [90]. Hustota je aditivní vlastností, přičemž ji nejvíce ovlivňuje (navyšuje) oxid olovnatý a barnatý, nejméně oxid křemičitý. V tab. 4 jsou vypočteny hustoty základních typů skel za pokojové teploty, analyzované v disertační práci.

Tab. 4. Hustota zkoumaných skel

	Olovnatý křišťál (24 % PbO)	Sodno- draselné sklo	Číré sklo float	Zelené obalové sklo
$\rho_{20} [\text{kg m}^{-3}]$	2960	2520	2460	2480

2.2 Lineární visko-elastické chování

Skla se vyznačují specifickou zvláštností, vykazují při přechodu z kapalného stavu jev, který je označován jako transformace [40]. Mechanické chování skloviny je spjato s určitým intervalem tvarovacích teplot, kterému náleží různé reologické modely. Pod transformačním intervalem sklo vykazuje vlastnosti pružné hmoty. V oblasti teplot kolem transformačního intervalu, kde sklo vykazuje elastické vlastnosti a zároveň viskózní tok, lze použít pro popis konstitutivního chování skloviny visko-elastický materiálový model (např. Maxwellův reologický model). V oblasti tavicích a tvarovacích teplot (nad T_g) lze s vyhovující přesností použít čistě viskózní model, neboť tvarovaná sklovina zejména při nízkých rychlostech deformace vykazuje vlastnosti Newtonovy vazké kapaliny.

S narůstající teplotou jsou vznikající pružné deformace téměř okamžitě překryty viskózním tokem v deformaci trvalé, ve skle nevzniká žádné napětí. Naopak při postupném snižování teploty dochází k nárůstu projevu elastické odezvy, viskózní tok se uplatňuje stále v menší míře až do oblasti teplot, kdy viskózní charakter vymizí téměř úplně a sklo v podstatě vykazuje vlastnosti dokonale pružné látky. Tyto pružné deformace se pak ve skle projevují jako tzv. napětí přechodná.

Nejjednodušší konstitutivní vztah reprezentující elastické chování skloviny je materiálový model elastický. Vztah mezi tenzorem napětí a tenzorem přetvoření je dán Hookeovým zákonem (za předpokladu, že existuje tzv. přirozený stav tělesa bez vlastních pnutí) ve tvaru [64, 75]

$$\sigma_{ij} = D_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl}, \quad (13)$$

kde σ_{ij} je Cauchyho napětí, ε_{kl} je tenzor přetvoření a D_{ijkl} je tenzor čtvrtého řádu, který obsahuje 21 elastických modulů či konstant. V případě izotropního materiálu se jedná o Youngův modul pružnosti E a Poissonovu konstantu μ .

Typickými vlastnostmi pro viskózní materiály za vyšších teplot jsou jevy relaxace (postupný pokles napětí v předepjatém tělese vlivem viskózního toku) [38] a creep (růst deformace za stálého napětí). Obecně jsou tyto visko-elastické vlastnosti popisovány funkcionálními vztahy mezi složkami tenzoru napětí, tenzoru deformace, tenzoru rychlosti deformace, časem a teplotou, a jsou vyjádřeny složitými integrálními rovnicemi [88]. Konstitutivní vztahy popisující visko-elastické chování reálných materiálů lze získat pomocí tenzorové funkce čtvrtého řádu, kterou je možno formulovat pomocí relaxační funkce $G_{ijkl}(x_r, t)$, creepové funkce $J_{ijkl}(x_r, t)$ nebo zobecněním reologických modelů.

Boltzmann [3, 25, 52] byl první, který lineární superpozicí získal konstitutivní vztah (relaxační funkci) pro libovolný předepsaný průběh přetvoření ve tvaru integrálu [64]

$$\sigma_{ij}(x_r, t) = \int_{-\infty}^t G_{ijkl}(x_r, \tau) \frac{\partial \varepsilon_{kl}}{\partial \tau} d\tau, \quad (14)$$

Podobným způsobem je získán vztah pro popis deformační odezvy při předepsaném průběhu napětí pomocí creepové funkce ve tvaru [4, 69, 72]

$$\varepsilon_{ij}(x_r, t) = \int_{-\infty}^t J_{ijkl}(x_r, t - \tau) \frac{\partial \sigma_{kl}}{\partial \tau} d\tau, \quad (15)$$

Vzhledem ke složitosti analytických rovnic se v technické praxi často integrální rovnice, popisující konstitutivní závislosti, nahrazují vztahy pomocí různých mechanických reologických modelů [88], v nichž se podle stupně složitosti materiálového modelu navzájem kombinují ideální pružiny a tlumiče (čistě viskózní prvky). Propojením různých základních prvků (čistě elastických a viskózních) a modelů lze výstižně popsat charakter chování složitých reologických vlastností materiálů.

Ve sklářském průmyslu je postrádána dostatečná znalost průběhu reologického stavu sklovin během tvarovacího cyklu. Pro popis chování v oblasti nízkých viskozit, a to přibližně do hodnoty 10^{10} Pa s, se nejčastěji užívá Maxwellův reologický model, obr. 7-a, který je spojením lineární elastické a sériově připojené lineární viskózní složky. Základní reologická rovnice vyjadřuje součet rychlostí přetváření pružného a vazkého prvku v uvedeném tvaru

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \dot{\varepsilon}^e + \dot{\varepsilon}^v = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta}, \quad (16)$$

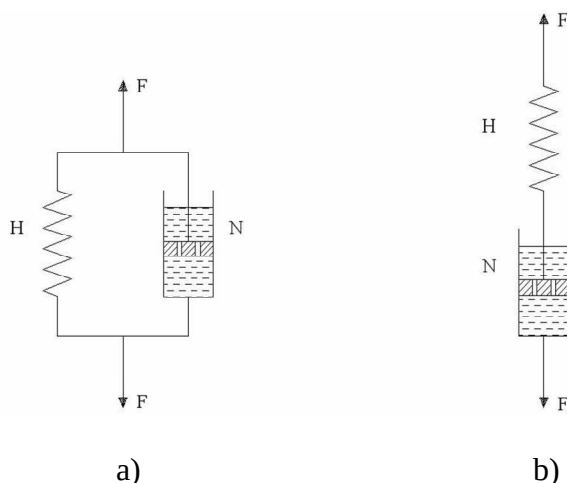
kde je $\dot{\varepsilon}^e$ rychlost přetváření pružného a $\dot{\varepsilon}^v$ vazkého prvku.

Přetváření Maxwellovy hmoty lze také vyjádřit pomocí tenzoru rychlosti deformace v následujícím tvaru

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \dot{\varepsilon}_{ij}^e + \dot{\varepsilon}_{ij}^v = \frac{\dot{s}_{ij}}{2 \cdot G} + \frac{\delta_{ij} \cdot \dot{\sigma}_{ij}}{9 \cdot K} + \frac{s_{ij}}{2 \cdot \eta}, \quad (17)$$

Vztah (17) neumožňuje výpočet zbytkového napětí v tvarované sklovině, jelikož nezohledňuje vliv změny hustoty na rychlost deformace. Pro vyjádření zbytkového napětí musí být rovnice rozšířena o složku zohledňující roztlačnost

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \frac{\dot{s}_{ij}}{2 \cdot G} + \frac{\delta_{ij} \cdot \dot{\sigma}_{ij}}{9 \cdot K} + \frac{s_{ij}}{2 \cdot \eta} + (\alpha \cdot \dot{T}) \cdot \delta_{ij}, \quad (18)$$



Obr. 7. Reologické modely; a) Maxwellův model; b) Kelvinův model

Pro přesný popis reologických vlastností pod transformační teplotou je výhodnější aplikovat Kelvinův model, obr. 7-b, s paralelním uspořádáním elastického a vazkého prvku. Tato pružno-vazká hmota popisuje relativně dobře chování při teplotách v okolí transformační teploty [88]. Konstitutivní vztah Kelvinovy hmoty pro výsledné napětí je pak dán součtem napětí přenášeného pružným prvkem a vazkým prvkem

$$\sigma = \sigma^e + \sigma^v = E \cdot \varepsilon + \eta \frac{d\varepsilon}{dt}, \quad (19)$$

kde je σ^e napětí přenášené pružným prvkem, σ^v napětí přenášené vazkým prvkem.

Vyjádření skutečného reologického stavu skloviny v celém intervalu pracovních teplot je poněkud komplikovanější. Z reologického pohledu lze pro popis reálného tvarovacího procesu využít obecnějších modelů, jež jsou kombinacemi jednoduchých Maxwellových a Kelvinových soustav [17, 25, 82]. V literatuře je často doporučováno použít Tuketův-Burgesův model [17, 25], což je spojení Maxwellova a Kelvinova prvku, přičemž vlastní způsob sestavení jednotlivých modelů (sériově nebo paralelně) udává především hodnotu trvalé deformace přetvárné hmoty.

2.3 Elastické konstanty skla

Nejdůležitějšími charakteristikami pro vyjádření chování skla za nízkých teplot (pod T_g) jsou moduly pružnosti v tahu E (Youngův modul pružnosti) a ve smyku G , a dále Poissonovo číslo μ . Vzájemný vztah mezi všemi třemi elastickými konstantami vyplývá z rovnice

$$E = 2 \cdot G \cdot (1 + \mu). \quad (20)$$

Charakteristické hodnoty elastických modulů jsou důležité při tvarovacím procesu skloviny a jsou ovlivněny stupněm anisotropie, který odpovídá chemickému složení a dané struktuře skla. Moduly pružnosti lze stanovit přímo ze vztahů nebo, s mnohem větší přesností, prostřednictvím laboratorních experimentů [37, 97].

Zejména při lisování skloviny vyššími rychlostmi na spodní hranici teplot tvarovacího intervalu (tuhost skloviny převyšuje mez elasticity [77]) vyvolává elastická složka skloviny

velká přechodová napětí, která mohou být zdrojem vad, příp. mohou vést až ke křehkému lomu ve sklovině [33, 57, 70]. Vliv velmi vysoké rychlosti deformace provází celý tvarovací interval, přičemž při vyšších teplotách, kdy je elastická odezva téměř překryta viskózním tokem, může docházet ke vzniku vad označovaných jako „fléry“ (vlasové záprasky) [34]. Vznik vad tohoto charakteru je projevem visko-elastické odezvy tvarované skloviny. Skloviny, u kterých je výraznější tendence výskytu trhlin, se v praxi nazývají „křehké skloviny“ nebo „skloviny se špatnou zpracovatelností“ [49].

V odborné literatuře jsou obvykle uváděny hodnoty elastických konstant skla při pokojové teplotě (tab. 5), chybí jejich závislost při zvýšených teplotách a to především nad T_g , přičemž tyto teplotní závislosti pružných modulů jsou velmi důležitými technologickými charakteristikami v oblasti lisování skloviny a při technologii lisovstříku.

Tab. 5. Elastické konstanty vybraných skel

	Olovnatý křišťál (24 % PbO)	Sodno-draselné sklo	Číré sklo float *	Zelené obalové sklo
E [MPa]	60 700	74 000	73 900	74 690
G [MPa]	25 020	30 450	30 090	30 660
μ [-]	0,213	0,215	0,228	0,218

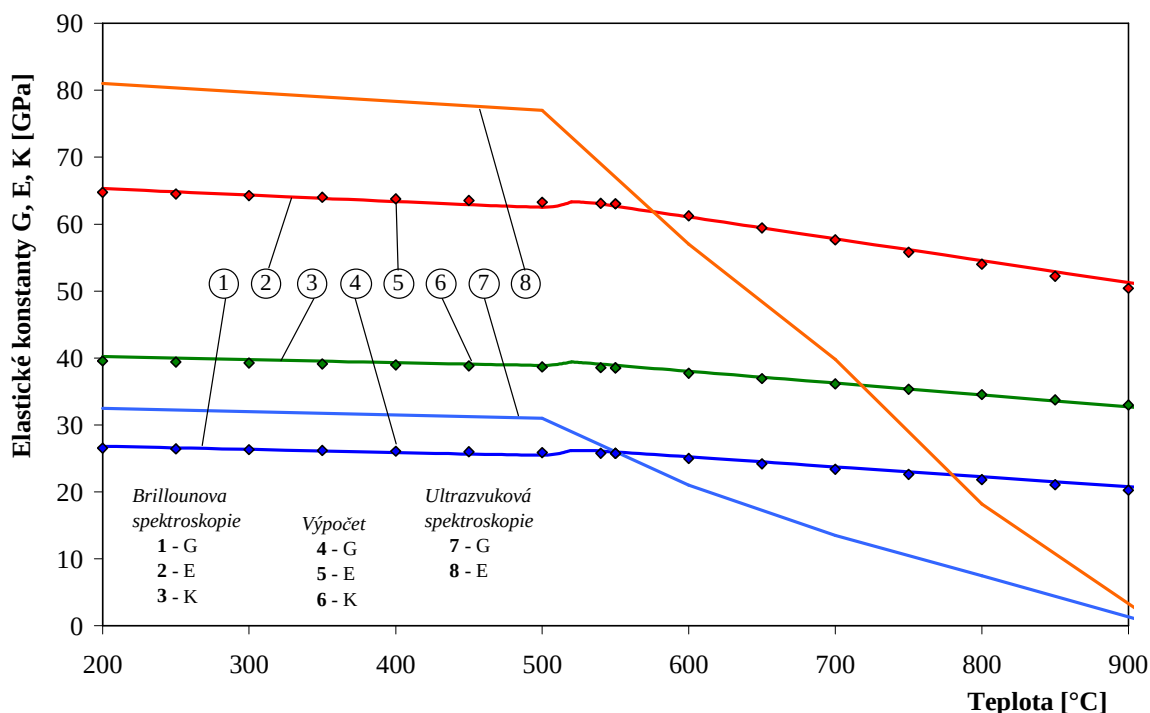
Pzn.: měřeno ultrazvukem.*

Pro stanovení modulů pružnosti za nižších teplot je v odborných pracích popisována řada statických (metoda stlačování válečku, torzní metody) i dynamických (ultrazvuková spektroskopie $f = 10$ MHz, rezonanční metody $f = 100$ kHz) metod [39]. Výzkum teplotní identifikace elastických modulů statickou metodou byl prováděn řadou odborníků, reologické závislosti byly nejprve zjišťovány smykovými experimenty [42] (ve viskozitním intervalu $10^{15} - 10^{12}$ Pa s) a později byly obohaceny metodou stlačování válečku [58] o viskozitní oblast $6 \cdot 10^{12} - 10^9$ Pa s, která byla dále rozšířena Larsenem [44] o hodnotu viskozity 10^8 Pa s.

Dynamické metody [7, 46] jsou oproti statickým mnohem přesnější ve vyhodnocování elastických konstant nad T_g , protože relaxační moduly jsou přímo definované jako funkce frekvence. Dále dokáží oddělit adiabatickou a nepružnou složku totální deformace, proto jsou vhodné pro stanovení elastických konstant nad T_g . Pro tyto testy je nezbytné vykázat velmi vysokých frekvencí, neboť podle prováděných měření [7] nejsou pro stanovení modulů pružnosti skloviny dostatečné ani hodnoty frekvence 23 MHz [46]. Ve skutečnosti nad T_g jsou měřeny tzv. hodnoty relaxačních modulů [22]. Z experimentálních výsledků [33, 34] bylo vypořazováno, že relaxační modul je efektivním prostředkem pro popis tuhosti skloviny.

Elastické moduly získané různými experimentálními metodami jsou vyobrazeny na obr. 8, hodnoty elastických konstant byly stanoveny metodou stlačování válečku ve viskozitním intervalu $10^5 - 10^{12}$ Pa s [14, 31] a metodou rezonanční ultrazvukové spektroskopie v rozsahu viskozit $10^2 - 10^{12}$ Pa s (v rozsahu frekvenčního pásma 0,5, 2, 4 a 8 MHz) [7]. Výsledné hodnoty elastických modulů pružnosti byly porovnány s metodou „Brillouin scattering spectroscopy“ (při pracovní frekvenci 20 GHz [22]). Teplotní závislosti vypočtených

elastických modulů pružnosti, užitím metody stlačování válečku, odpovídají do značné míry předpokladům. S rostoucí teplotou dochází k jejich poklesu, nejvýraznější pokles modulů vyplývá z měření pomocí ultrazvukové spektroskopie.



Obr. 8. Závislost elastických modulů na teplotě [50]

Závěrem je nutno poznamenat, že měření teplotních závislostí elastických konstant za vyšších teplot je problematické. Pozoruhodné je teplotní rozmezí průběhu Poissonova čísla v rozsahu 0,218 – 0,255, odpovídající intervalu teplot 20 – 1000 °C, uváděná Duffrenem [22].

2.4 Toková charakteristika skloviny

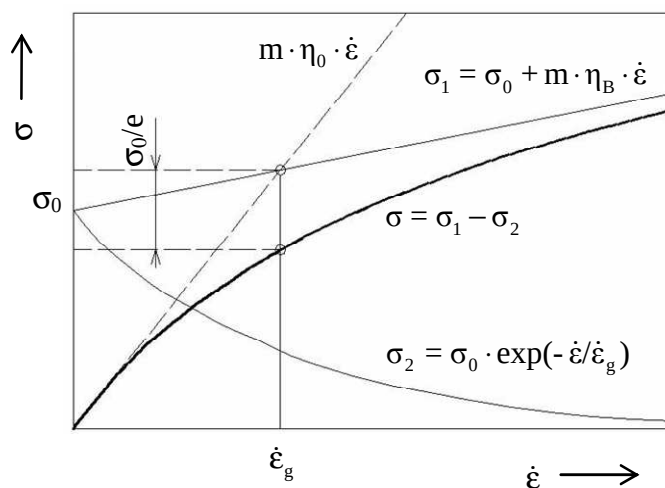
Dostatečná znalost deformačního chování skloviny v průběhu lisovacího cyklu je nezbytným faktorem pro docílení požadovaného finálního tvaru výlisku při dosažení optimálních technologických parametrů. V řadě publikací, obzvláště starších, byla studie reologie skloviny omezena pouze na zkoumání rovnovážné newtonské viskozity a její závislosti na teplotě, chemickém složení a času [13]. Experimenty byly často prováděny stlačováním skleněného válečku mezi paralelními plochými čelistmi za nehomogenní teploty tvarovacích nástrojů a vzorku. Cílem studie tvarování skloviny za neizotermických podmínek bylo na jedné straně přiblížení se ke skutečnému lisování (forma – razník), na straně druhé stanovení materiálových vlastností skla a řešení přestupu tepla ze skloviny do formy. Ve všech laboratorních měřeních byly aplikovány malé rychlosti stlačení, u kterých bylo zajištěno, že sklovina bude vykazovat newtonský charakter toku a nebude docházet k výskytu prasklin ve vzorku.

Oblast výzkumu reologického chování skloviny během tvarovacího cyklu se v posledních letech více orientuje na zkoumání nelineárního tokového chování [12, 84, 96]. Nelineární vývoj toku skloviny je zapříčiněn především vysokými rychlostmi lisování, které se používají

v reálné automatizované výrobě skleněných výlisků [9, 49, 93]. Pokusy s tvarováním skloviny v laboratorních podmínkách, kdy stlačení vzorku probíhá při značně vysokých rychlostech, přináší porozumění a objasnění termínu „zpracovatelnost“ skloviny [34]. Experimentálním vyšetřováním mohou být stanoveny hranice mezi dobrou a špatnou zpracovatelností skloviny. Zhoršená zpracovatelnost, jež je důsledkem visko-elastického chování tvarované skloviny, má tendenci projevu ve formě vrásek („fléry“) na povrchu výrobku či vznik vlasových trhlin, popř. křehkého lomu [12].

Tyto charakteristické reologické vlastnosti jsou nejjednodušeji měřitelné metodou stlačování válečku [14, 76]. V případě specifických požadavků jsou dále k dispozici metody s cyklickým zatěžováním [2, 52] nebo metody na bázi ultrazvukových vln [7].

Rozdělení reologického chování skloviny během tvarovacího cyklu je značně závislé na hloubce pojetí řešeného problému. Podrobnou analýzu tokového chování zpracoval, na základě rozsáhlých laboratorních měření, Brückner et al. [95, 96], který následně interpretoval tok skloviny při nízkých rychlostech deformace jako výsledek rovnovážné newtonské viskozity. Za extrémně vysokých rychlostí v procesu lisování popsal tok skloviny plastickou Binghamovou tekutinou. Obě křivky pak spojuje přechodový úsek, jenž je charakteristický poklesem viskozity skloviny v závislosti na rostoucí rychlosti deformace („shear thinning“ efekt). Důvodem této anomálie je uvolnění naakumulované elastické energie, které je způsobeno kombinací účinků nenewtonského toku a poklesem vazkosti skloviny s rostoucí rychlostí deformace vlivem disipace mechanické energie, přičemž obě tyto vlastnosti jsou výrazně závislé na složení a struktuře skla [14]. Grafické znázornění vyjadřující průběh toku skloviny během tvarovacího procesu je schematicky zakresleno na obr. 9, zpočátku se napětí zvyšuje lineárně, následuje nelineární oblast a opět lineární úsek při velmi vysokých rychlostech [13, 95].



Obr. 9. Schématické znázornění toku skloviny ve vazbě na rostoucí rychlost deformace

Matematický zápis věrohodně reprezentující tokové chování skloviny v celém intervalu rychlostí deformace, za předpokladu, že nenewtonský tok je založen na visko-elasticitě a anizotropickém toku [12, 95], vyplývá přímo z následující rovnice, jež je považována za hlavní rovnici toku [12, 95]

$$\sigma = m \cdot \eta_B \cdot \dot{\epsilon} + m \cdot \dot{\epsilon}_g \cdot (\eta_0 - \eta_B) \cdot [1 - \exp(-\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_g)], \quad (21)$$

kde σ_0 je axiální napětí, $m = 3 \cdot [1 + R^2/(2 \cdot h(t)^2)]$ je geometrický faktor válcových vzorků platící za nesmýkavých podmínek [14]. Zavedením konstant a, b a c , které jsou závislé na viskozitě a chemickém složení skla, lze provést přepis rovnice (21) do následujícího tvaru

$$\sigma = a \cdot \dot{\epsilon} + b \cdot (1 - \exp(-c \cdot \dot{\epsilon})), \quad (22)$$

Průběh toku lze rozdělit na tři oblasti. Každá část je popsána příslušnou rovnicí toku [95].

▪ Oblast nízkých rychlostí deformace

Při nízkých rychlostech deformace rovnice (22) přejde v lineární závislost $\sigma = \dot{\epsilon} \cdot (a + b \cdot c)$ a její derivací je získán vztah pro výpočet rovnovážné newtonské viskozity

$$\eta_0 = \frac{1}{m} \cdot \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} \right)_T, \quad (23)$$

$$\eta_0 = (m \cdot \eta_\infty + \sigma \cdot c) / m, \quad (24)$$

▪ Oblast značně vysokých rychlostí deformace

V poslední oblasti, kdy tvarování skloviny probíhá za vysokých rychlostí a pro popis tokového chování lze využít pružně-vláčnou látku, rovnice (22) přejde opět do lineární formy $\sigma = \dot{\epsilon} \cdot a + b$. Konstantou b lze vyjádřit podobnost s mezním napětím σ_0 čistě vláčné hmoty. Reologické chování lisované skloviny je charakterizované Binghamovou viskozitou

$$\eta_B = \frac{1}{m} \cdot \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} \right)_T = \frac{a}{m}, \quad (25)$$

▪ Přechodová oblast

Nejintenzivnější tok skloviny při procesu tvarování probíhá v této přechodové oblasti. Toková rovnice popisující skutečné reologické chování skloviny je totožná s rovnicí (21), z níž vyplývají vztahy pro skutečnou η_{tru} a zdánlivou viskozitu η_{app}

$$\eta_{tru} = \eta_B + (\eta_0 - \eta_B) \cdot \exp(-\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_g), \quad (26)$$

$$\eta_{app} = \eta_B + (\eta_0 - \eta_B) \cdot [1 - \exp(-\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_g)] \cdot \dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_g, \quad (27)$$

přičemž $\dot{\epsilon}_g = \sigma_0 / [m \cdot (\eta_0 - \eta_B)]$ značí normalizovanou rychlost deformace [13]. Tato charakteristická hodnota je situována do středu přechodové oblasti a to do průsečíku mezi rovnovážnou a Binghamovou viskozitou, jak dokumentuje obr. 9.

Velmi zajímavým aspektem je, že průběh křivek zdánlivé a skutečné viskozity se v přechodové oblasti výrazně odlišuje, přičemž průběh zdánlivé viskozity nabývá vždy vyšších hodnot než skutečné. Naopak přiblížení obou průběhů viskozit nastává při nízkých (téměř nulových) rychlostech a současně při rychlostech blížící se nekonečné hodnotě.

Další možný způsob vyjádření reologických pochodů, tj. závislosti napětí na rychlosti deformace, je prostřednictvím analytických rovnic [13, 19, 37]

$$\text{Waele - Ostwald} \quad \dot{\varepsilon} = A_2 \cdot \sigma^{n_1} / \eta_0, \quad (28)$$

$$\text{Eyring} \quad \dot{\varepsilon} = (A/\eta_0) \cdot \sinh(\sigma/A) \quad (29)$$

$$\text{Gutzow a kol.} \quad \dot{\varepsilon} = (A_1/\eta_0) \cdot \sinh(\sigma/A_1) \cdot \exp(-\Gamma_0 \cdot \dot{\varepsilon}), \quad (30)$$

$$\text{Cross} \quad (\eta - \eta_B)/(\eta_0 - \eta_B) = (1 + \beta \cdot \dot{\varepsilon}^n)^{-1} \quad (31)$$

$$\text{Bottinga} \quad \lg(\eta/\eta_0) = a + b \cdot \sigma^2. \quad (32)$$

kde $A, A_1, A_2, n, n_1, \Gamma_0, a, b$ jsou konstanty. Hlavní nevýhoda analytických funkcí je, že jimi nelze s dostatečnou přesností aproximovat naměřené výsledky nenewtonského toku v celém intervalu deformačních rychlostí [95].

2.5 Relaxace napětí ve skle a vznik trhlin

Ve visko-elastické teorii [25] hraje důležitou roli relaxace a retardace, jež popisují chování materiálů po deformaci, resp. po působení konstantního silového účinku. Souběžně s relaxací napětí ve skle probíhá mnohem pomaleji i relaxace struktury skla, což v případě, že měřené sklo není stabilizováno, poměrně výrazně komplikuje stanovení času potřebného k odrelaxování napětí ve tvarované hmotě [82].

Chování skutečného visko-elastického materiálu lze relativně výstižně popsat prostřednictvím paralelního spojení několika Maxwellových modelů či pomocí Kelvinových modelů zapojených za sebou. Pro popis relaxace napětí se jako nejvhodnější jeví aplikace obecného Maxwellova modelu, který je kombinací paralelního uspořádání většího počtu Maxwellových elementů [67]. Relaxace napětí visko-elastického tělese se řídí vztahem [88]

$$\sigma = \sigma_0 \cdot e^{-E \cdot t/\eta}, \quad (33)$$

kde poměr $t_r = \eta/t$ vyjadřuje relaxační dobu, tj. čas potřebný k poklesu napětí z počáteční hodnoty na konečnou hodnotu $1/e$ odpovídající původní hodnotě na počátku procesu, tedy přibližně doba, kdy $\sigma/\sigma_0 = 1/e \approx 0,3679$.

Při překročení kritického napětí, které je iniciováno nadkritickou rychlostí lisování a to zejména na hranici nižších teplot, může docházet ke vzniku trhlin (prasklin), tzn. střížné napětí je uvolněno rychlým křehkým lomem, protože nemohlo být vyrovnáno vlastním tokem [65]. Teorie vzniku trhlinek u skleněných vláken byla na základě obsáhlých experimentálních měření podrobně rozpracována Millsem [10, 57], jehož závěrem je poznatek, že na vznik trhliny při lisování má dominantní vliv velikost použité střížné rychlosti [87]. Trhlina jako vrub snižuje pevnost výrobku a představuje nepřekonatelnou hranici technologických režimů. Pouze ve výjimečných případech se připouštějí drobné povrchové trhlinky, které mohou být zahlazeny termickou nivelizací [87].

V oblasti transformačního intervalu je viskózní tok skloviny výrazně překryt elastickou složkou deformace, jejíž účinek výrazně stoupá s rostoucí tvarovací rychlostí [47, 51]. Praskliny vznikají tehdy, pokud je narušena kohezní pevnost skloviny – místo tečení dochází k totální destrukci vzorku [77]. Naopak při nízké či konstantní lisovací rychlosti relaxuje

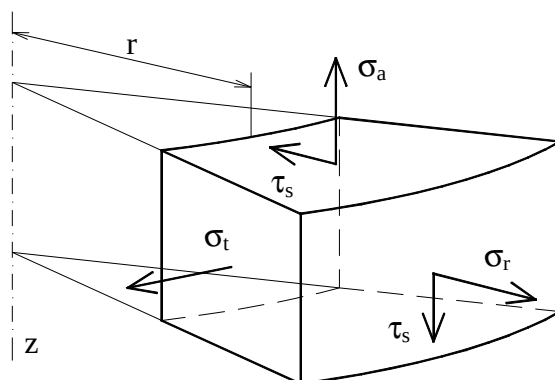
vzniklé napětí viskózním tokem a ke vzniku praskliny nedochází. Vztah pro výpočet kritické rychlosti toku skloviny byl odvozen Coenenem [15], který jeho aplikací na optickou sklovinu stanovil kritickou rychlost při lisování výlisků.

Při izotermickém lisování skloviny, užitím metody stlačování skleněného válečku, je nebezpečí vzniku trhlin v místě vzniku největšího napětí, tj. na obvodu vzorku [15, 76, 77]. Podobných axiálních trhlin bylo docíleno při experimentálních pokusech stlačování skleněných válcových vzorků při viskozitě $10^8 - 10^{11}$ Pa s, kde proces deformace končil výskytem první trhliny [34]. Laboratorní zkoušky byly prováděny za podmínky, že deformace vzorku byla jen do 30-ti % původní velikosti (modifikace Nadaiova řešení [63]), aby se deformace projevovala jen nárůstem soudkovitého tvaru (z původního válcového), čehož bylo docíleno pevnou adhezní vazbou mezi vzorkem a lisovacími čelistmi.

Ačkoliv při laboratorních zkouškách převládá vznik axiálních trhlin na obvodu válcového vzorku, mohou se vyskytnout i obvodové trhliny u okraje čela, které ve svých obsáhlých výzkumech prokázali autoři Rekhson a Sakoske [77]. Tyto defekty jsou způsobeny překročením smykového napětí na rozhraní mezi tvarovací formou a skleněným válečkem.

Podobné typy křehkých lomů se objevily i při lisování materiálů typu mramor a vápenec, jak je uvedeno v [63]. Hessenkemper a Brückner publikovali ve svém odborném článku [34] pouze jeden případ vzniku obvodové trhliny, jež měla původ na hraně čela vzorku a dále probíhala příčně přes celý válcovitý obvod vzorku. Laboratorní vzorek byl z čiré skloviny float a teplota odpovídala viskozitě 10^{10} Pa s, rychlost lisování byla $v = 0,005 \text{ mm s}^{-1}$ a proces tvarování končil při 70% deformaci původní výšky vzorku. Tento typ defektu, detailně popsáný v [34, 76] je pozorován výhradně při vysokém stupni stlačení, které neumí matematická analýza věrohodně popsat.

Studie vzniku prasklin vyžaduje znalost rozložení napětí uvnitř skleněného válečku v průběhu vlastního tvarovacího procesu. Jednotlivé složky napětí lze vyjádřit prostřednictvím Nadaiových rovnic [63], jež byly vytvořeny na základě laboratorních experimentů při stlačování plochých válečků mezi paralelními lisovacími čelistmi a umožňují popsat rozložení napětí uvnitř tvarované skloviny (obr. 10) – ovšem za předpokladu, že nedochází k nárůstu stykové plochy vzorku, tzn. deformace se projevuje soudečkovitostí vzorku.



Obr. 10. Rozložení napětí uvnitř stlačovaného válečku

Složky napětí v radiálním σ_r , tangenciálním σ_t , axiálním směru σ_a a smykové napětí τ_s jsou definovány vztahy

$$\sigma_r = \sigma_t = \frac{3 \cdot \eta \cdot v_0}{4 \cdot h_N^3} (r^2 - R^2 - 4 \cdot z^2 + 2 \cdot h_N^2), \quad (34)$$

$$\sigma_a = \frac{3 \cdot \eta \cdot v_0}{4 \cdot h_N^3} (r^2 - R^2 + 2 \cdot z^2 - 4 \cdot h_N^2), \quad (35)$$

$$\tau_s = -\frac{3 \cdot \eta \cdot v_0}{2 \cdot h_N^3} \cdot r \cdot z, \quad (36)$$

kde R je původní poloměr vzorku, $h_N = h/2$ je polovina výšky vzorku, $v_0 = \dot{h}/2$ je axiální deformační rychlost, r a z jsou radiální a axiální souřadnice (použité značení je v souladu s názvoslovím Nadaiovy teorie).

Za účelem stanovení velikosti působícího tahového napětí během tvarovací procedury byly rovnice (34-36) Brücknerem a Hessenkemperem zmodifikovány, následně aplikovány pro metodu stlačování válečku. Tahové napětí je dáno vztahem [34]

$$\sigma_t(t) = F(t) \cdot \frac{2 \cdot R^2 \cdot [(h_0/h(t))^{1.5} - 1] + h(t)^2}{V \cdot [V/(\pi \cdot h(t)^2) + 2 \cdot h(t)]}, \quad (37)$$

Z [14] vyplývá, že velikost tahového napětí nezávisí pouze na působící lisovací síle, ale také na počáteční (h_0, R) a konečné $h(t)$ rozměrové geometrii vzorku.

Matematická analýza, která je založena na předpokladu adheze skleněného vzorku k lisovací formě, vede k tvrzení, že maximální tahové napětí se objeví v horizontální rovině symetrie stlačovaného vzorku. Toto maximální tahové napětí je normálové napětí v tangenciálním směru. V okamžiku registrace první trhliny je rovno mezi pevností [32], [34], [49] a lze ho vyjádřit následujícím způsobem

$$\sigma_t(t)_{max} = \frac{3 \cdot \eta(t) \cdot \dot{h}}{h(t)^3} \left[\exp \left(-\frac{3}{2} (\ln h(t) - \ln h_0) + 2 \cdot \ln R \right) - R^2 + \frac{h(t)^2}{2} \right], \quad (38)$$

Naopak ke vzniku obvodové trhliny dojde pouze v případě, že maximální smykové napětí překoná maximální tahové napětí. Smykové napětí má výrazný vliv pouze při velkých deformacích, to znamená, že jeho hodnota značně narůstá s klesající výškou vzorku. Svého maxima nabývá v kontaktu hrany vzorku s tvarovací čelistí. Výpočet maximálního smykového napětí je doložen vztahem [34]

$$\tau_{s_{max}} = \frac{3 \cdot \eta(t) \cdot v_0}{2 \cdot h(t)^2} \exp \left[-\frac{3}{4} \left(\ln h(t) + \frac{1}{2} - \ln h_0 - \frac{h(t)^2}{2h_0^2} \right) + \ln R \right]. \quad (39)$$

3 METODIKA ZKOUMÁNÍ REOLOGICKÉHO CHOVÁNÍ

Pro stanovení reologických charakteristik je dnes k dispozici celá řada prací renomovaných autorů, které jsou využitelné pro formulaci teoretických východisek řešení a pro fyzikálně korektní vyhodnocení experimentálních dat.

Velmi prospěšná je konfrontace koncepčních přístupů v uplatněných publikovaných výstupech týkající se volby a aplikace metodiky měření jednotlivých dílčích reologických vlastností skloviny.

3.1 Rozbor experimentálních metod

Jednou z reologických metod pro stanovení tokových vlastností skloviny je aplikace experimentální metody založené na principu tahové zkoušky [48, 86, 94] za účelem získání newtonské a nenewtonské viskozity skloviny v průběhu tvarování. Další možnou variantou určení toku skloviny je využití rotačních viskozimetrů, kterými je možno sklovinu tvarovat extrémně vysokými smykovými rychlostmi, ale tento princip je vhodný převážně pro oblast nižších viskozit [86]. Podstatnou výhodou výše uvedených metod je, že se vyhodnocuje pouze prostý tah nebo smyk, protože tok skloviny se realizuje v celém příčném průřezu vzorku. Naopak značnou nevýhodou provázející tahové či smykové metody je omezení na získání pouze newtonské a nenewtonské viskozity [14].

Na rozdíl od předešlých vědeckých postupů existuje komplexní metoda tvarování dávky skloviny mezi neohrazenými paralelními deskami, která byla původně vyvinuta jen pro určení newtonské viskozity [27, 39, 83], resp. pro identifikaci toku skloviny [32, 49, 86]. Později byla tato metoda za pomoci rozsáhlých analytických přístupů aplikována i na výzkum dalších významných reologických vlastností – tokových charakteristik ($\sigma - \dot{\epsilon}$), viskoelastických projevů skloviny a relaxačních modulů [97]. Tato metoda se osvědčila i pro identifikaci vzniku prvních trhlin při tvarování v důsledku překročení kritické lisovací rychlosti [33, 34]. Zpracování skloviny lisováním je totiž z praktického hlediska nejbližší k průmyslově aplikovaným postupům a praktickým problémům, jelikož pevnost skla v tlaku je několikanásobně vyšší než v tahu.

Mezi přední výzkumníky, kteří sledovali charakter toku skloviny, ale především závislost lisovací rychlosti a síly, patřili Kent s Rawsonem [39]. Při laboratorních zkouškách lisovali malé dávky skloviny za přesně definovaných počátečních podmínek. Tvarovali válečky skloviny o hmotnosti 25 g mezi temperovanými litinovými deskami. Obdobnou metodu pro vyšetřování reologických charakteristik využil Schumacher [83], který lisoval navíc i destičky složené ze stavených proužků různobarevné skloviny, což umožnilo mnohem lépe sledovat tečení skloviny.

Metodu stlačování válečku uplatnily ve svých výzkumech kolektivy vědců vedené Brücknerem [9, 14, 97] a Rekhsonem [76, 78, 79]. Dávka skloviny byla tvarována mezi rovnoběžnými lisovacími čelistmi při poměrně vysokých rychlostech stlačování.

Problematikou vyhodnocování elastických konstant za vyšších teplot se zabývali autoři [31]. Jejich laboratorní měření, prováděné metodou stlačování válečku (ve viskozitním intervalu $10^5 - 10^{12}$ Pa s) a metodou ultrazvukové rezonanční spektroskopie v rozsahu frekvenčního pásma 0,5, 2, 4 a 8 MHz (ve viskozitní oblasti $10^2 - 10^{12}$ Pa s, vzorkovací frekvence 100 MHz), jsou do značné míry v souladu s publikovanými výstupy [22] a

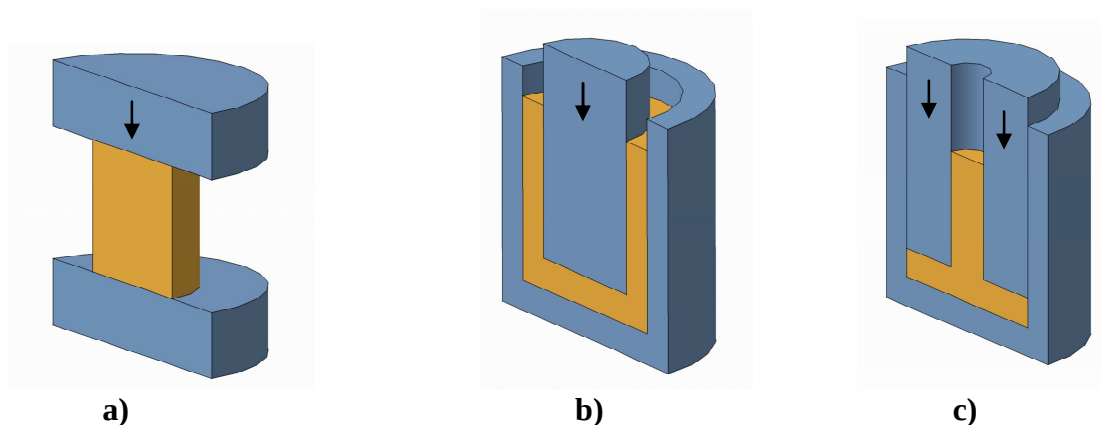
poukazují především na problémy s vyhodnocením elastických modulů při vyšších teplotách, kde dochází k jejich poklesu a především překrytí viskózním tokem.

3.2 Použitá experimentální metoda

Na základě zevrubného rešeršního rozboru a dále z provedené podrobné analýzy citlivosti numerické simulace procesu tvarování na stabilitu okrajových podmínek a proměnlivost materiálových vlastností během tvarování, vyplynula nutnost orientace na výzkum reologických charakteristik v oblasti nižších teplot, což sehrálo dominantní roli při výběru experimentální metody. Dalším aspektem při výběru metody bylo využití laboratorního zařízení (lis LLOYD LR50K plus), které bylo k dispozici na pracovišti KSR na TU v Liberci.

Na obr. 11 je vyobrazen přehled experimentálních metod týkajících se měření reologických vlastností skloviny v širokém teplotním tvarovacím intervalu $10^2 - 10^{10}$ Pa s při zatížení tlakem, které by mohly být realizovatelné v daných laboratorních podmínkách. Přestože se jedná o tři, resp. dvě, podobné metody, tak se tvarovaná hmota u každého z daných principů nachází v jiné viskozitní konzistenci, proto odpovídající teplotní interval, jenž je možné danými metodami vyšetřit, je nezbytné rozdělit na dvě základní oblasti:

- první teplotní oblast (korespondující s intervalem viskozit $10^7 - 10^{10}$ Pa s) je orientována na tvarování dávky skloviny za vyšších viskozit, pro sledované teplotní pole bude možno využít metody pro měkké visko-elastické materiály [25], [28], tedy metodu stlačování válečku (obr. 11-a);
- druhá viskozitní oblast je určena pro měření visko-elastických vlastností materiálů za vysokých teplot (viskozitní interval $10^2 - 10^{10}$ Pa s). Z důvodu příliš vysoké teploty a působící gravitační síly je nezbytné, aby dávka skloviny byla uzavřena v tvarovací formě zabraňující samovolné deformaci vzorku ještě před počátkem měření. Za tímto účelem se využívá metody stlačování hmoty mezi souosými válci (obr. 11-b) nebo též varianty zpětného protlačování, jak dokumentuje obr. 11-c.



Obr. 11. Experimentální metody pro zatížení tlakem; a) stlačování mezi rovnoběžnými deskami; b) stlačování mezi souosými válci; c) varianta zpětného protlačování

Vzhledem k nedostatečným materiálovým znalostem chování skloviny za nižších teplot, byla v disertační práci soustředěna pozornost autora na měření visko-elastických závislostí v oblasti vyšších viskozit ($10^7 - 10^{10}$ Pa s) a pro jejich stanovení bylo využito technologie

tvarování skloviny lisováním – konkrétně metody stlačování válečku mezi rovnoběžnými rovinnými lisovacími čelistmi [14, 76]. Tato technologie je účinným nástrojem pro vyšetřování materiálových vlastností, neboť dovolí objasnit teplotní závislost relaxačního modulu na spodní hranici tvarovacího intervalu. Dále metoda poskytuje informace ohledně toku skloviny při různých lisovacích rychlostech a umožňuje dodatečné stanovení kritické rychlosti lisování, při které se napětí vyrovná ještě tokem nebo už velmi rychlým lomem.

3.3 Experimentální pracoviště

Pro měření reologických parametrů je využíváno zařízení, které bylo pro tento účel vybudováno na pracovišti katedry. Ústřední částí experimentálního pracoviště je laboratorní lis LLOYD – Instruments typu LR50K plus (specifické parametry zařízení jsou uvedeny v tab. 6) vybavený speciálními lisovacími čelistmi a odporovou polohovatelnou píčkou s příslušenstvím (obr. 12). Dále je do pracoviště zakomponována měřicí a výpočetní technika pro záznam vývoje lisovací síly v průběhu tvarovacího procesu a teplot v okolí vzorku včetně obou tvarovacích čelistí. Pro případný přehřev skleněných válečků a chlazení výlisků je do pracoviště včleněna druhá píčka.

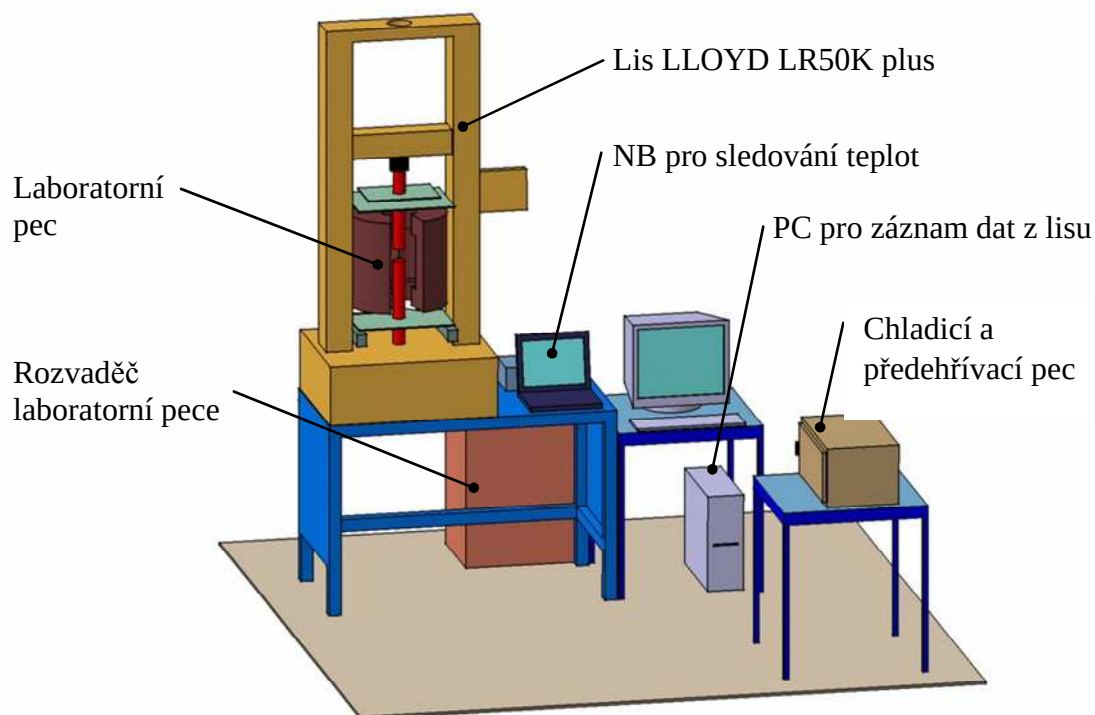
Tab. 6. Parametry laboratorního zařízení

LLOYD LR50K plus	
<i>Jmenovitá síla</i>	50 kN
<i>Minimální rychlost příčnicku</i>	$1,6 \cdot 10^{-5} \text{ mm s}^{-1}$
<i>Maximální rychlost příčnicku</i>	$8,5 \text{ mm s}^{-1}$
<i>Pohyblivá část lisu</i>	horní příčnick

Tvarovací čelisti byly navrženy na základě rozboru teoretických poznatků v řešení dané problematiky s ohledem na minimalizaci mechanické korekce i za zvýšených teplot, důraz byl kladen na jednoduchost montáže a demontáže s ohledem na předpokládanou četnost nastavování. Lisovací nástroje byly vyrobeny ze žáruvzdorné austenitické chromniklové ocele AKC s teplotní odolností do 1100 °C. Konstrukční řešení horní a dolní čelisti je analogické, přičemž horní čelist je pohyblivá. Dolní nepohyblivá čelist je umístěna na vyrovnávacím suportu, jenž umožňuje kalibraci paralelnosti a souososti tvarovacích forem. Z důvodu minimalizace přestupu tepla do měřicí aparatury byla horní čelist zakončena soustavou slídových podložek s válcovým ocelovým mezičlenem s drážkováním, celý tento komplex je navíc ještě ochlazován vzduchem. Spodní čelist je řešena obdobně, až na chlazení.

Speciální vertikálně polohovatelná píčka firmy ELSKLO, typu TVTO 3 (1100 °C/1,6 kW), zajišťující ohřev skleněných válečků je řešena jako válcová pec, která je rozdělena svislou rovinou na dvě části umožňující její snadné otvírání a zavírání. Svislé polohování píčky je zajištěno závitovou tyčí se soustavou matic, tímto jednoduchým systémem byla zajištěna maximalizace symetrie teplotního pole. Celý tento mechanismus je umístěn na horizontálním teleskopickém pojezdu umožňující dostatečný přístup k lisovacím nástrojům za účelem snadné montáže a jednoduché kalibrace. Vytápění pece je zajištěno třemi topnými elementy umístěnými po vnitřním obvodu pracovní komory. Regulace teplot je realizována prostřednictvím společného regulátoru laboratorní pece. Ke každé topné spirále je přidělen

kontrolní plášťový termočlánek. Při vlastním měření jsou obě lisovací čelisti uzavřeny v prostoru pece a tvoří souosou soustavu. Pecní prostor mezi oběma čelistmi je vyplněn žáruvzdorným materiálem, jenž zabraňuje nežádoucímu úniku tepla.



Obr. 12. Prostorové schéma uspořádání experimentálního pracoviště

3.4 Popis použité metodiky měření

Vytvoření experimentálního plánu předcházelo množství prvotních měření, jejichž hlavním cílem bylo odladění celé metodiky měření reologického chování skloviny. Počáteční experimenty byly realizovány s rozličnými rozměrovými velikostmi vzorků ze sodno-draselné skloviny. Na základě prvotních laboratorních experimentů, důkladné analýzy zkoumané problematiky reologického chování skloviny při vyšších teplotách a následných konstrukčních úpravách lisovacího zařízení, byl vytvořen systematický experimentální pracovní plán odpovídající parametrům tvarovacího stroje. Kompletní souhrn uskutečněných experimentů vybraných sklovin včetně aplikovaných vstupních parametrů je uveden v tab. 7. Experimentální plán byl navržen s ohledem na zajištění jednotné rozměrové charakteristiky vzorků, výjimku tvoří z technických důvodů vzorky zelené obalové skloviny.

Jednotlivé série experimentů, jež vždy odpovídaly zvolené pracovní viskozitě, byly prováděny za relativně shodných počátečních podmínek, z důvodu možnosti porovnání materiálových parametrů u jednotlivých zkoumaných sklovin ve vztahu k rychlosti lisování.

V průběhu realizace experimentů byla snaha o zajištění a dodržení následujících výchozích kritérií:

- analýza sklovin v rozsahu stejných dynamických viskozit;
- zachování rozměrové jednotnosti skleněných vzorků;
- aplikace (v rámci možností) shodných lisovacích rychlostí při jednotlivých sériích měření.

Tab. 7. Přehled realizovaných experimentů včetně vstupních parametrů

η_0 [Pa s]	Sklovina olovnatý křišťál	Sodno-draselná sklovina	Čirá sklovina float	Zelená obalová sklovina
$10^{7,5}$	611 ¹ 0,1-0,3-0,5-1-2-4-6-8 ² $\varnothing 20 - 20^3$	653 0,5-1-2-4 $\varnothing 20 - 20$	683 0,5-1-2-4 $\varnothing 20 - 20$	695 0,5-1-2-4 $\varnothing 15 - 10$
10^8	587 0,5-1-2-4-8 $\varnothing 20 - 20$	630 0,5-1-2-4 $\varnothing 20 - 20$	662 0,5-1-2-4 $\varnothing 20 - 20$	675 0,5-1-2 $\varnothing 15 - 10$
10^9	544 0,5-1-2 $\varnothing 15 - 10$	589 0,2-0,3 $\varnothing 15 - 10$	623 0,1-0,2-0,4 $\varnothing 15 - 10$	639 0,4-0,8-1-1,2 $\varnothing 15 - 10$
10^{10}	507 0,1-0,2-0,5 $\varnothing 15 - 10$	554 0,05 $\varnothing 15 - 10$	591 0,05 $\varnothing 15 - 10$	608 0,2 $\varnothing 15 - 10$

Pzn.: ¹ příslušná teplota odpovídající dané viskozitě [$^{\circ}\text{C}$];

² aplikované lisovací rychlosti [mm s^{-1}];

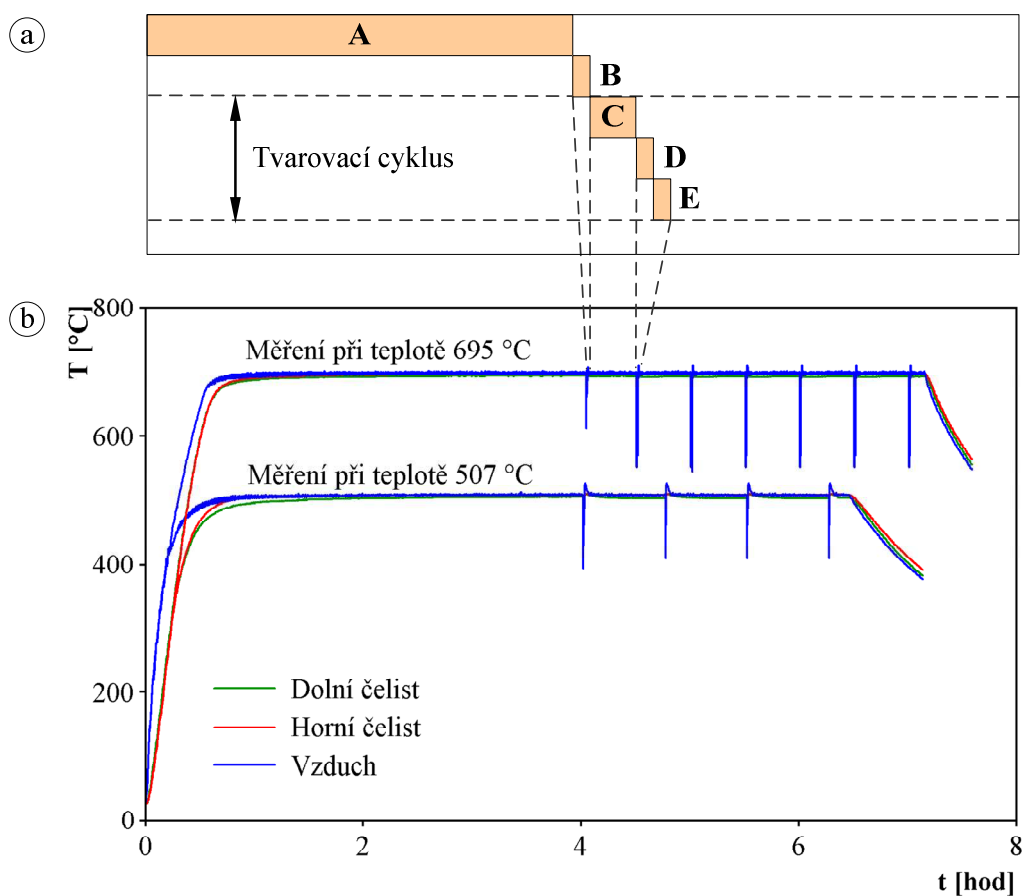
³ charakteristické rozměry použitého skleněného vzorku [mm].

Měření byla prováděna stlačováním skleněných válečků mezi rovnoběžnými rovinnými čelistmi lisovacího stroje (obr. 14) ve viskozitním intervalu $10^7 - 10^{10}$ Pa s, předem definovanou konstantní rychlostí (konstantní lisovací rychlost byla nastavena na stroji jako řídicí hodnota, avšak skutečná rychlost je dána vlastnostmi lisovacího mechanismu ve vazbě na reologickou odezvu tvarované hmoty). Výsledkem laboratorních experimentů byla vždy odezva vnější síly na deformaci vzorku analyzované skloviny pro různé rychlosti pohybu lisovacího razníku. Konkrétní rychlost stlačování závisela především na aktuální pracovní teplotě.

Pracovní proces lze rozdělit na dvě základní fáze. První fáze zahrnuje přípravu pracoviště spočívající především v kalibraci čelistí, kontrole celého systému (utažení závitů apod.) a následném vyhřívání pece včetně lisovacích čelistí na požadovanou pracovní teplotu. Dostatečné ustálení teplot nastane zhruba po 4 hodinách. Poloha pícky se nastavuje ve vazbě na zajištění rovnoměrného rozložení teploty systému, tj. pro dosažení procesu izotermického lisování dávky skloviny.

Druhá fáze pracovního procesu zahrnuje vlastní tvarovací proces včetně manipulace se vzorky. Časový sled jednotlivých pracovních operací tvarovacího procesu dokumentuje schématicky obr. 13-a. Teplota vzorku a obou tvarovacích nástrojů byla průběžně monitorována a zaznamenávána třemi termočlánky typu K v každé sérii měření. Monitoring

vývoje teplot pro dvě vymezené hraniční pracovní teploty (nejnižší a nejvyšší teplota) během jednodenního měření dokumentuje obr. 13-b, ostatní teplotní charakteristiky se nacházejí v prostoru vymezeném příslušnými křivkami.



Obr. 13. a) sled pracovních operací; b) měření teploty v průběhu experimentu

A – vyhřívání pece, B – vložení vzorku (předehřátého nebo nepředehřátého, viz pracovní teplota), C – ustálení teploty uvnitř pece a ve skleněném vzorku, D – vlastní lisování včetně relaxace, E – záměna výlisku za nový vzorek

Pzn.: Rozdílná časová rozteč při jednotlivých teplotách je způsobena odlišnou experimentální metodou, kdy laboratorní vzorky jsou předem předehřívány či nikoli.

Dávka skloviny je vkládána na spodní nepohyblivou čelist lisovacího stroje. Z důvodu nežádoucího přilepení skloviny k tvarovacím formám je mezi vzorek a obě formy vkládán slídový papír Miglasil tloušťky 0,27 mm, jenž po vyhlisování zůstává přilepen ke vzorku. Po vychladnutí vzorku lze slídový papír lehce sejmut, aniž by došlo k poškození finálního výlisku. Namísto slídového papíru byl testován i tenký nerezový plech, ke kterému výlisek zůstával obdobně přilepený, ale i přes veškerou snahu o šetrné sejmutí plechu se na vzorku vyskytovaly vyduuté, vyštípnuté plošky.

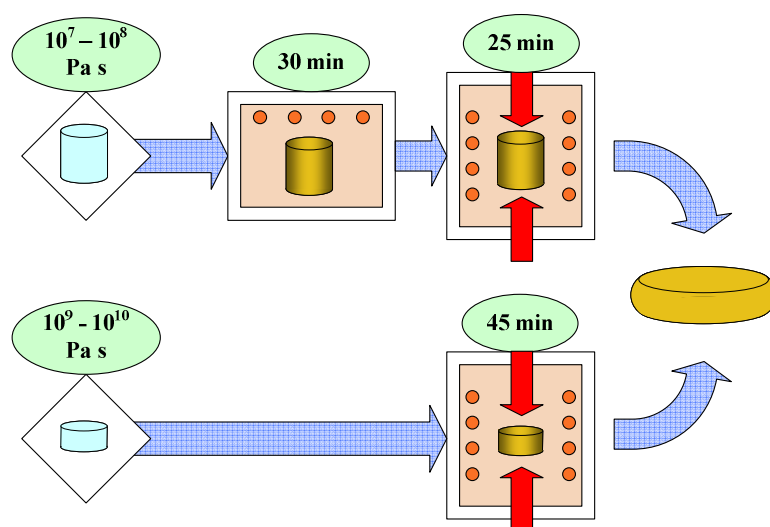
Po stlačení válečku o danou hodnotu deformace je horní lisovací čelist ponechána v dolní úvratí po dobu 120 s, dochází k relaxaci skloviny. Z důvodu časové náročnosti laboratorních

experimentů se osvědčilo předehřívání skleněných válečků, čímž se docílilo zdvojnásobení počtu provedených měření v průběhu jednoho dne.

Pro urychlení experimentů byly vzorky předehřívány v přídavné pídce na požadovanou pracovní teplotu po dobu 30 min. Poté vkládány na spodní pevnou lisovací formu, kde byly ponechány dalších 25 min, aby došlo k ustálení atmosféry v peci a opětovnému vyrovnání teplotních polí uvnitř válečku v důsledku manipulace. Experimentálně bylo zjištěno, že předehřev vzorků je možný pouze pro viskozity pod 10^8 Pa s, jinak (při nižších teplotách) při manipulaci se vzorky docházelo k jejich popraskání. Proto pro interval viskozit 10^9 až 10^{10} Pa s byly vzorky (o pokojové teplotě) vkládány přímo na spodní formu a ponechány 45 min v peci, tím bylo dosaženo jejich dostatečného prohřátí. Posloupnost dílčího výrobního pochodu vedoucí k získání finálního výsledku je schématicky zakreslena na obr. 15.



Obr. 14. Laboratorní lis



Obr. 15. Tok jednotlivých pracovních operací

Měření byla realizována se dvěma rozličnými velikostmi vzorků (viz. tab. 7). Při lisování na viskozitách $10^{7,5}$ a 10^8 Pa s byly použity izometrické vzorky průměru a výšky 20 mm. Pro rozmezí viskozit 10^9 až 10^{10} Pa s byly užity válcové vzorky průměru 15 mm a výšky 10 mm. Skleněné vzorky ze zelené obalové skloviny, jež tvoří výjimku, byly pouze jedné velikosti a to průměru 15 mm a výšky 10 mm. Přesná rozměrová specifikace použitých vzorků vyhodnocovaných sklovin je uvedena v tab. 8. Vzhledem k rozličným rozměrům vzorků některých sklovin byla snaha o dodržení jednotné rozměrové charakteristiky v dané sérii měření, tedy při jedné viskozitě.

Tab. 8. Počáteční rozměrová charakteristika skleněných vzorků

	Výchozí průměr vzorku d_0 [mm]	Výchozí výška vzorku h_0 [mm]
<i>Sklovina olovnatý křišťál</i>	$\varnothing 19,1 \pm 0,1$	$19,7 \pm 0,3$
	$\varnothing 14,5$	$9,6 \pm 0,1$
<i>Sodno-draselná sklovina</i>	$\varnothing 19,9$	$19,8 \pm 0,2$
	$\varnothing 15,3$	$10 \pm 0,1$
<i>Čirá sklovina float</i>	$\varnothing 20,3$	18,45
	$\varnothing 15,3$	9,95
<i>Zelená obalová sklovina</i>	$\varnothing 15,6$	$10 \pm 0,2$

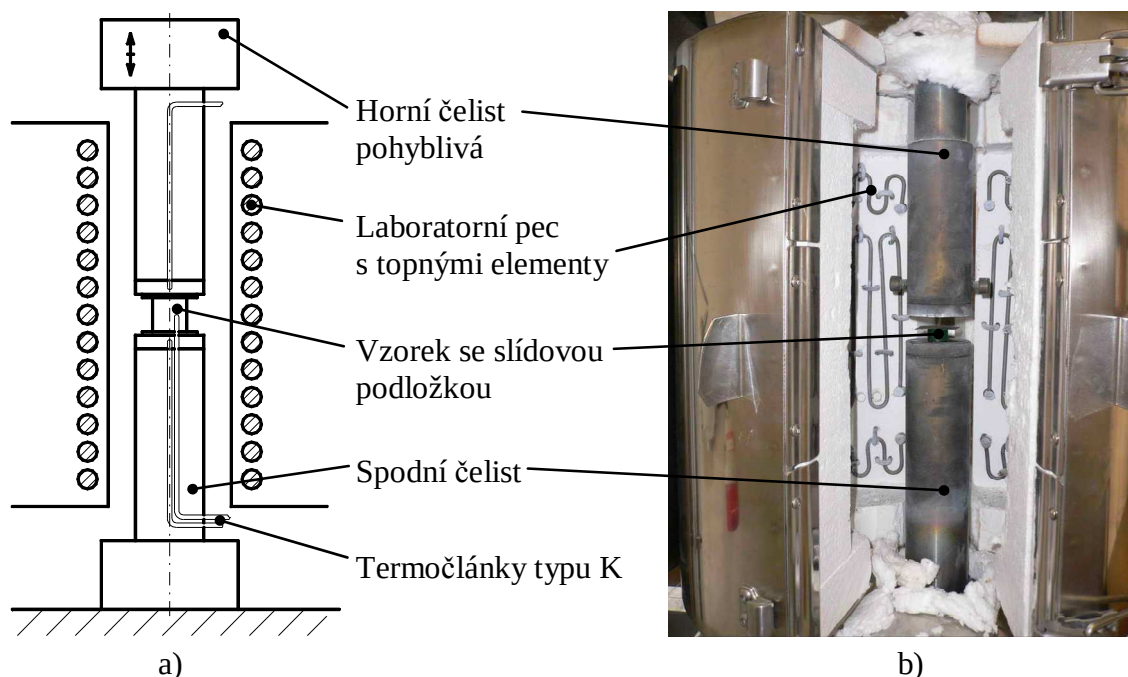
Pzn.: rozměry uvedené bez tolerance jsou s přesností vyšší než 0,05 mm.

Ze statistického hlediska pro zaručení věrohodnosti a přesnosti měření bylo nutné provést opakovaná měření tří až pěti vzorků při stejných počátečních podmínkách. Z důvodu četnosti realizovaných měření bylo pro snímání časového vývoje lisovací síly použito jednotného dynamometru s rozsahem do 50 kN.

3.5 Teoretický základ aplikované metodiky měření

Tato podkapitola poskytuje zevrubně ucelený návod týkající se zpracování a vyhodnocování naměřených dat, která budou uplatněna při výpočtu reologických parametrů reprezentujících chování daných sklovin za vyšších teplot a dále použita pro zpřesnění aplikovaného výpočetního modelu (MKP).

Princip aplikované metody stlačování válečku je vyobrazen na obr. 16. Požadovaným experimentálním výstupem je průběh síly, snímáný siloměrem a vyhodnocovaný v digitální formě pomocí výpočetní techniky, v závislosti na celkové deformaci vzorku při konstantní rychlosti pohybu horní čelisti. Za účelem zpřesnění vyhodnocovaných visko-elastických parametrů skloviny musí být naměřená data ošetřena mechanicko-teplotní korekcí.



Obr. 16. a) schéma; b) skutečnost experimentální metody stlačování válečku

Mechanická korekce naměřených dat zahrnuje deformaci stroje včetně deformací obou lisovacích čelistí. Systémové deformační korekční charakteristiky je možno získat experimentálně, tj. stlačováním ocelového válečku při každé pracovní teplotě nebo prostřednictvím výpočtu pomocí korekční funkce [14] ve tvaru

$$\Delta = a \cdot F(t) + b - \frac{b}{10^{n \cdot F(t)}}, \quad (40)$$

necht' je $n = 0,04$, a , b jsou konstanty závislé na teplotní roztažnosti použité ocele pro výrobu tvarovací soustavy.

Pro přesné a správné stanovení visko-elastické odezvy je nutné stanovit skutečnou deformaci skleněného výlisku, to znamená, od posuvu příčnicku odečíst systémovou deformaci stroje, která je dána vztahem

$$\Delta h = s - \Delta, \quad (41)$$

přičemž Δh je skutečná deformace výlisku, s je celková deformace soustavy včetně vzorku, Δ je systémová deformace stroje.

Vztah pro závislost relaxačního modulu na teplotě je definován jednoduchou diferenciální rovnicí [25, 42, 68] ve tvaru

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t E(t-t') \cdot \dot{\gamma}(t') dt', \quad (42)$$

kde se předpokládá, že $t' \leq t$, $\sigma(t)$ je tlak, $\dot{\gamma}$ je rychlost deformace, t' je doba zpoždění a t je skutečný čas.

Následující derivací vztahu (42) [34] byla získána rovnice pro vyjádření napětí na pružném elementu, jež je známá jako Hookeův zákon $\sigma(t) = E(t) \cdot \dot{\gamma}(t)$, její mírná modifikace a následná aplikace na metodu stlačování válečku při konstantní teplotě vedla k výpočtu okamžitého elastického modulu

$$E(t) = \frac{d\sigma(t)}{d\varepsilon(t)} = d\left(\frac{F(t)}{A(t)}\right) / d\left(\frac{\Delta h(t)}{h(t)}\right), \quad (43)$$

kde je $h(t)$ výška vzorku v čase t , $A(t)$ okamžitá hodnota průřezu vzorku v čase t , $\Delta h = h_0 - h(t)$ okamžitá hodnota výškové deformace a h_0 počáteční výška vzorku.

Výpočet rychlosti deformace vztažené na okamžitou hodnotu výšky vzorku v čase t je dán vztahem

$$\dot{\varepsilon} = \dot{h} / h(t), \quad (44)$$

Při experimentálních pokusech lisování skloviny je třeba řešit geometrický popis toku skloviny a popsat závislosti mezi rychlostí deformace skloviny, zatěžující silou a časem. Řešení, které publikovali autoři [39, 83], má tvar několikanásobných integrálů, lze řešit pouze numericky a je k tomu nezbytná znalost průběhu teploty, resp. dynamické viskozity, ve sklovině v závislosti na čase, kterou lze stanovit pouze na základě experimentálního zjištění.

Matematický popis toku skloviny při procesu tvarování je popsán dvěmi diferenciálními rovnicemi, Navier-Stokesovou rovnicí a rovnicí kontinuity, což je pro exaktní řešení relativně složitý systém. Obecné řešení je zpracováno v [60]. Řada autorů [21, 39, 74, 83, 92] se pokoušela řešit diferenciální rovnice při lisování za stejných zjednodušujících předpokladů a jejich obecná analytická řešení vyústila v následující formulace:

$$\left. \begin{array}{l} \text{Dienes a Klemm} \\ \text{Krause} \end{array} \right\} F = 3 \cdot \eta \cdot V \cdot \dot{h} \frac{V}{2\pi h^5}, \quad (45)$$

$$\text{Wang a McLay} \quad F = 3 \cdot \eta \cdot V \cdot \dot{h} \frac{1}{h^2}, \quad (46)$$

$$\text{Gent} \quad F = 3 \cdot \eta \cdot V \cdot \dot{h} \left(\frac{V}{2 \cdot \pi \cdot h^5} + \frac{1}{h^2} \right), \quad (47)$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{Kent a Rawson} \\ \text{Schumacher} \end{array} \right\} F = 3 \cdot \eta \cdot V \cdot \dot{h} \left(\frac{V}{2 \cdot \pi \cdot h^5} + \frac{2}{3 \cdot h^2} \right), \quad (48)$$

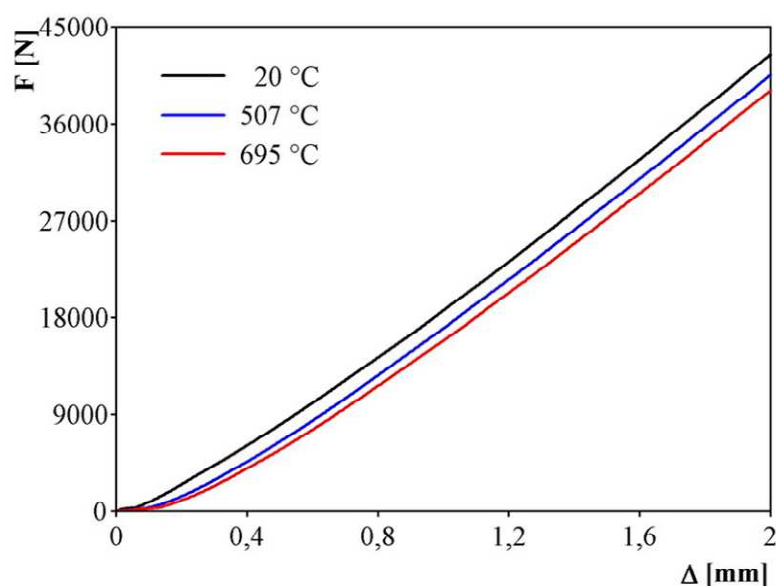
$$\text{Rijmsmus} \quad F = 3 \cdot \eta \cdot V \cdot \dot{h} \left(\frac{V}{4 \cdot \pi \cdot h^5} + \frac{2}{3 \cdot h^2} \right), \quad (49)$$

Podle [14] nejlepší shodu s naměřenými výsledky poskytuje rovnice (47) odvozená Gentem [27], která platí pro nesmýkavý kontakt (forma – vzorek, kde $f = 1$), čili pro případ, kdy nedochází k nárůstu stykové plochy vzorku při tvarování. Další podmínkou zaručující platnost rovnice (47) je, že změna výšky vzorku se děje na velmi krátkém intervalu stlačení a při nízkých rychlostech lisování. Za tohoto předpokladu je možné zanedbat ztráty mechanické energie (disipační energie). Použitelnost a přesnost empirických vztahů umožňujících popis viskózního tečení skloviny bude podrobně ověřena v kapitole 5.2.1, kde výše uvedené výpočtové vztahy budou konfrontovány s experimentálními výsledky.

3.6 Charakteristika zpracování výsledků

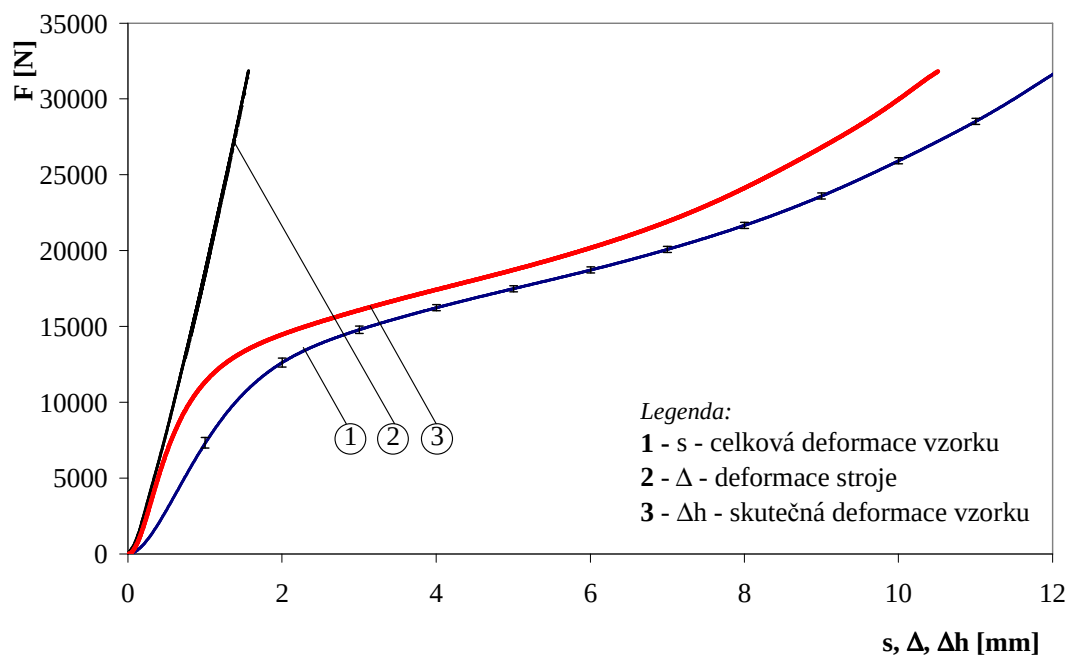
Výstupem realizovaných laboratorních experimentů je průběh lisovací síly v závislosti na celkové deformaci stroje při různých rychlostech stlačení. Pro správnou interpretaci reologických vlastností skloviny je nutné provést korekci naměřených dat, což znamená, že od naměřené celkové deformace musí být odečtena systémová deformace stroje zahrnující i deformace obou lisovacích čelistí. Deformační korekční charakteristiky lze získat prostřednictvím výpočtu (40), ovšem je nutné nadefinovat specifické konstanty použitého materiálu tvarovacích nástrojů nebo experimentálně pro celý měřicí interval teplot. Pro experimentální stanovení deformace stroje byl použit ocelový váleček průměru a výšky 30 mm pro každou pracovní teplotu měření. Korekce systému byla naměřena při jedné rychlosti pohybu razníku $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$. Kalibrační procedura byla prováděna v celém pracovním rozsahu teplot, bylo zohledněno i použití separační slídové vložky.

Z důvodu přehlednosti jsou na obr. 17 vykresleny experimentální průběhy stanovených deformačních charakteristik pouze pro dvě pracovní teploty, které ohraničují teplotní rozsah realizovaných experimentů. Charakteristiky jsou pro srovnání rozšířeny i o systémovou deformaci stroje při 20 °C. Ostatní experimentálně stanovené průběhy korekčních křivek se nacházejí v prostoru vymezeném krajními pracovními teplotami. Z experimentálně naměřených deformačních charakteristik (obr. 17) vyplývá, že tuhost systému v souladu s očekáváním nepatrně klesá s rostoucí teplotou, rozdíly však nejsou výrazné.



Obr. 17. Naměřené deformační charakteristiky soustavy

Předložené deformační charakteristiky jsou užity pro korekci experimentálních průběhů lisovacích sil, jež jsou naměřeny v závislosti na celkové deformaci vzorku s . Odečtením mechanické korekce je získána křivka lisovací síly na skutečném stlačení vzorku Δh , která je výchozím podkladem pro stanovení reologického chování skloviny během celého tvarovacího procesu. Vztah mezi typickými deformacemi a silovým účinkem dokládá obr. 18, průběh síly v závislosti na celkové (křivka 1) a skutečné (křivka 3) deformaci je vykreslen pro sklovinu z olovnatého křišťálu při teplotě 587 °C (10^8 Pa s) a při rychlosti lisování 4 mm s^{-1} (křivka 2 reprezentuje deformační charakteristiku celé soustavy naměřenou při dané teplotě).



Obr. 18. Typický průběh deformací na zátěžné síle při teplotě 587 °C

Naměřené typické průběhy síly v závislosti na skutečné deformaci skleněného vzorku byly dále určujícími charakteristikami pro výpočet relaxačních modulů a pro stanovení viskózního chování sklovin v celém pracovním intervalu viskozit $10^7 - 10^{10}$ Pa s.

4 NUMERICKÁ SIMULACE – MKP

Pro ověření experimentálních výsledků v pozdější fázi tvarování, kde převládající vliv má viskózní tok skloviny, byla aplikována numerická simulace umožňující predikci skutečného deformačního chování skloviny.

I přes obecně rozsáhlou publikační činnost v oblasti tvarování skloviny se vlastní studií odezvy hmoty zabývala pouze značně omezená skupina vědců. Mezi význačné patří především Brückner a jeho vědecký kolektiv [11, 33], kteří se zaměřili na experimentální vyhodnocování reologické odezvy vybraných sklovin v průběhu tvarovacího procesu nad T_g . Zkoumanou problematiku rozdělili na dvě kvantitativně odlišné fáze – oblast elastickou a viskózní [14]. Aplikace numerických simulací na tvarování skloviny je ve většině publikovaných prací spjata s konkrétním případem tvarování, kde slouží především pro základní identifikaci a optimalizaci daného výrobního procesu. Základním nedostatkem publikovaných výstupů z dané oblasti je absence podrobnější specifikace teoretických východisek a předpokladů, které autoři často považují za své „know-how“. Obecná aplikace numerické simulace ve vazbě na studii reologické odezvy zkoumané hmoty je prezentována pouze několika autory [73, 76]. Mezi přední odborníky v oblasti počítačového modelování reologické odezvy skloviny patří Sakoske [76], jenž na základě experimentálně stanovené silové odezvy, metodou stlačování válečku, verifikoval autorem aplikovaný výpočetní model. Pro popis chování skloviny aplikoval Maxwellovu hmotu, přičemž její tokové chování definoval creepovou funkcí. Pro vlastní realizaci výpočetní analýzy tvarování skloviny využil MKP programu ABAQUS.

4.1 Metody řešení

V současné době je k dispozici široká škála metod (analytických a numerických) umožňujících řešení lineárních, nelineárních okrajových úloh a úloh s definovanými počátečními podmínkami, mezi které patří i formulace dané termomechanické úlohy – izotermické tvarování skleněného válečku, popsané rovnicemi (52) a (63). V technické praxi je pro řešení reálných problémů využívána převážně aplikace numerických metod, metody konečných diferencí a častěji metod (MHP – metody hraničních prvků, MKO – metody konečných objemů a především MKP – metody konečných prvků) vycházejících z variačního principu formulace specifikovaného problému, jejichž matematická podstata tkví v tzv. diskretizaci úlohy.

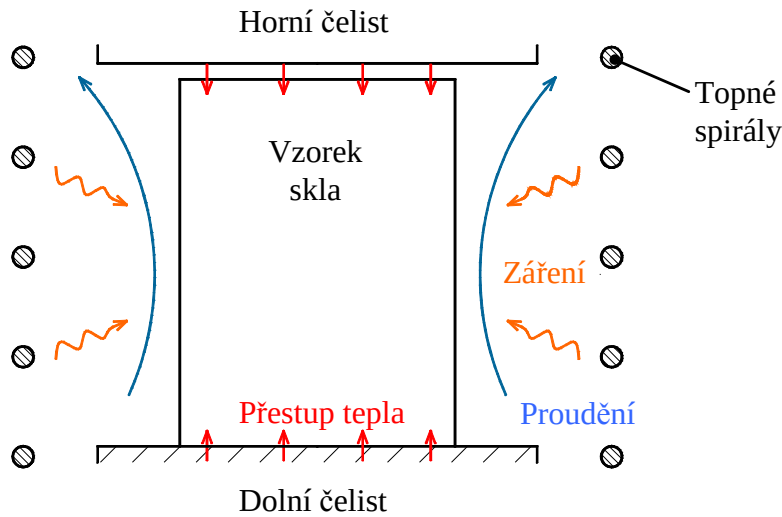
V předložené práci aplikovaná výpočetní metoda (MKP) je definována, podle [41], jako zobecněná Ritz-Galerkinova variační metoda užívající básových funkcí s malým kompaktním nosičem úzce spjatým se zvoleným rozdělením řešené oblasti na konečné prvky. Konečné prvky se získají rozkladem oblasti na spojitě vzájemně se nepřekrývající geometricky jednoduché podoblasti. Rovinné oblasti se rozkládají na troj- nebo čtyřúhelníkové prvky, prostorové oblasti na čtyř- nebo šestihrany apod. Rozklad je označen za síť konečných prvků, celý proces jako diskretizace. Při řešení úloh mechaniky kontinua se nejčastěji používá deformační varianta, u které jsou řešeny posuvy v uzlových bodech, pak teprve tenzory přetvoření a napětí.

4.2 Matematická formulace úlohy

Následující podkapitola pojednává o fyzikálních dějích odehrávajících se v průběhu příslušného experimentálního procesu založeného na metodě stlačování válečku (za izotermických podmínek). Vlastní experimentální cyklus se skládá jednak z přípravné fáze a dále z primárního lisovacího procesu.

4.2.1 Tepelná úloha

Přípravná fáze, zahrnující prvotní vyhřátí pracovní komory na požadovanou teplotu, vyústí vložení vzorku na spodní lisovací čelist, kde je ponechán k dostatečnému prohřátí. Získáním rovnoměrně prohřátého vzorku v pracovní komoře pece je docílen požadovaný výchozí stav lisovacího procesu. Vlastní ohřev vzorku na žádanou teplotu je obecně zajištěn současným spolupůsobením radiace, volné konvekce a kondukce (obr. 19).



Obr. 19. Rozbor teplotních dějů odehrávajících se v soustavě

Souhrnně lze zapsat působení tepla na sklovinu jednotlivými tepelnými ději prostřednictvím energetické bilance [36, 53], jejíž tvar je možné vyjádřit pomocí Langrageových materiálových souřadnic následovně

$$\rho \cdot c \frac{dT}{dt} = k \nabla^2 T - \nabla q_r + Q, \quad (50)$$

při respektování počáteční podmínky

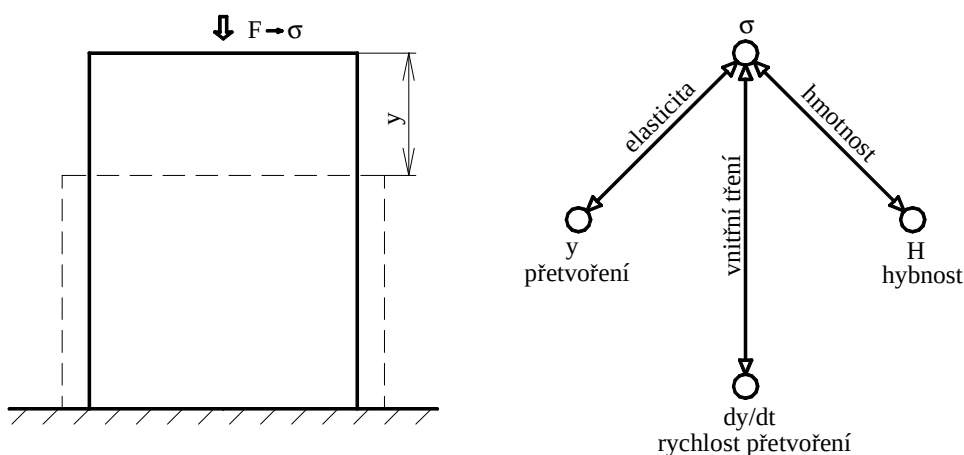
$$T_0 = T(x, y, z, t_0) \quad (51)$$

a okrajové podmínky zapsané buď ve formě rozložení teplot $T = \bar{T}$ na hranici Γ_T nebo pomocí hustoty tepelného toku $\dot{q} = \bar{\dot{q}}$ na hranici Γ_q . V rovnici (50) $k \nabla^2 T$ představuje teplo předané vedením, ∇q_r energii radiační a Q souhrn dalších zdrojů tepla, v daném případě především teplo vyprodukované disipací energie $\sigma_{ij} \cdot \dot{\epsilon}_{ij}$.

V případě lisování skleněného válečku, kdy lisovací čelisti a skleněný vzorek dosahují relativně shodné teploty, jež se během měření v podstatě nemění, lze přijmout zjednodušující předpoklad tvarování skloviny za izotermických podmínek. Tudiž vedle hlavní mechanické úlohy, jejímž úkolem je udělení požadovaného tvaru sklovině v souladu s tvarovacími nástroji, probíhá souběžně tepelná úloha zohledňující pouze disipační energii, která se odvíjí od rychlosti deformace. Za předpokladu tvarování skloviny při konstantní teplotě (ve smyslu výměny tepla s okolím) s uvažováním přeměny mechanické energie v teplo, což je způsobeno vnitřním třením částic, lze teplotní vývoj popsany rovnicí (50) v průběhu tvarovacího cyklu přepsat do tvaru

$$\rho \cdot c \frac{dT}{dt} = \sigma_{ij} \cdot \dot{\epsilon}_{ij}. \quad (52)$$

Celková energie vložená do systému na přetvoření visko-elastické hmoty je rozdělena na tři části – elasticitu, vnitřní tření a hybnost (obr. 20).



Obr. 20. Obecné přetváření hmoty

V reálném tvarovacím procesu skloviny se vložená energie z malé části využije na změnu potenciální energie a zbytek mechanické energie vynaložené na přetvoření hmoty vlivem viskózního toku je transformován na teplo. O toto teplo vzniklé vnitřním třením je v průběhu času navyšována pracovní teplota vzorku. Poté maximální navýšení teploty, kdy celková vložená mechanická energie do tvarovacího procesu představuje teoretickou limitní (při 100% přeměně, tedy zanedbaní polohové energie) hodnotu pro disipaci, lze vyjádřit rovnicí [11]

$$\Delta T_{max} = \frac{Q_{in}}{c \cdot m} = \frac{1}{c \cdot m} \int_0^h F \cdot d\Delta h, \quad (53)$$

přičemž c je měrné teplo a m hmotnost vzorku.

Při podrobnější analýze lisování válečku, vzhledem ke vznikajícímu teplu uvnitř vzorku v důsledku disipace energie, je nutné zohlednit ztrátu tepla způsobenou vedením, sáláním a prouděním [23] (obdoba obr. 19 s tím rozdílem, že jednotlivé teplotní výměny se odehrávají opačným směrem)

$$Q_{out} = (\alpha_v \cdot 2 \cdot A_v + \alpha_r \cdot A_r + \alpha_p \cdot A_r) \Delta t \cdot \Delta T_{net}, \quad (54)$$

kde $\alpha_v = 2 \cdot \lambda_s / h(t)$ je součinitel přestupu tepla vedením, $\alpha_r = \varepsilon \cdot C_s \frac{(T + \Delta T_{net})^4 - T^4}{10^8 \cdot \Delta T_{net}}$

součinitel přestupu tepla sáláním, $\alpha_p = N_u \cdot \lambda_L / h(t)$ je součinitel přestupu tepla prouděním, $A_v = 2 \cdot V / h(t)$ a $A_r = 2 \sqrt{\pi \cdot V \cdot h(t)}$ jsou odpovídající plochy, $\Delta t = \Delta h / \dot{h}$ je čas potřebný ke skutečnému stlačení vzorku.

Studii vlivu disipace energie během vlastního tvarovacího procesu se zabýval především kolektiv vedený Brücknerem v několika odborných publikacích [9, 14]. Z rovnic (53) a (54) je zřejmé, že skutečné množství tepla vyprodukované vzorkem by mělo být vyjádřeno rozdílem $Q_{net} = Q_{in} - Q_{out}$ a z toho skutečný přírůstek teploty je dán

$$\Delta T_{net} = \frac{Q_{net}}{c_p \cdot m} = \frac{Q_{in} - Q_{out}}{c_p \cdot m}. \quad (55)$$

Změna viskozity musí probíhat v souladu s VFT rovnicí

$$\eta_{0T_{net}} = A + \frac{B}{T + \Delta T_{net} - T_0}, \quad (56)$$

$$\eta_{0T_{max}} = A + \frac{B}{T + \Delta T_{max} - T_0}, \quad (57)$$

$$\text{ovšem musí platit} \quad \eta_{0T_{max}} \leq \eta_{0T_{net}} \leq \eta_0. \quad (58)$$

Pokud skutečný přírůstek teploty ΔT_{net} se blíží nebo je dokonce roven přírůstku teploty od mechanické energie ΔT_{max} , znamená to, že rychlost lisování je značně vysoká (lisovací čas krátký), resp. v soustavě se během tvarovacího cyklu neuskuteční výměna tepla. Lze proto předpokládat, že Q_{in} ve stlačované sklovině převyšuje Q_{out} , a proto Q_{out} může být ve srovnání s Q_{in} zanedbáno

$$\dot{Q}_{in} \gg \dot{Q}_{out}, \quad (59)$$

$$\lim \Delta T_{net} = \Delta T_{max} \text{ při } \Delta t \rightarrow 0, \dot{h} \rightarrow \infty. \quad (60)$$

Na základě těchto poznatků lze konstatovat, že s vyššími rychlostmi lisování, kterých lze dosáhnout pouze v oblasti nižších viskozit ($\eta_0 < 10^8 \text{ Pa.s}$) [14], se tvarovací proces stává adiabatický. Naopak bude-li čas na stlačování skloviny dostatečně dlouhý, tj. aplikované rychlosti lisování velmi nízké, pak se skutečný nárůst teploty bude blížit (rovnat) nule, jelikož vzniklé teplo v důsledku disipace energie Q_{in} bude zhruba rovno ztrátovému teplu Q_{out}

$$\dot{Q}_{in} \approx \dot{Q}_{out}, \dot{Q}_{net} = 0, \quad (61)$$

$$\lim \Delta T_{net} = 0, \text{ při } \Delta t \rightarrow \infty, \dot{h} \rightarrow 0. \quad (62)$$

4.2.2 Mechanická úloha

Při dosažení rovnoměrného prohřátí vzorku a ustálených teplotních poměrů v peci lze zahájit realizaci vlastního lisování. V této primární fázi dominuje mechanická úloha, která je výrazně spjata zejména s viskozitou skloviny. Za předpokladu znalosti teplotního pole může být pohyb stlačované skloviny vyjádřen Cauchyho pohybovou rovnicí [64]

$$\frac{\partial \sigma_{ji}}{\partial x_j} + g_i = \rho \cdot \frac{Dv_i}{Dt}, \quad (63)$$

ve které σ_{ji} je složka tenzoru napětí, x_j je prostorová (Eulerova) souřadnice, $g_i = \rho \cdot b_i$ je složka objemových sil, ρ je hustota, v_i je složka rychlosti toku skloviny a t je čas. Dále je nutné přetváření hmoty doplnit Cauchyho okrajovou podmínkou vyjadřující složky povrchových sil prostřednictvím složek napětí [64]

$$\sigma_{ji} \cdot n_j = p_i \quad (64)$$

a příslušnými konstitutivními vztahy, které popisují odezvu zkoumané látky ve vztahu k zatěžující síle.

Obecné pojetí problematiky aplikace reologických modelů ve vztahu k deformačnímu chování skloviny je podrobněji zpracováno v rámci kapitoly 2.2. V celé oblasti tvarovacích teplot lze sklovinu považovat za visko-elastický materiál. Pro popis takového chování je možné zvolit reologický model Maxwellova typu [1], jehož konstitutivní chování je dáno součtem tenzoru rychlosti přetvoření od elastické a viskózní složky [88]

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_{ij}^e + \dot{\epsilon}_{ij}^v, \quad (65)$$

přičemž jednotlivé složky se dají vyjádřit

$$\dot{\epsilon}_{ij}^e = \frac{\dot{s}_{ij}}{2 \cdot G} + \frac{\delta_{ij} \cdot \dot{\sigma}_m}{9 \cdot K} + (\alpha \cdot \dot{T} \cdot \delta_{ij}), \quad (66)$$

$$\dot{\epsilon}_{ij}^v = \frac{s_{ij}}{2 \cdot \eta}. \quad (67)$$

Při tvarování v oblasti nízkých viskozit může být elastická složka deformace výrazně překryta viskózním tokem a pak se smí zanedbat. V této oblasti lze sklovinu považovat za nestlačitelnou Newtonovu kapalinu, proto reologické chování popsané konstitutivní rovnicí (65) lze transformovat do vztahu

$$s_{ij} = 2 \cdot \eta(T) \cdot \dot{\epsilon}_{ij}, \quad (68)$$

kde je deviator napětí definován rovnicí

$$s_{ij} = \sigma_{ij} - \sigma_m \cdot \delta_{ij}, \quad (69)$$

přičemž $\sigma_m = \sigma_{ii}/3$ je kulový tenzor a δ_{ij} je Kroneckorovo delta.

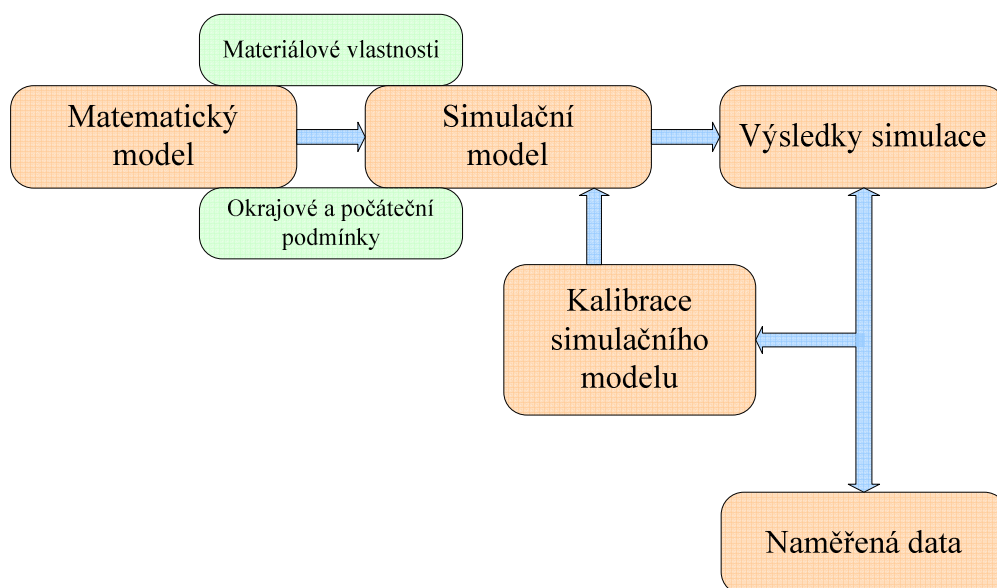
4.3 Výpočetní model tvarování skla

Tvarovací proces lisování skloviny je poměrně teplotně a mechanicky náročný děj propojený vzájemnou interakcí mezi sdílením tepla a viskózním tokem skloviny. Proto se zde s výhodou uplatňují počítačové simulace založené na metodě konečných prvků, které umožní předvídat mnoho technologických problémů ještě před zahájením reálné výroby.

Výpočetní model je efektivním nástrojem pouze tehdy, poskytuje-li dostatek spolehlivých numerických výstupů. Aby bylo možné považovat výsledky z numerické simulace za dostatečně spolehlivé, musí simulační model obsáhnout veškeré vstupní parametry vyjádřené v matematickém modelu, a to zejména:

- teplotní závislost mechanických a tepelných veličin,
- popis reologického chování skloviny.

Numerická simulace spočívá ve vytvoření matematického modelu popisujícího fyzikální chování skloviny (obr. 21) a v jeho následném převedení na MKP model příslušného výpočtového systému. Nejprve je na geometrii simulačního modelu vytvořena síť a dále jsou přiřazeny reologické vlastnosti modelu spolu s počátečními a okrajovými podmínkami. Předpokladem věrohodné simulace je aplikace přesných a ověřených materiálových vlastností do reprezentativního výpočetního modelu. S ohledem na nedostatečnou znalost těchto materiálových dat musí být simulační výsledky verifikovány s experimentálními výstupy lisovacího procesu. Případná kalibrace umožní získat věrohodný model, ověřený citlivostní analýzou na základě posouzení vlivu různých vstupních parametrů na výsledné hodnoty, reprezentující skutečné tvarování skloviny.



Obr. 21. Nástin numerické simulace lisování skloviny

V současné době existují různé komerční programové kódy (MSC.Marc, ABAQUS, ...), které nabízejí adekvátní nástroje pro výpočet matematického modelu procesu lisování. Veškeré prezentované výsledky numerické simulace v této práci byly realizované v prostředí nelineárního kódu MSC.Marc.

Z reologického pohledu je možno sklovinu považovat za visko-elastický materiál, přičemž skutečný reologický stav je závislý na aktuální pracovní teplotě a rychlosti deformace. V prostředí nelineárního komerčního programu MSC.Marc lze reologické chování hmoty vyjádřit prostřednictvím různých materiálových modelů [62], popř. je také možno využít jejich cílených modifikací. V počáteční fázi tvarování skloviny (interval visko-elastické odezvy) je možné konstitutivní vztah dokládající chování konkrétního materiálového modelu implementovat do výpočetního modelu prostřednictvím visko-elastického modelu. V oblasti s dominantním projevem viskózního toku skloviny se jeví s dostačující přesností aplikace jednoduššího ideálně plastického materiálového modelu. Do uvedených modelů lze materiálové vlastnosti, reprezentující mechanicko-tepelné chování skloviny během tvarovacího procesu, definovat v závislosti na teplotě a rychlosti deformace.

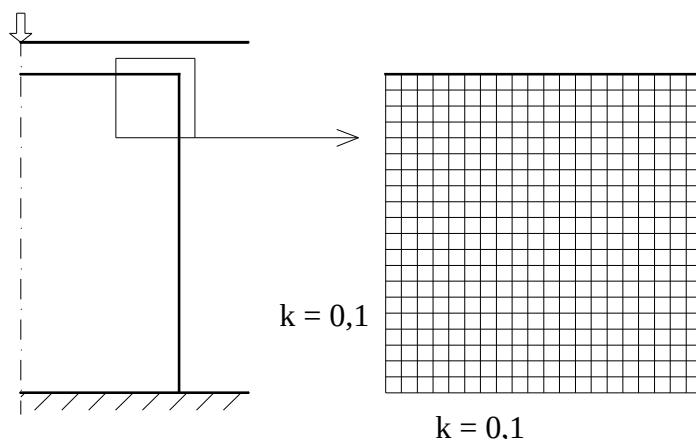
4.3.1 Geometrie modelu

Značnou výhodou u metody stlačování válečku při zajištění izotermického procesu tvarování je, že se relativně snadno definují okrajové a počáteční podmínky (obr. 22).



Obr. 22. Struktura podmínek numerické simulace lisování skloviny

Výchozím krokem je vytvoření geometrie modelu tělesa (výpočetní síť konečných prvků). Dělení sítě geometrického modelu, volba typu prvků a stupně polynomu tvarových funkcí je nutné volit s ohledem na přesnost numerických výsledků a výpočetní čas řešení úlohy. Při volbě mezi 2D a 3D výpočetním modelem bylo nutné brát v úvahu především výpočtovou časovou náročnost řešení úlohy. Ta byla snížena jednak použitím osy symetrie vzhledem ke geometrické jednoduchosti modelu a dále byla snížena dimenze MKP modelu na 2 1/2 D – osově symetrický model (axisymetrický model). Geometrie skleněného válečku je zjednodušena jednou rovinou symetrie (obr. 23) a kontaktní tvarovací plochy jsou modelovány jako tuhá tělesa. Cílem zjednodušení je minimalizace velikosti a komplikovanosti modelu při zachování jeho reprezentativnosti.



Obr. 23. Geometrie výpočetního modelu tělesa

Existuje škála různých typů sítí [62]. Testované hustoty sítí (od relativně hrubých po jemnější) neprokázaly výrazné odchylky, což je v souladu s poznatky uvedenými v [76]. Při dosahování velkých přetvoření, které by vedly k distorzi sítě, se využívá funkce automatického přesítování („rezoning“). Obvykle nežádoucí zkroucení sítě se objevuje v rozích kontaktních ploch (sklovina – forma – vzduch), v místě dotyku uzlových bodů tvarové formy. Automatické přesítování vyžaduje poměrně více výpočtového času pro každý případ a síť bude obsahovat diskontinuitu v řešení, protože nová síť je získána interpolací a nikdy nebude přesně odpovídat původní. Pro všechny tyto diskutované problémy bylo užití „rezoningu“ považováno za zbytečné vzhledem k jednoduchosti nadefinované problematiky.

Dalším eventuálním řešením, jehož však v dané úloze nebylo zapotřebí použít, je provést lokální zjemnění sítě, které se používá převážně v místech kontaktních ploch, kde může docházet k velkým teplotním a napěťovým gradientům.

4.3.2 Materiálový model

Tvarování skloviny je v počáteční fázi stlačení výrazně doprovázeno elastickou deformací, která je postupně s narůstajícím stlačením překrývána viskózním tokem. Z celkového reologického pohledu má dominantní vliv na výsledné přetvoření hmoty viskózní odezva, na kterou byl zaměřen i vlastní model tvarování skloviny. Pro ověření tohoto předpokladu a současně s ohledem na skutečnost, že se jedná o velmi často aplikovaný model v oblasti tvarovacích teplot, byl pro simulaci experimentálních charakteristik použit materiálový model ideálně plastický, v souladu s označením užitého softwaru (MSC.Marc) „rigid plastic“. Mezi jeho přední výhody patří jednak relativně jednoduchá implementace do konečnoprvkového modelu a poměrně nízká časová náročnost na vlastní výpočet nadefinované úlohy. Nasazený viskózní model umožní identifikovat oblast přechodu mezi newtonským a pseudoplastickým chováním skloviny a tím upřesnit jeho aplikovatelnost ve vazbě na realizované experimenty.

Vznik plastické deformace materiálu, za předpokladu ideálně plastického modelu, je podmíněn deviátorem napětí [64]

$$s_{ij} = \sigma_{ij} - \sigma_m \cdot \delta_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_{kk} \cdot \delta_{ij}, \quad (70)$$

necht' $\sigma_m = 1/3 \cdot \sigma_{ii}$ značí střední normálové napětí. Konstitutivní rovnice, kterou je řízený zvolený materiálový model, pro plastickou část tvářeného materiálu se nazývá Levy-Misesův materiálový zákon

$$s_{ij} = \left(\frac{2}{3} \frac{\bar{\sigma}}{\dot{\varepsilon}} \right) \dot{\varepsilon}_{ij} = \mu \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}} \right) \dot{\varepsilon}_{ij}, \quad (71)$$

přičemž pro plastickou oblast platí $\bar{\sigma} = \sigma_y$, σ_y je mez kluzu, efektivní rychlosti deformace je vyjádřena rovnicí

$$\dot{\varepsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij} \dot{\varepsilon}_{ij}}. \quad (72)$$

Při nízkých rychlostech deformace je obvykle teplotní závislost viskozity vyjádřena prostřednictvím VFT rovnice (2), v obecném případě pak komplexnější teplotně deformační charakteristikou v následujícím tvaru

$$\eta = \eta(\dot{\varepsilon}, \bar{\varepsilon}, T). \quad (73)$$

Danému materiálovému modelu je nutno přidělit vlastnosti vystihující chování tvarované skloviny. Výchozím předpokladem je, že tvarovaná sklovina je považována za viskózní nestlačitelný materiál. Zanedbání pružné odezvy nad T_g umožnilo zjednodušit konstitutivní popis reologického modelu lisování skleněného válečku, závislost mezi ekvivalentním napětím a rychlostí deformace může být vyjádřena v následujícím tvaru

$$\sigma_{ekv} = 3 \cdot \eta(T, \dot{\varepsilon}) \cdot \dot{\varepsilon}_{ekv}. \quad (74)$$

Materiálové vlastnosti skloviny vykazují výraznou teplotní závislost, kterou je nutné zohlednit při vytváření výpočetního modelu. Pro stanovení teplotních závislostí měrného tepla, hustoty a roztažnosti lze využít principu aditivity, jenž umožňuje určení těchto veličin z chemického složení skloviny [40, 90]. Teplotní závislost měrného tepla u skloviny z olovnatého křišťálu nebylo možno stanovit z chemického složení, neboť rovnice neposkytuje přijatelné výsledky pro skla s obsahem PbO , průběh byl použit z [50]. Teplotní závislost viskozity zvolených sklovin byla definována pomocí subrutiny URPFLO. Použité mechanické a teplotní materiálové konstanty modelu byly zadány přímo v preprocesoru MSC.Marc.

4.4 Rozbor vlivu jednotlivých činitelů na tvarovací proces

4.4.1 Vliv rozměrů vzorku na velikost lisovací síly

Realizované experimenty byly prováděny na dvou odlišných typech skleněných vzorků. V případě tvarování skloviny na spodní hranici zvoleného viskozitního intervalu ($\eta_0 = 10^7 - 10^8$ Pa s) byly použity izometrické válcové vzorky cca $\varnothing 20 - 20$ mm, z důvodu možnosti dosažení vyššího stupně deformace. Při měření v oblasti vysokých viskozit byly použity vzorky cca $\varnothing 15 - 10$ mm, z důvodu možnosti dosažení vyšších lisovacích sil během tvarování. Je nutné zmínit, že výsledná zatěžovací síla má zásadní vliv na maximální hodnotu relaxačního modulu.

V důsledku rozdílnosti počáteční geometrie analyzovaných vzorků skla byl proveden rozbor vlivu dvou parametrů a to počátečního průměru a výšky skleněného válečku, na velikost lisovací síly a současně byl rozebrán i vliv počáteční geometrie vzorku na maxima relaxačních modulů. Analýza parametrů ovlivňujících průběh lisovací síly během tvarovací procedury byla prověřena i pomocí numerického modelu a to pouze ve viskózní oblasti, vzhledem k použitému výpočetnímu modelu (ideálně plastický model).

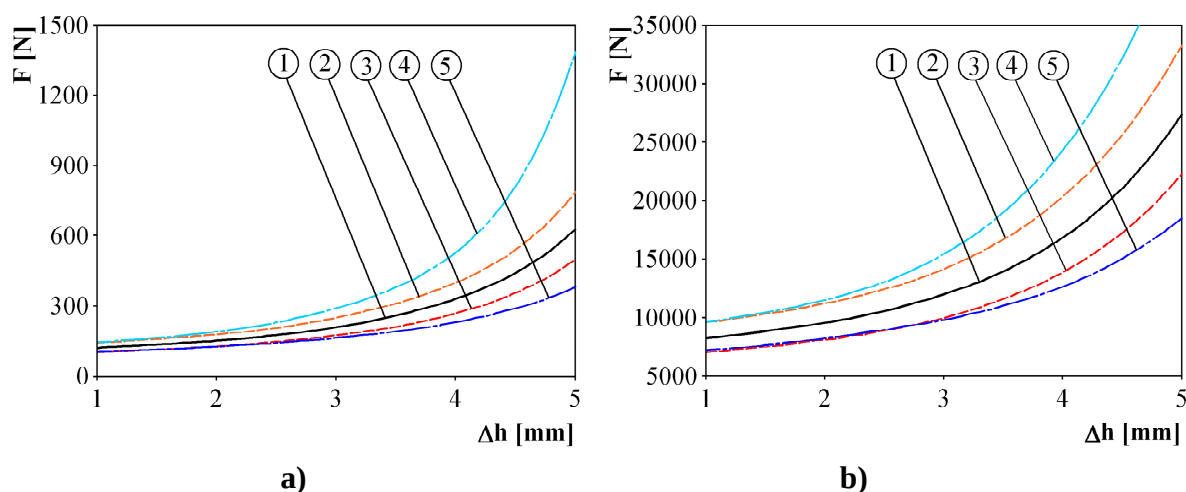
▪ Vliv velikosti průměru vzorku

Výchozím předpokladem je rovnost napětí $\sigma_1 = \sigma_2$ působících na výlisek, z čehož vyplývá výsledná zatěžovací síla

$$F_2 = F_1 \cdot \frac{d_2^2}{d_1^2}. \quad (75)$$

▪ Vliv velikosti výšky vzorku

Odezva tvarovací síly na změnu výšky vzorku je zpracována v [95]. Analytické vyjádření je poměrně složitý problém, proto bylo pro stanovení vlivu změny výšky vzorku na tvarovací sílu užito výpočetního modelu (obr. 24). Účinek změny základních parametrů na tvarovací sílu byl ověřen při lisovacích rychlostech $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$ a $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$.



Legenda:

1 – $\varnothing 15 - 10 \text{ mm}$ 2 – $\varnothing 16 - 10 \text{ mm}$ 3 – $\varnothing 14 - 10 \text{ mm}$ 4 – $\varnothing 15 - 9 \text{ mm}$ 5 – $\varnothing 15 - 11 \text{ mm}$

Obr. 24. Vliv počáteční geometrie vzorku na průběh lisovací síly a) $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$; b) $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$

Vliv změny průměru vzorku na výsledný vývoj silových charakteristik (obr. 24, křivky 2 a 3) byl získán z původního průběhu (obr. 24, křivka 1) pouhým vynásobením konstantou, která byla stanovena z rovnice (75). Změna výšky vzorku má na výslednou lisovací sílu dvojnásobný účinek, tím se komplikuje analytické vyjádření. Zátěžové charakteristiky (křivky 4 a 5) jsou nejenom z počátku (do $\Delta h = 2 \text{ mm}$) vertikálně posunuté, ale dále mají strmější sklon (rychlejší nárůst lisovací síly) zejména v oblasti vyšších stlačení. Z předloženého vývoje lisovacích sil (obr. 24-a, b) vliv aplikovaných rozličných lisovacích rychlostí neprokázal odlišnosti v charakteru průběhu křivek. Z provedeného rozboru má evidentní vliv na průběh zátěžových charakteristik počáteční výška vzorku.

4.4.2 Vliv počátečních rozměrů vzorku na výpočet relaxačního modulu

Při výpočtu okamžité hodnoty relaxačního modulu z experimentálně stanoveného průběhu lisovací síly ve visko-elastické oblasti tvarování bylo použito vztahu $E(t) = \dot{F}(t) \cdot h(t) / \dot{h}(t) \cdot A(t)$ [14]. Po dosazení za $A(t) = \pi \cdot d(t)^2 / 4$ a následné úpravě je získán vztah

$$E(t) = \frac{4 \cdot \dot{F}(t)}{\pi \cdot \dot{h}(t)} \cdot \frac{h(t)}{d(t)^2}. \quad (76)$$

Za předpokladu nestlačitelnosti skloviny lze vazbu mezi průřezem vzorku $A(t)$ a jeho výškou $h(t)$ vyjádřit vztahem přes konstantní objem $V_{konst} = A(t) \cdot h(t) = \pi \cdot d(t)^2 \cdot h(t) / 4$, přičemž $V_{konst} = \pi \cdot d_0^2 \cdot h_0 / 4$, odtud vyplývá aktuální průměr vzorku

$$d(t)^2 = \frac{d_0^2 \cdot h_0}{h(t)}. \quad (77)$$

Rychlost lisování, jež během tvarování není konstantní, je definována vztahem

$$\dot{h}(t) = \frac{d\Delta h}{dt} = \frac{d(h_0 - h(t))}{dt}. \quad (78)$$

Z provedené analýzy bylo zjištěno, že nejvýznamnější vliv na výpočet relaxačního modulu při použití daného vztahu (43) má výška vzorku.

4.4.3 Disipace energie

Disipace energie může představovat podstatný faktor při procesu přetváření hmoty. V případě vlastního tvarovacího procesu má koeficient disipace energie výrazný vliv při tvarování relativně vysokými rychlostmi, obzvláště při dosahování velkých deformací. Detailní analýza dané matematicko-fyzikální podstaty je provedena v podkapitole 4.2.1.

Většina simulačních programů, včetně použitého MSC.Marc, umožňuje zohlednění koeficientu přeměny mechanické energie v teplo, resp. vyžaduje jeho zadání (standardně přednastavena nulová hodnota). V dostupné odborné literatuře [73, 76] byla nalezena doporučená hodnota součinitele $\varphi = 0,95$, která byla nastavena autory v jejich výpočetních modelech. Z podstaty vzniku disipační energie vyplývá, že reálný stav tvarovacího procesu se musí pohybovat mezi limitními hodnotami faktoru disipace energie ($\varphi = 0; 1$), proto i prezentované simulační výstupy jsou založeny na těchto hraničních hodnotách (rozdíl ve výstupních charakteristikách mezi $\varphi = 0,95$ a $\varphi = 1$ je v daném řešení zanedbatelný).

4.4.4 Tření

Pojem tření je komplexní fyzikální jev zohledňující drsnost stykových ploch, teplotu, působící normálové napětí a relativní rychlost. Obecně se používá Coulombův model tření definovaný v [61] následovně

$$\sigma_t = \sigma_N \cdot f \cdot v_r / |v_r|, \quad (79)$$

kde je σ_t tečné napětí, σ_N normálové napětí a f koeficient tření. Vzhledem k matematickým problémům s nespojitostí, která může vznikat při $v_r = 0$, používá většina simulačních programů (včetně použitého MSC.Marc) implementovaný modifikovaný Coulombův model tření

$$\sigma_t = \sigma_N \cdot f \cdot \frac{2}{\pi} \arctg\left(\frac{v_r}{c}\right) \cdot \frac{v_r}{|v_r|}, \quad (80)$$

kde c je modifikační rychlostní součinitel.

Dalším způsobem, kterým lze nadefinovat frikční poměry na rozhraní sklo – tvarovací forma ve výpočetním modelu, je aplikace „shear“ modelu [61], třecí napětí je vyjádřeno jako zlomek ekvivalentního napětí ve stlačovaném materiálu

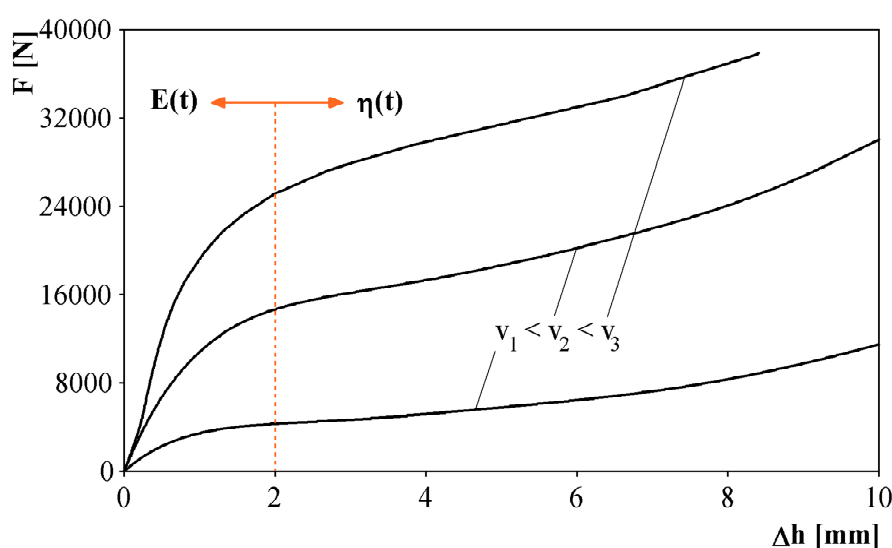
$$\sigma_t = m \cdot \frac{\sigma_{ekv}}{\sqrt{3}} \cdot \frac{2}{\pi} \arctg\left(\frac{v_r}{c}\right) \cdot \frac{v_r}{|v_r|}. \quad (81)$$

Za předpokladu čistě viskózního chování kapaliny, resp. skloviny, se termín tření na rozhraní nevyskytuje, rychlostní profil je nulový. Pro zajištění fixace rozhraní (sklovina – forma) byl do numerického modelu použit součinitel tření $f = 1$.

5 EXPERIMENTÁLNÍ VÝSLEDKY POPISUJÍCÍ REOLOGICKÉ CHOVÁNÍ SKLOVIN

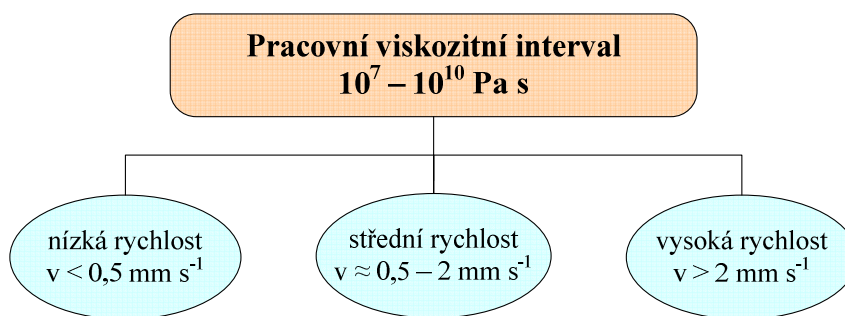
Tato kapitola je věnována datovým výstupům z laboratorních experimentů a jejich zpracování v konfrontaci s výsledky numerické simulace. Charakteristické průběhy získané měření byly rovněž porovnány s analytickými vztahy uvedenými v kapitole 3.5.

Použitá experimentální metoda umožňuje zkoumání elastických vlastností sklovin v počáteční fázi stlačení, tedy v oblasti s výrazným projevem elastické složky a především identifikaci tokových charakteristik v průběhu pozdější fáze tvarovacího cyklu. S ohledem na výše uvedené skutečnosti je následující prezentace výsledků rozdělena na dvě oblasti, kde podkapitola 5.1 demonstruje elastické vlastnosti skloviny a podkapitola 5.2 je zaměřena na tok skloviny.



Obr. 25. Vývoj lisovací síly při různých rychlostech pohybu razníku

Vývoj lisovací síly při tvarování skleněných vzorků probíhá ve dvou kvantitativně odlišných fázích, jak je znázorněno na obr. 25. V počáteční fázi zatěžování (interval stlačení Δh do 1 až 2 mm) se ve sklovině iniciuje převážně složka elastické deformace reprezentovaná pseudoplastickým modulem pružnosti $E(t)$, jehož okamžitá hodnota je výrazně závislá na počátečních podmínkách tvarovacího cyklu. Při překročení stlačení $\Delta h > 1$ mm, resp. 2 mm, se projevuje v stlačované sklovině především viskózní tečení. S klesající teplotou podíl elastické složky v tvarované sklovině výrazně narůstá, což ve spojení s vyššími rychlostmi deformace vyvolává vysoká přechodná napětí. V případě, kdy se tato napětí nestačí redukovat viskózním tokem, který se s klesající teplotou snižuje, dochází v lisované sklovině ke vzniku obvodových trhlin. Naopak při lisování skloviny na dolní hranici tvarovacího intervalu (oblast nízkých viskozit) je elastická odezva v podstatě překryta viskózním tokem skloviny a to zejména při nízkých rychlostech pohybu razníku. V těchto případech je měření elastických parametrů značně problematické, danou metodou nerealizovatelné. Pro identifikaci tokových charakteristik získaných experimentální metodou v pozdější fázi lisování bylo použito viskózního modelu (MKP). Sledovaná viskózní oblast byla v souladu s aplikovanými rychlostmi stlačení rozdělena na tři intervaly (obr. 26).



Obr. 26. Přehled použitých tvarovacích rychlostí v daném pracovním intervalu viskozit

5.1 Elastické vlastnosti sklovin

Významnou materiálovou vlastností ve vztahu k deformačnímu chování skloviny je modul pružnosti, jehož okamžité hodnoty byly vypočteny, v souladu s rovnicí (43), na základě experimentálně stanovených průběhů lisovacích sil vyjádřených v závislosti na skutečných deformacích. Hodnoty relaxačních modulů jsou vyjádřeny přibližně tangentou ke křivkám průběhu silového účinku, průběhy jsou vykresleny v závislosti na skutečné deformaci vzorku pro vybrané skloviny v rozsahu různých newtonských viskozit a při rozličných rychlostech lisování. Z důvodu porovnání reologického chování jednotlivých sklovin byla snaha měření provádět vždy na shodných viskozitách, toho bylo dosaženo pouze s omezenou přesností, neboť měření jsou značně ovlivněna nepřesností definice teplotní závislosti viskozitní křivky analyzovaných sklovin a také měřením teploty.

Experimentální výsledky vystihující reologické chování všech zkoumaných sklovin při různých teplotách dokumentují následující obrázky (obr. 27 – obr. 42). Jedná se vždy o čtyři typické závislosti vyjadřující chování dané skloviny během lisovacího procesu ve vazbě na různé výchozí podmínky. Vysvětlivky k prezentovaným obrázkům jsou vždy totožné s následujícím značením:

- obrázek a) prezentuje příslušnou viskozitní křivku analyzované skloviny s vyznačením pracovní teploty;
- obrázek b) dokládá použitou experimentální metodu a rozměrovou charakteristiku vzorků;
- obrázek c) představuje vývoj lisovací síly na skutečném stlačení při různých rychlostech pohybu razníku;
- obrázek d) prezentuje odpovídající okamžité relaxační moduly příslušející průběhům naměřené silové odezvy;
- obrázek e) znázorňuje skutečný průběh pohybu razníku v závislosti na skutečném stlačení vzorku;
- obrázek f) předkládá reálné rychlosti deformace vztažené k závislosti na skutečné deformaci tvarovaného válečku.

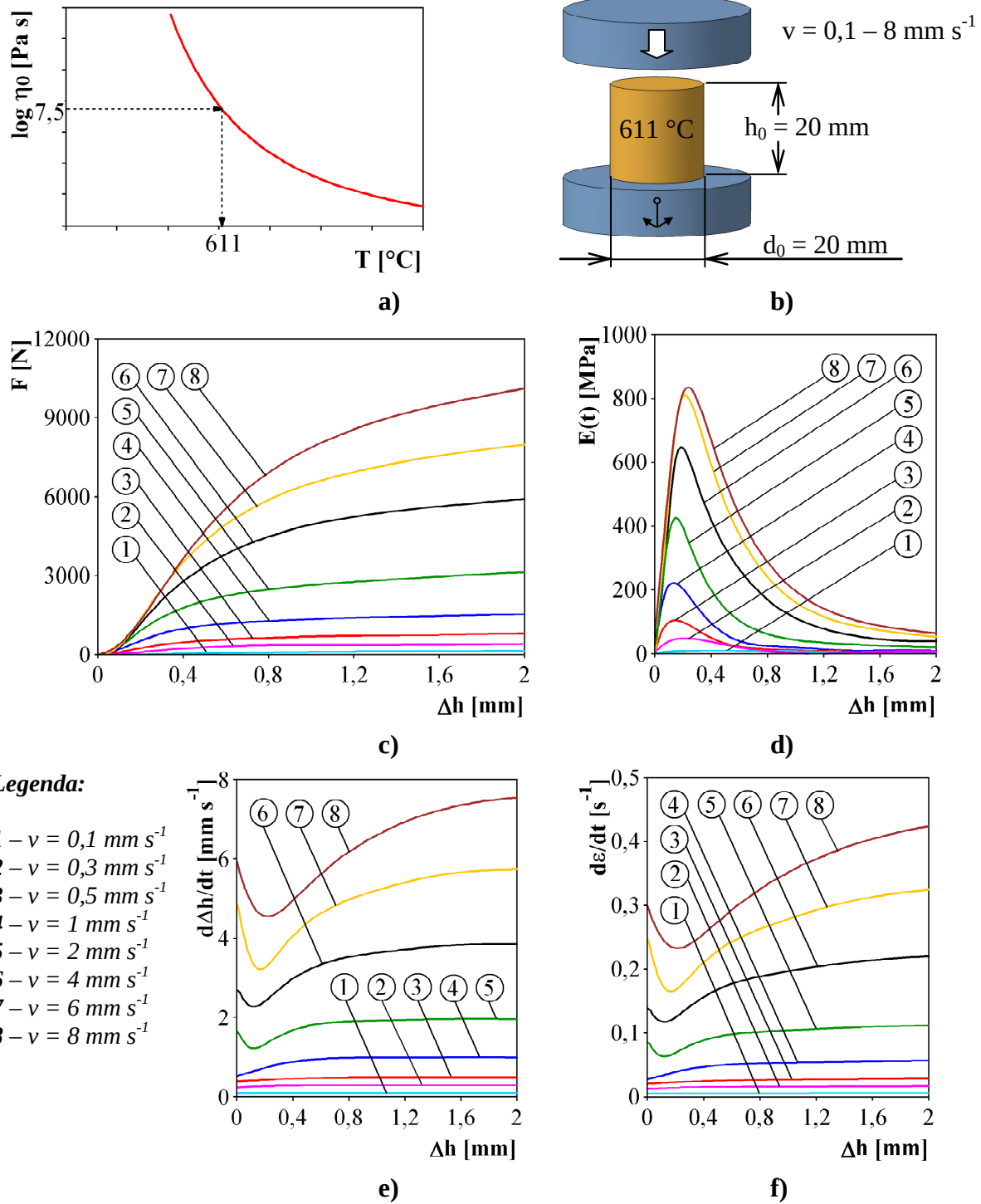
5.1.1 Elastické vlastnosti 24% olovnatého křišťálu

Křivky na obr. 27-c popisují odezvu skloviny z olovnatého křišťálu na zátěžné síle v závislosti na proměnných rychlostech pohybu razníku. Tvarovací proces probíhal při předpokládané pracovní teplotě 611 °C ($\eta_0 = 10^{7,5}$ Pa s) a lisovací rychlosti (obr. 27-e) se pohybovaly v rozmezí $v = 0,1 - 8 \text{ mm s}^{-1}$. V souladu s očekávanými předpoklady sklovina v první fázi stlačení, které odpovídá intervalu stlačení maximálně do $\Delta h = 2 \text{ mm}$, vykazuje vlastnosti elastické látky reprezentované prostřednictvím relaxačních modulů (obr. 27-d). Vzrůstající rychlost pohybu razníku má značný vliv na velikost pružné odezvy ve stlačované sklovině, jak dokumentuje obr. 27-d. Maximální hodnoty relaxačních modulů jsou spojeny s minimálními hodnotami rychlostí deformace, jejichž průběhy jsou vykresleny na obr. 27-f. V důsledku zvyšující se rychlosti lisování jsou maxima relaxačních modulů a minima rychlostí deformace posunuta mírně doprava, tzn. směrem k vyššímu stupni stlačení. Probíhala-li proces lisování při velmi nízké rychlosti, tak vznikající napětí ve stlačované sklovině stačí být vyrovnáváno viskózním tokem, nedochází k nárůstu elastické složky, což dokládá průběh okamžitého elastického modulu na obr. 27-d (křivka 1). Vypočtené hodnoty modulů se pohybovaly v rozmezí 9 - 830 MPa ve vazbě na použitou rychlost lisování.

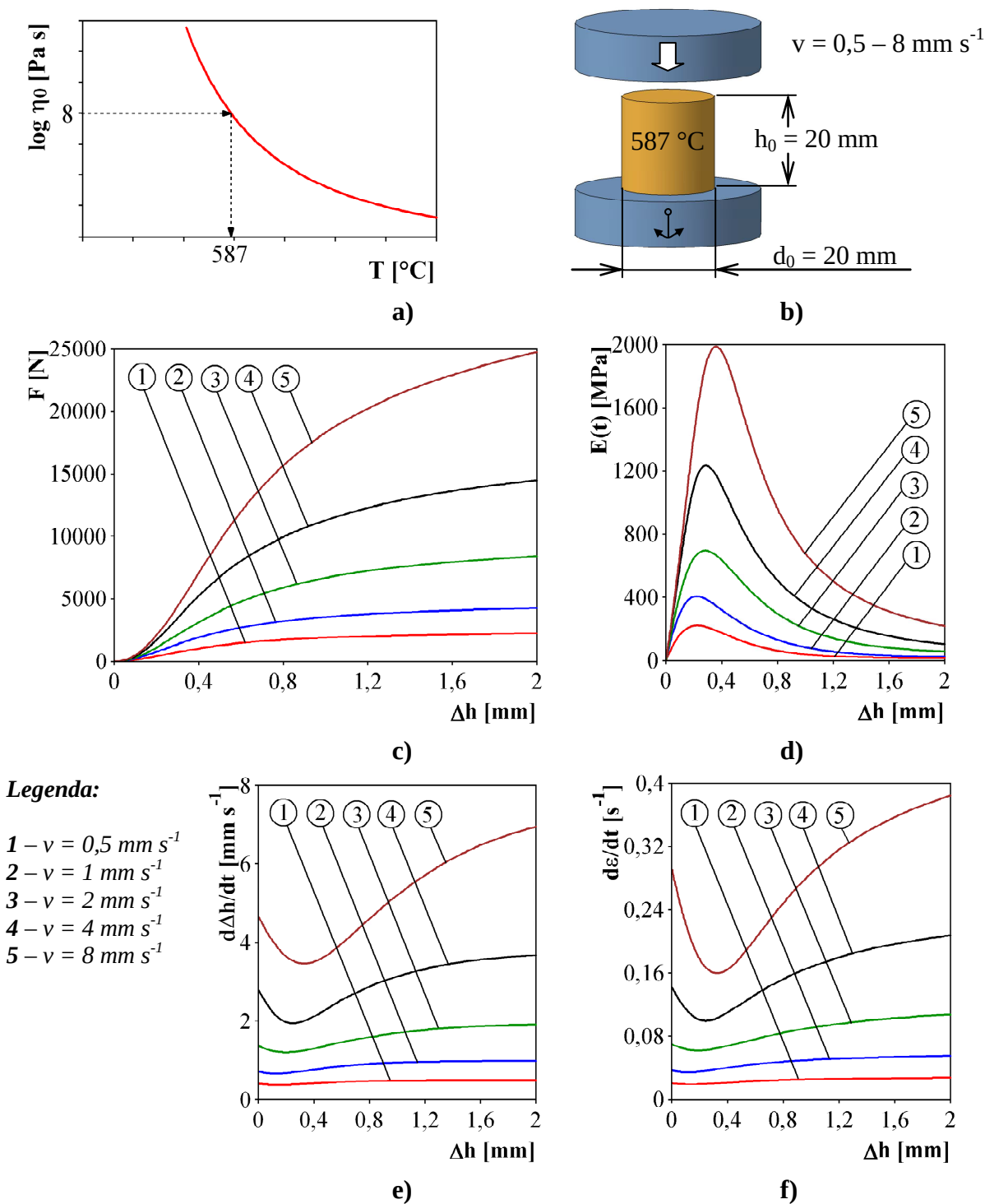
Z laboratorních experimentů realizovaných při viskozitě 10^8 Pa s, která u dané skloviny odpovídá teplotě 587 °C, je patrný značný nárůst lisovacích sil (obr. 28-c) a souvisejících průběhů elastických modulů (obr. 28-d), při stejných rychlostech lisování na shodném intervalu stlačení skloviny, v porovnání s obr. 27-c, d. Křivky průběhu rychlosti deformace, které jsou vypočteny na základě experimentálně získaných lisovacích rychlostí (obr. 28-e), jsou vyobrazeny na obr. 28-f. Při porovnání elastických modulů s měřeními na viskozitě $10^{7,5}$ Pa s je jejich nárůst zhruba dvojnásobný (220 - 1990 MPa).

Odezvu skleněného vzorku ($\varnothing 15 - 10 \text{ mm}$) z olovnatého křišťálu při různých rychlostech stlačení doložených na obr. 29-e ve vazbě na zátěžné síle vystihuje obr. 29-c. Experimenty byly prováděny při teplotě 544 °C, které odpovídá hodnota viskozity 10^9 Pa s. Změna velikosti vzorku měla za následek zvýšení pružné složky (pohybovala se v rozmezí 2330 - 6070 MPa) v počátečním intervalu stlačení z důvodu zvýšení rychlosti deformace vzorku. Jak vyplývá z obr. 29-f, rychlost deformace se skutečně zdvojnásobila v porovnání s naměřenými výstupy vyobrazenými na obr. 28-f.

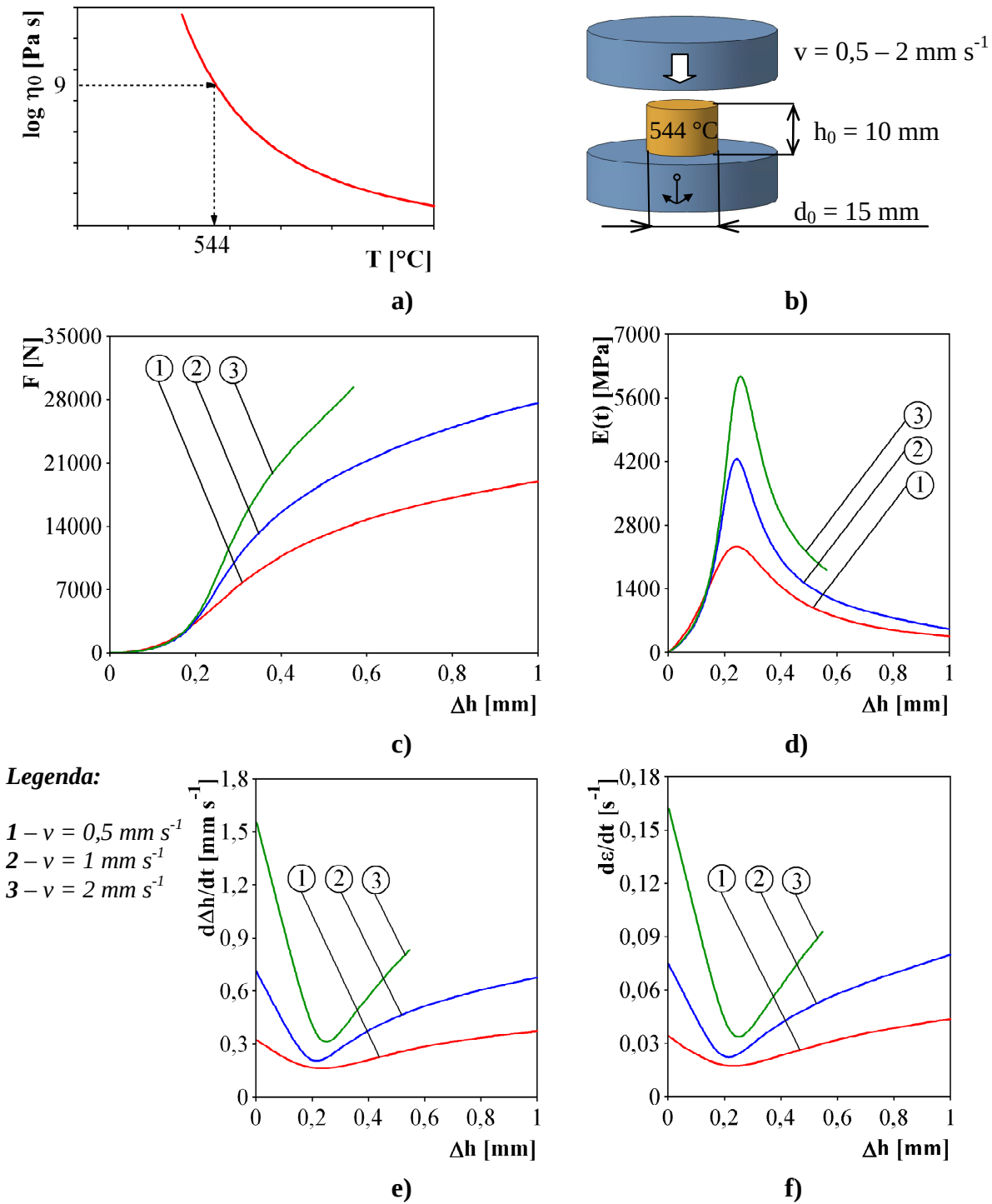
Lisování na horní hodnotě zvoleného viskozitního intervalu mělo za následek výrazný nárůst lisovací síly již na velmi krátkém intervalu stlačení (obr. 30-c). Nízké lisovací rychlosti navíc iniciovaly značný nárůst okamžitých hodnot elastických modulů (5790 - 9080 MPa), které jsou patrné z obr. 30-d. Při tvarování skloviny z olovnatého křišťálu nedocházelo k žádnému výskytu trhlin, které by narušovaly celistvost vzorku. Aplikace vyšších tvarovacích rychlostí byla limitována měřicí aparaturou, neboť lisovací síly se blížily k mezním silovým hodnotám použitého dynamometru. Vypočtené rychlosti deformace vztažené na výškový rozměr vzorků jsou vykresleny na obr. 30-f, přičemž skutečné rychlosti pohybu razníku při tvarování jsou doloženy obr. 30-e.



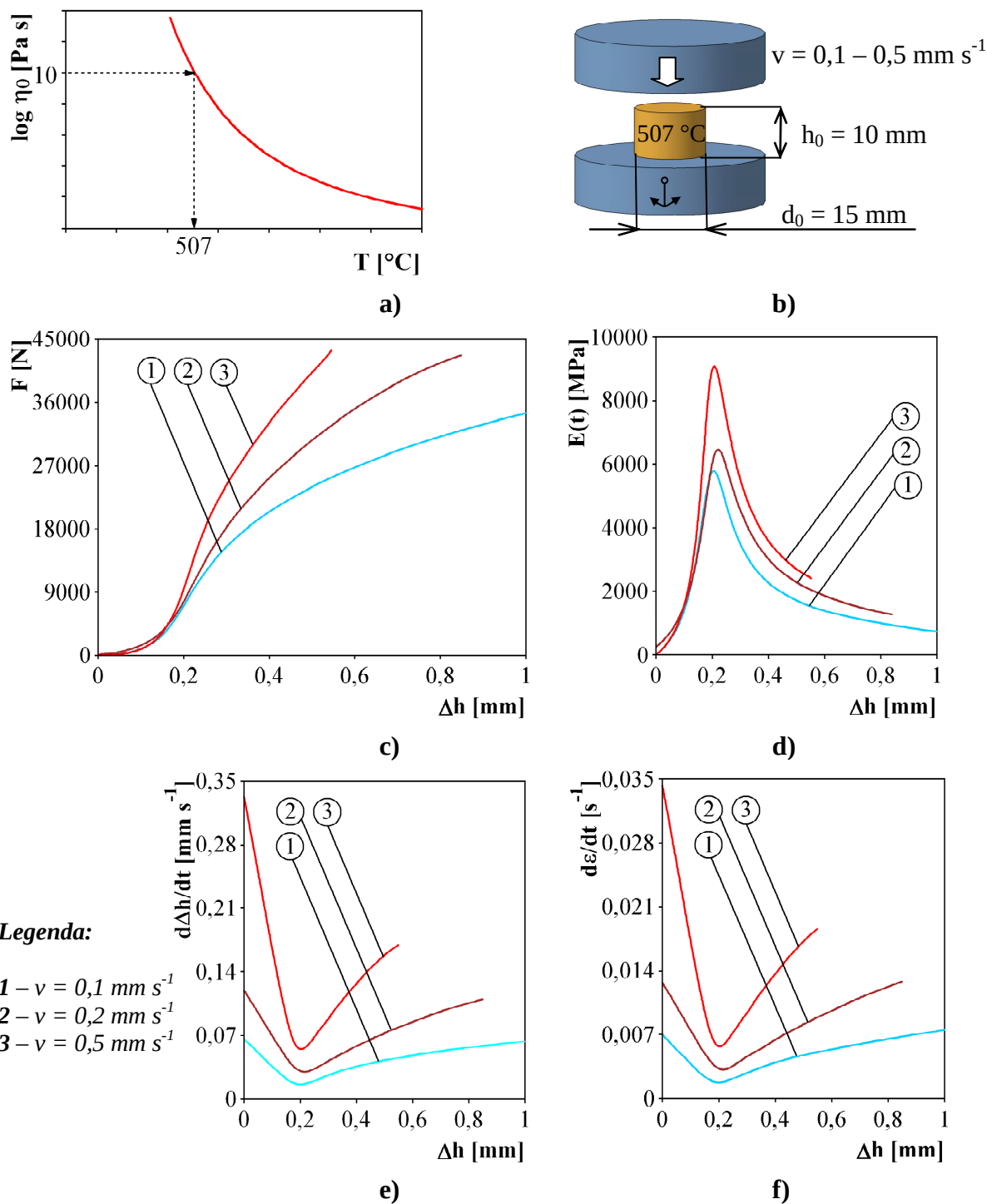
Obr. 27. Tvarování olovnatého křišťálu při teplotě 611 °C ($\eta_0 = 10^{7,5}$ Pa s); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 28. Tvarování olovnatého křišťálu při teplotě 587°C ($\eta_0 = 10^8 \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 29. Tvarování olovnatého křišťálu při teplotě 544 °C ($\eta_0 = 10^9$ Pa s); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 30. Tvarování olovnatého křišťálu při teplotě 507 °C ($\eta_0 = 10^{10} \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku

5.1.2 Elastické vlastnosti sodno-draselné skloviny

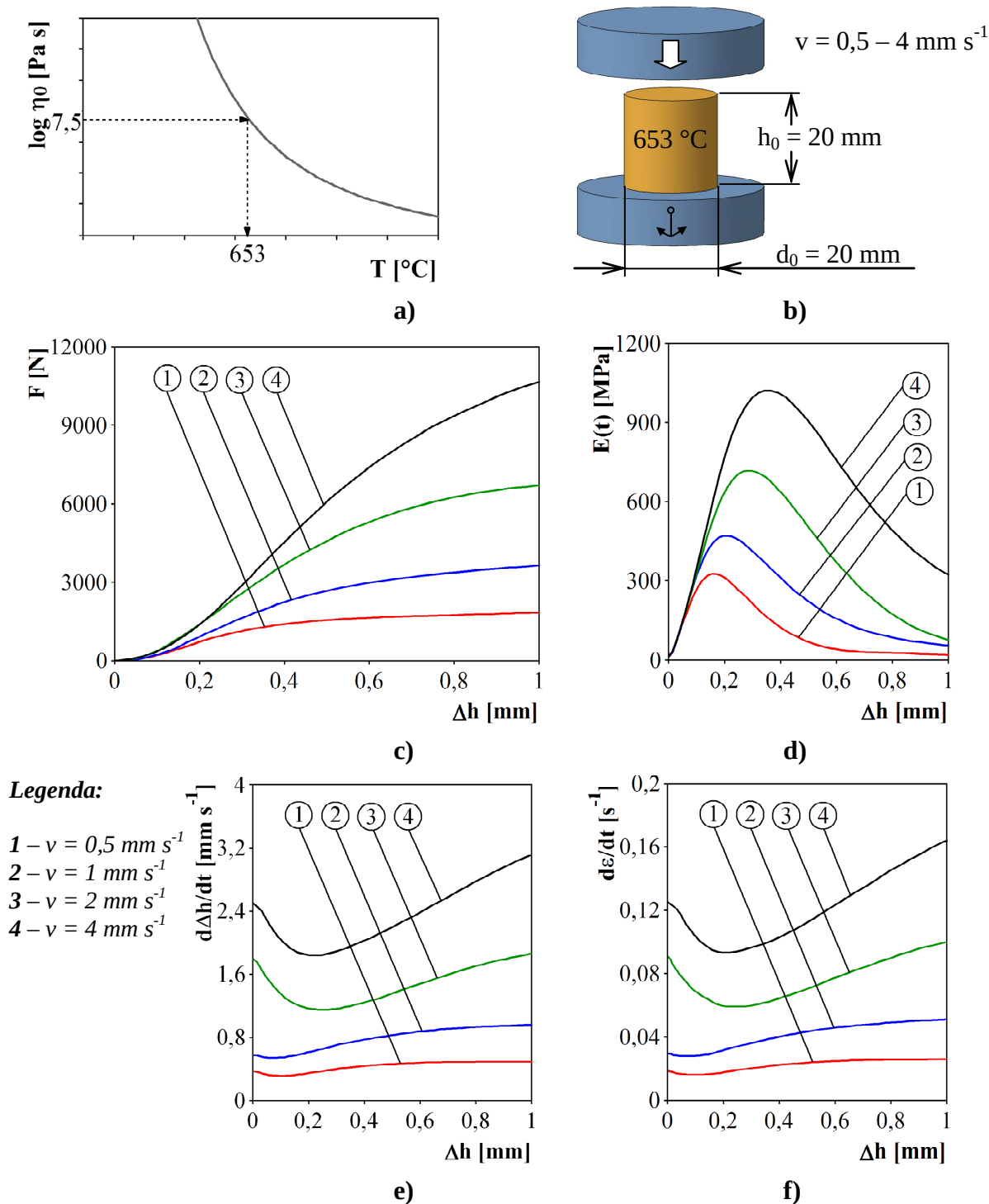
Materiálové parametry sodno-draselné skloviny vyjádřené v závislosti na skutečném stlačení jsou prezentovány ve stejném grafickém uspořádání jako předchozí série měření.

Charakter vývoje lisovací síly při teplotě 653 °C ($\eta_0 = 10^{7,5}$ Pa s) na reálném stlačení válečku v závislosti na různých rychlostech tvarovacího nástroje dokládá obr. 31-c. Značný vliv různých lisovacích rychlostí na okamžitý modul pružnosti během tvarování prokazuje obr. 31-d. Při hlubší studii průběhu křivek elastického modulu při orientaci na sestupný sklon profilu křivek 3 a 4 (obr. 31-d) oproti křivkám 1, 2 (obr. 31-d) se ukazuje, že stlačování vzorků nebylo uskutečněno současně v rámci jedné série měření, ale s určitým časovým odstupem. Z charakteru sklonu lisovacích křivek se dá usuzovat na mírnou teplotní nehomogenost tvarovaného skleněného válečku, což naznačují již vyšší počáteční náběhy u předložených křivek 3, 4, obr. 31-c.

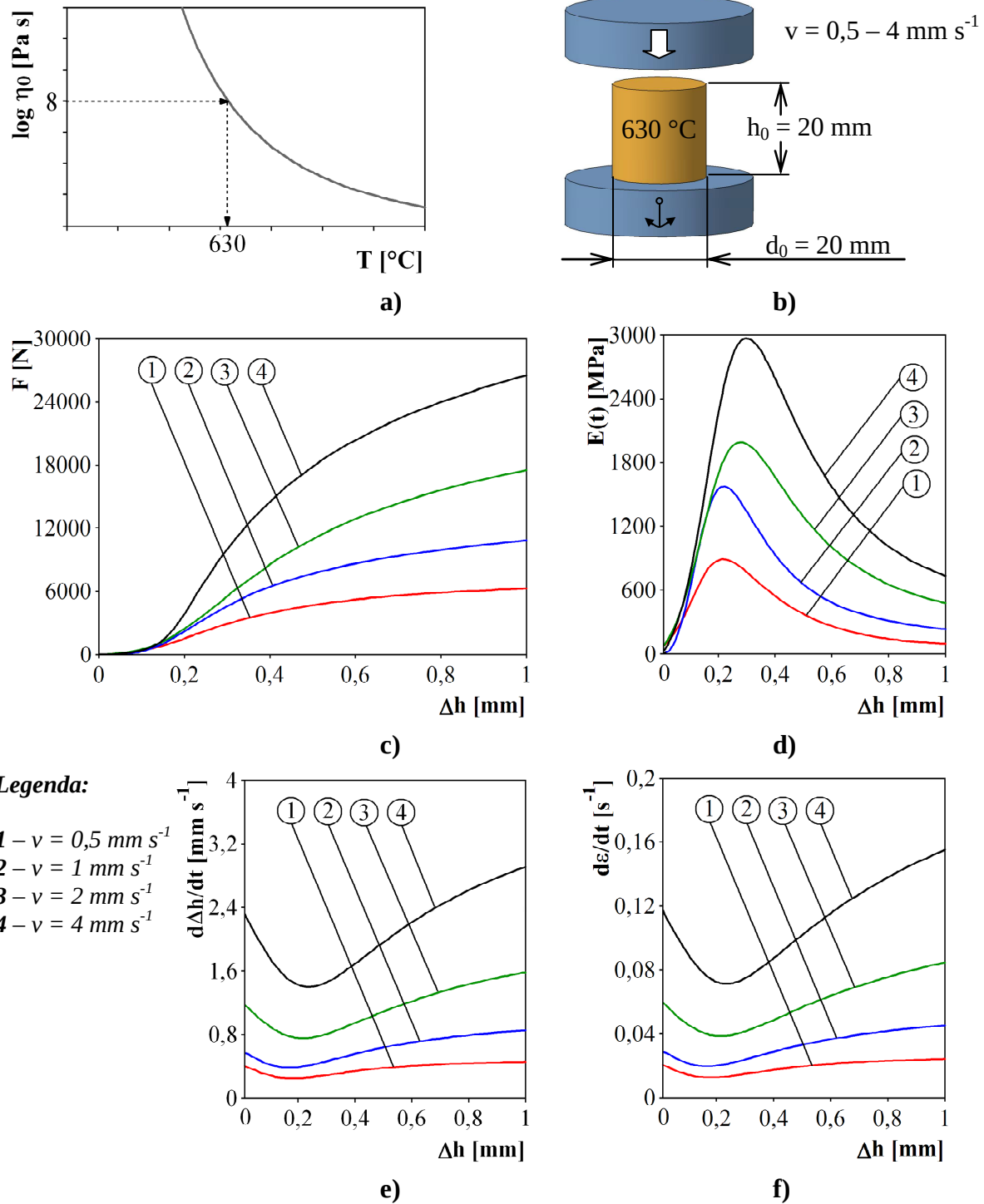
S rostoucí viskozitou skloviny je nutné vyvinout na skleněný vzorek poměrně vyšší lisovací sílu, aby bylo docíleno stejné deformace (jako při teplotě 653 °C), což je pozorovatelné na obr. 32-c. Naměřená data byla získána při viskozitě $\eta_0 = 10^8$ Pa s (630 °C). Na obr. 32-d jsou vykresleny odpovídající průběhy elastických modulů, jež se pohybovaly v rozmezí 890 - 3000 MPa, a svým charakterem odpovídají počátečním náběhům lisovacích sil. Průběhy relaxačních modulů při různých lisovacích rychlostech ($v = 0,5 - 4$ mm/s) jsou doplněny o průběhy skutečné rychlosti stlačení (obr. 32-e) a rychlosti deformace (obr. 32-f) v závislosti na skutečné deformaci skleněného vzorku během tvarování.

V oblasti teplot (experimenty byly uskutečněny při teplotě 589 °C, $\eta_0 = 10^9$ Pa s) blízkých transformačnímu intervalu má tvarovaná sklovina již poměrně vysokou tuhost, proto lisování skloviny probíhalo při nízkých rychlostech stlačování. Aplikované rychlosti nezpůsobovaly žádné obvodové trhliny pro daný rozsah stlačení. Vzhledem k limitním hodnotám laboratorního zařízení byla prováděna měření jen na krátkém intervalu stlačení do $\Delta h = 0,5$ mm pouze pro dvě rychlosti lisování, jejichž průběhy jsou vykresleny na obr. 33-e. Extrémní nárůst elastických modulů (4450 - 5200 MPa), obr. 33-d, při relativně nízkých rychlostech pohybu horní čelisti způsobila opět rozměrová změna válcového vzorku $\varnothing 15 - 10$ mm, původně izometrického ($\varnothing 20 - 20$ mm) a důležitou roli zde hrála také poměrně nízká teplota. Dosažená maxima pružných modulů předkládá obr. 33-d v závislosti na skutečné deformaci vzorku. Experimentální výsledky byly doplněny křivkami vyjadřující průběh rychlosti deformace válcového vzorku (obr. 33-f).

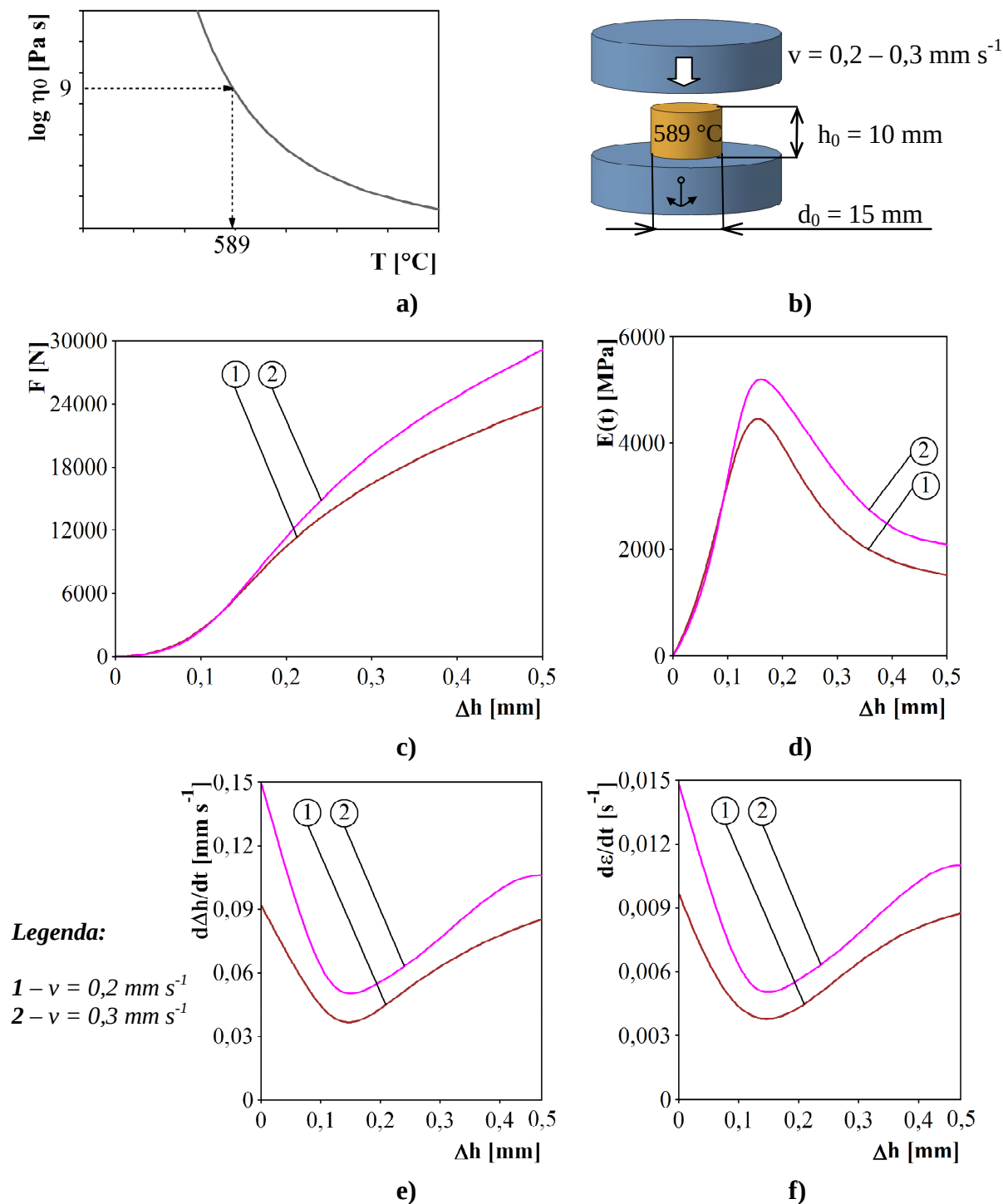
Vyhodnocování laboratorních experimentů při teplotě 554 °C ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s) bylo značně problematické, během tvarovacího procesu se vyskytly na obvodu vzorku příčné praskliny (obr. 48), které byly způsobeny příliš vysokou rychlostí lisování (obr. 34-e). Použitou rychlost stlačení ($v_k = 0,05$ mm s⁻¹), jejíž průběh je vykreslen na obr. 34-e, je možno označit za kritickou rychlost tvarování. Jelikož první velké destrukce se objevily již při stlačení $\Delta h = 0,22$ mm, nebylo možné dále pokračovat v tvarování, proces lisování byl ukončen, proto naměřená data jsou vyhodnocena pouze na intervalu stlačení $\Delta h = 0 - 0,25$ mm. Typická závislost reálné deformace a síly je vyobrazena na obr. 34-c. Materiálový parametr reprezentující tuhost sodno-draselné skloviny je vykreslen na obr. 34-d, jeho velikost nepřesáhla hodnotu 7000 MPa.



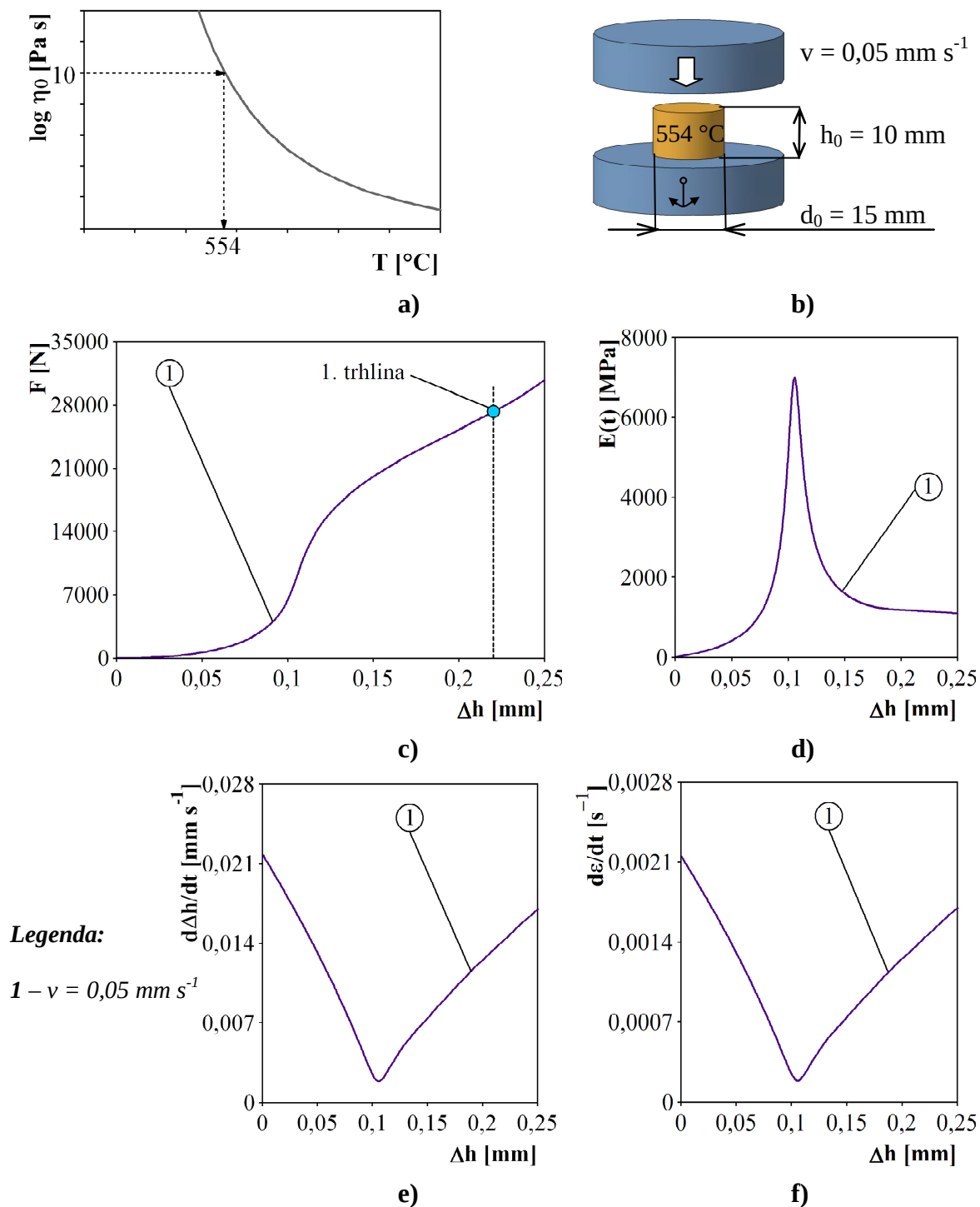
Obr. 31. Tvarování sodno-draselné skloviny při teplotě 653 °C ($\eta_0 = 10^{7,5}$ Pa s); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 32. Tvarování sodno-draselné skloviny při teplotě 630 °C ($\eta_0 = 10^8 \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 33. Tvarování sodno-draselné skloviny při teplotě 589 °C ($\eta_0 = 10^9$ Pa s); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 34. Tvarování sodno-draselné skloviny při teplotě 554 °C ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku

5.1.3 Elastické vlastnosti číré skloviny float

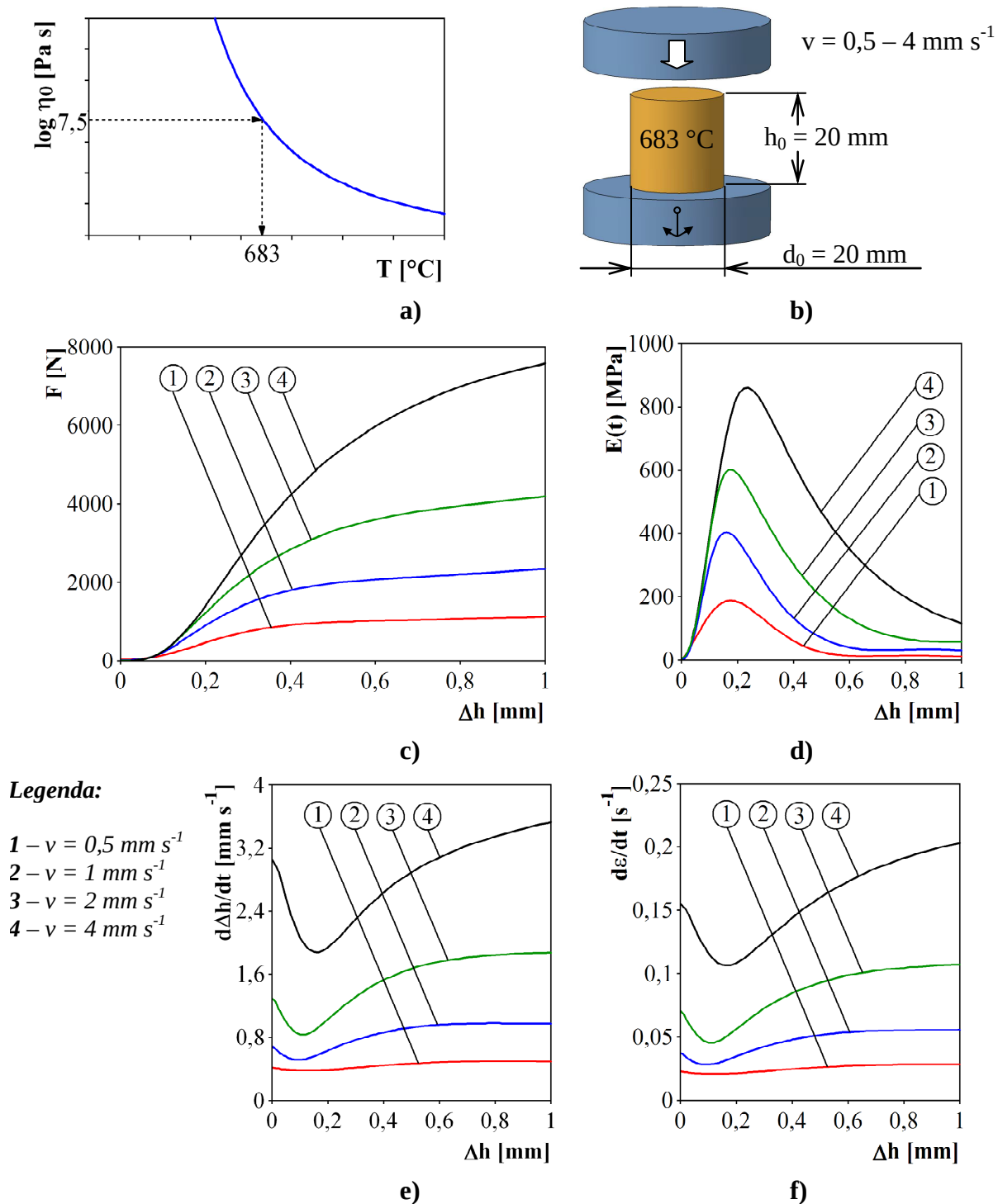
Mezi další analyzované skloviny patřila čírá sklovina float. Stlačování skloviny opět probíhalo ve viskozitním intervalu ($\eta_0 = 10^7 - 10^{10}$ Pa s).

Měření na obr. 35-c reprezentují odezvu vnější síly na deformaci skleněného vzorku při různých konstantních rychlostech pohybu razníku. Experimentální výsledky byly získány pro zvolenou viskozitu $\eta_0 = 10^{7,5}$ Pa s (683°C) a lisovací rychlost se pohybovala v intervalu $v = 0,5 - 4 \text{ mm s}^{-1}$. Tvarování skloviny probíhalo na horní mezi zvoleného viskozitního intervalu, kdy tok skloviny zčásti překrýval příspěvek od elastické složky při nízkých lisovacích rychlostech a tím zabraňoval výraznému nárůstu elastického modulu ($E(t) = 185 - 860 \text{ MPa}$), jak je vidět na obr. 35-d. Naopak rostoucí rychlost pohybu tvarovací čelisti podíl elastické odezvy výrazně navyšuje, přičemž průběh skutečné rychlosti je vykreslen na obr. 35-e a současně obr. 35-f dokládá vypočtenou rychlost deformace na skutečném stlačení.

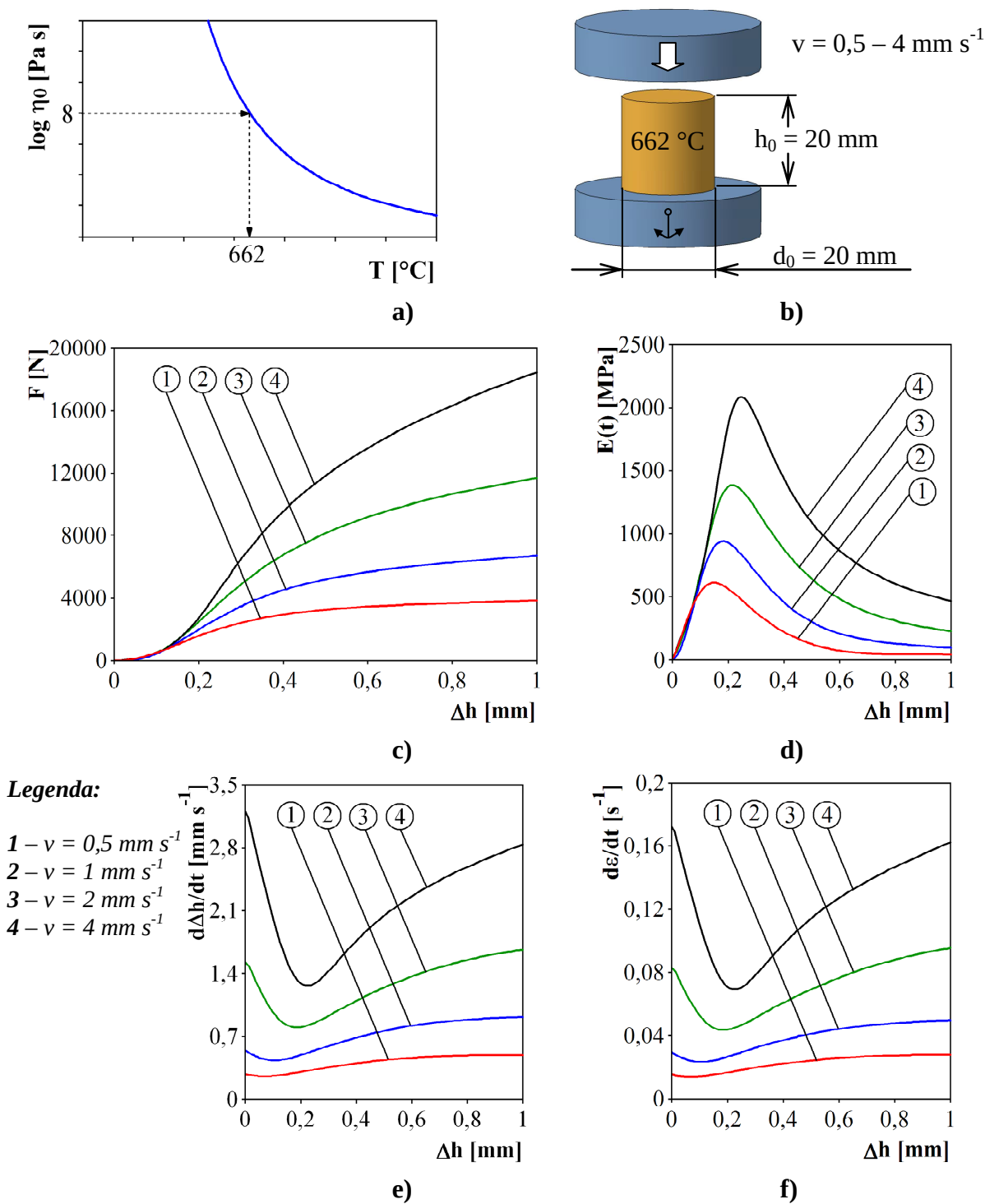
S klesající teplotou v důsledku rostoucí viskozity skloviny je patrný okamžitý nárůst lisovací síly (obr. 36-c) v porovnání s obr. 35-c, při respektování lisovacích rychlostí na daném úseku stlačení skloviny. Experimentálně stanoveným průběhům lisovací síly odpovídají charakteristiky elastických modulů (obr. 36-d), maximální hodnota pružné složky je výrazně závislá na rychlosti stlačení a dané pracovní teplotě. Maxima relaxačních modulů nabývala hodnot z intervalu $E(t) = 610 - 2100 \text{ MPa}$ a byla spojena s minimální rychlostí deformace, přičemž s rostoucí lisovací rychlostí jsou maxima hodnot elastického modulu posunuta k vyššímu stupni deformace (Δh). Měření byla provedena při proměnlivých rychlostech stlačení ($v = 0,5; 1; 2; 4 \text{ mm s}^{-1}$), jejichž skutečný průběh je vyobrazen na obr. 36-e a odpovídající rychlosti deformace dokumentuje obr. 36-f.

Odezvu vnější lisovací síly skleněného válečku při různých rychlostech pohybu razníku (obr. 37-e) dokládá obr. 37-c. Experimenty byly realizovány při teplotě 623°C ($\eta_0 = 10^9$ Pa s). Z důvodu porovnání reologického chování jednotlivých křemičitých skel bylo měření prováděno opět s velikostí vzorku $\varnothing 15 - 10 \text{ mm}$ jako u předchozích sklovin. Změna rozměrové velikosti vzorku měla za následek dvojnásobný nárůst rychlosti deformace, což se projevilo výraznějším nárůstem elastického modulu $E(t) = 2100 - 4000 \text{ MPa}$ (obr. 37-d). Při procesu tvarování, kdy skleněný vzorek byl deformován lisovací rychlostí $v = 0,4 \text{ mm s}^{-1}$, se začaly vyskytovat příčné trhliny na válcové části vzorku. Tyto obvodové trhliny se objevily při stlačení $\Delta h = 0,84 \text{ mm}$ a tedy tvarovací rychlost ($v_k = 0,4 \text{ mm s}^{-1}$) je možno označit za kritickou rychlost lisování, při které dochází k porušení celistvosti vzorků ($\varnothing 15 - 10 \text{ mm}$).

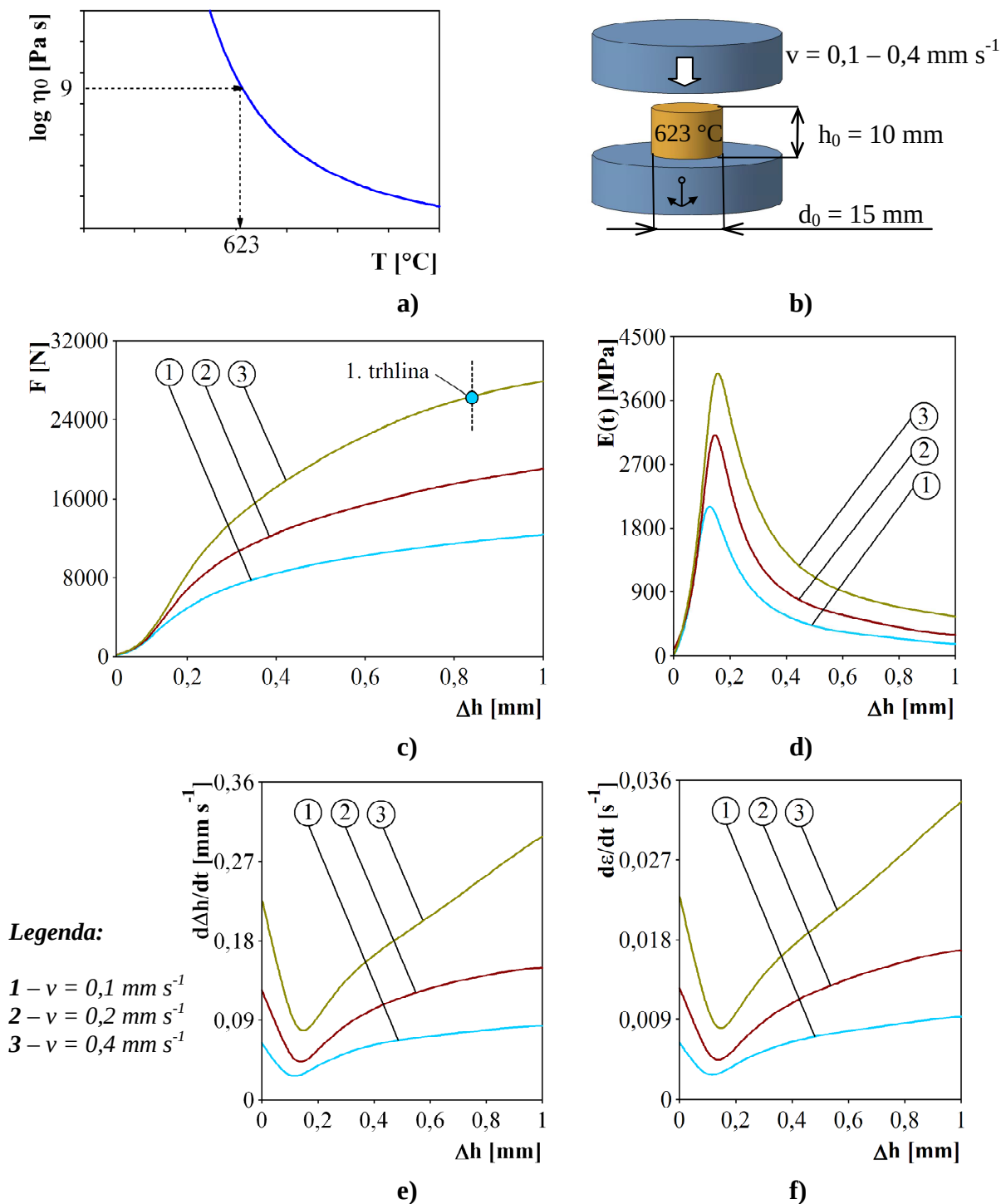
Při lisování na horní hranici zvoleného viskozitního intervalu $\eta_0 = 10^{10}$ Pa s (591°C) byl vzorek tvarován pouze při jedné lisovací rychlosti, neboť při dané rychlosti již docházelo k destrukci skleněného válečku. Deformační vývoj skloviny při zatěžování lisovací rychlostí $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$, včetně barevného označení vzniku první trhliny, je vyobrazen na obr. 38-c. Obvodová prasklina se objevila již při skutečném stlačení $\Delta h = 0,64 \text{ mm}$ a byla znamením pro ukončení lisovacího procesu. Použitou tvarovací rychlost $v_k = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$, jejíž průběh lze vidět na obr. 38-e, lze považovat za kritickou rychlost lisování.



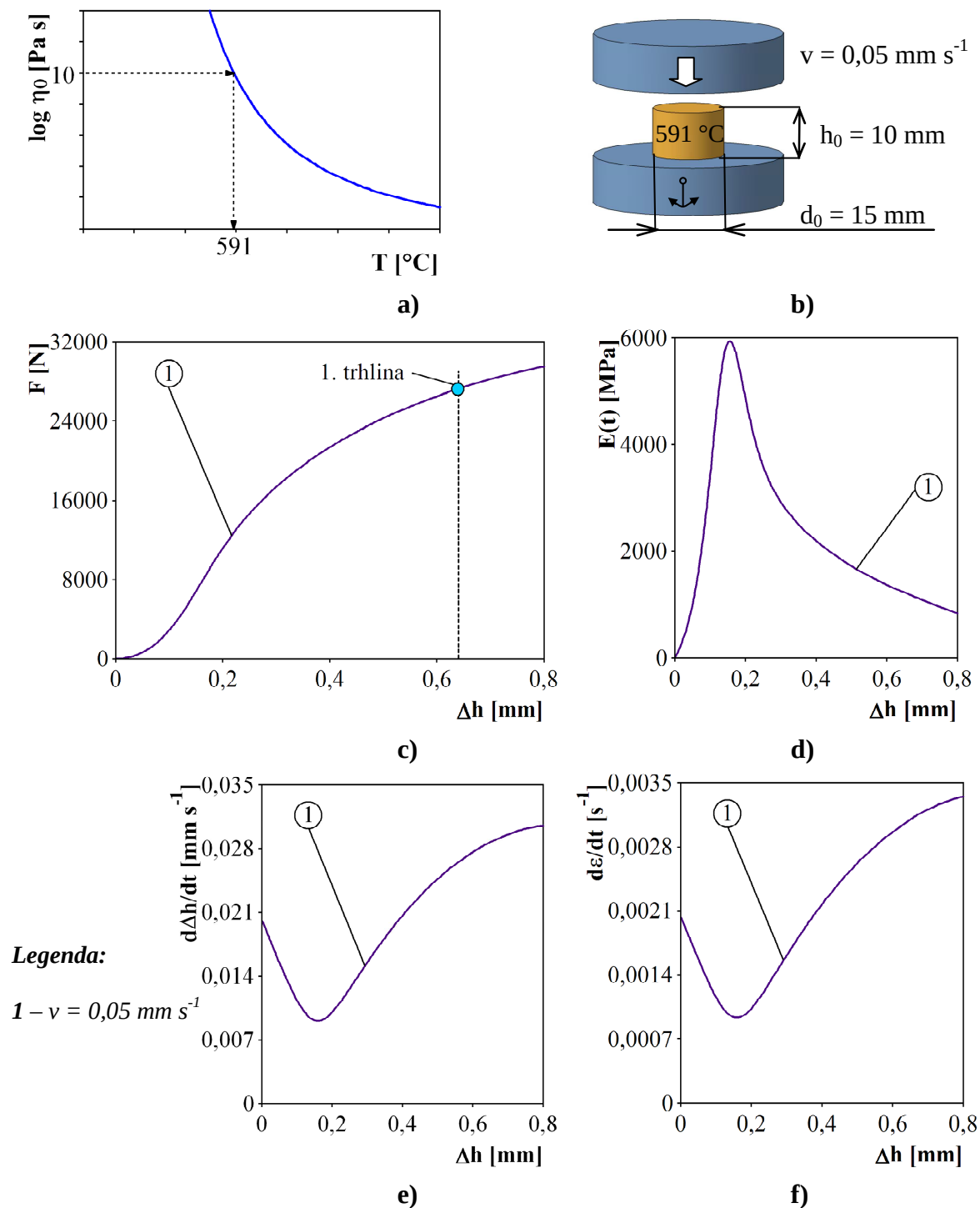
Obr. 35. Tvarování čiré skloviny float při teplotě 683 °C ($\eta_0 = 10^{7,5} \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečný průběh lisovací rychlosti; f) průběh rychlosti deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 36. Tvarování čiré skloviny float při teplotě 662 °C ($\eta_0 = 10^8$ Pa s; a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečný průběh lisovací rychlosti; f) průběh rychlosti deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 37. Tvarování čiré skloviny float při teplotě 623 °C ($\eta_0 = 10^9$ Pa s), a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečný průběh lisovací rychlosti; f) průběh rychlosti deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 38. Tvarování čiré skloviny float při teplotě 591 °C ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s), a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečný průběh lisovací rychlosti; f) průběh rychlosti deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku

5.1.4 Elastické vlastnosti zelené obalové skloviny

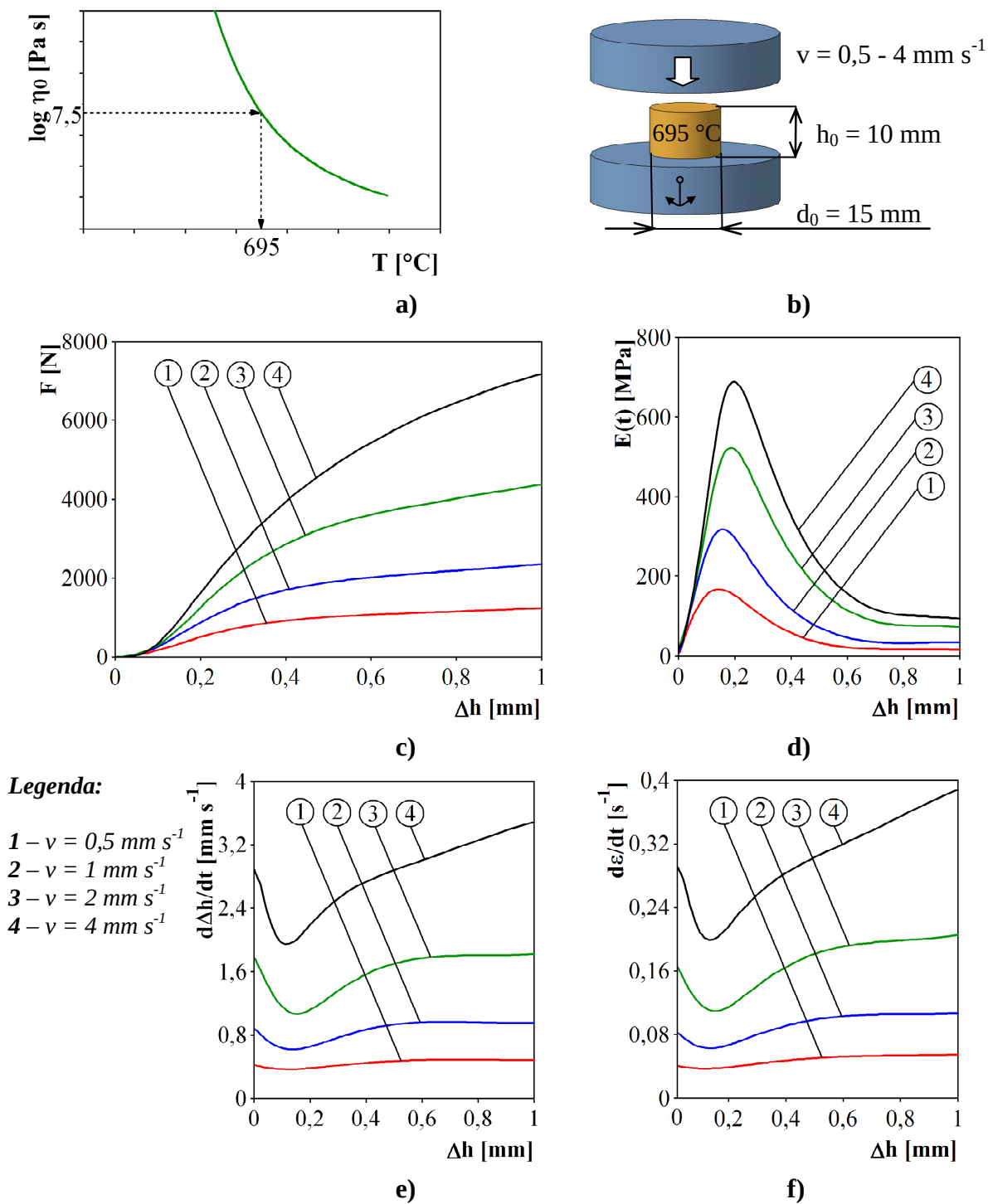
Experimentální část studie zaměřenou na vyhodnocování elastických parametrů ve zvoleném intervalu viskozit $\eta_0 = 10^7 - 10^{10}$ Pa s, uzavírá sklovina ze zeleného obalového skla. Laboratorní experimenty byly prováděny s jednotnou rozměrovou velikostí vzorků, konkrétně byly použity vzorky $\varnothing 15-10$ mm.

Vývoj lisovací síly při tvarování skleněných vzorků lze rozdělit na dvě etapy. Prvotní fáze tvarovacího procesu (do $\Delta h = 1-2$ mm) je provázána výrazným projevem elastické odezvy, jež je postupně s narůstajícím stlačením překrývána viskózním tokem skloviny. Lisovací křivky, které byly získány při teplotě 695°C ($\eta_0 = 10^{7.5}$ Pa s) a při různých pohybech razníku jsou předloženy na obr. 39-c. Odpovídající průběh relaxačního modulu je patrný z obr. 39-d, přičemž charakter vývoje křivky přísluší experimentálně stanovenému průběhu lisovací síly v závislosti na skutečném stlačení. Maxima relaxačních modulů (170 - 700 MPa), jež byla vypočtena pomocí rovnice (43), jsou spjata s minimální rychlostí deformace (obr. 39-f). Zvyšující rychlost tvarování posouvá jejich maxima k vyššímu stupni stlačení, což je v souladu s očekávanými předpoklady. Skutečná rychlost pohybu razníku je vykreslena na obr. 39-e.

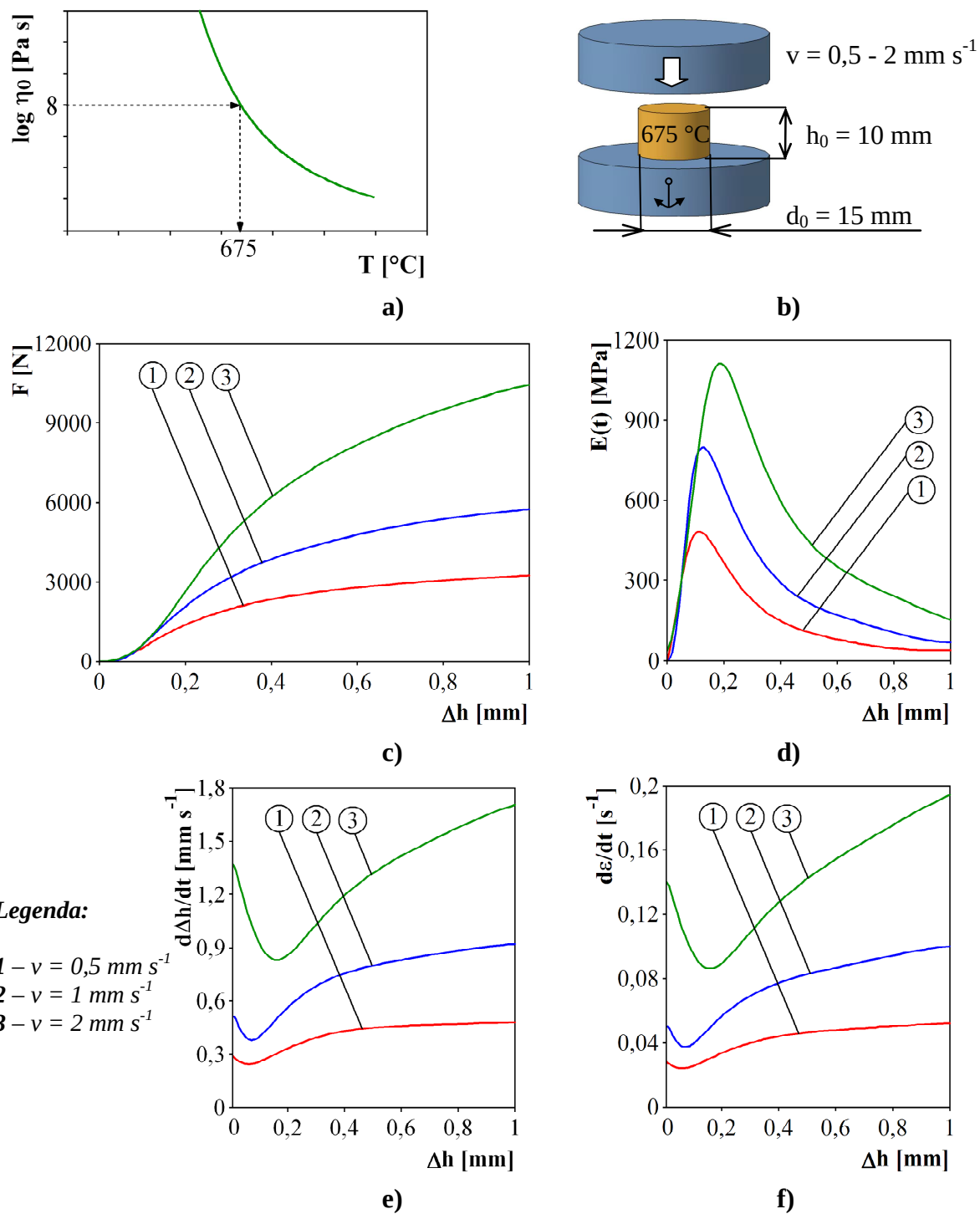
S klesající teplotou dochází ve stlačované sklovině k výraznějšímu nárůstu elastické odezvy, jak je doloženo laboratorními měřeními uskutečněnými při teplotě 675°C ($\eta_0 = 10^8$ Pa s). Okamžitá maxima relaxačních modulů, jež se pohybovala v rozmezí $E(t) = 480 - 1100$ MPa, byla stanovena z naměřeného průběhu zátěžových charakteristik (obr. 40-c). Použité lisovací rychlosti, doložené na obr. 40-e, ve vazbě na aktuální teplotu mají výrazný vliv na odezvu skloviny, tedy na vývoj silových charakteristik a jim příslušejících průběhů relaxačních modulů (obr. 40-d). Skutečné rychlosti deformace vztažené na aktuální výškový rozměr vzorků jsou vykresleny na obr. 40-f.

Typickou odezvu vnější síly na deformaci skleněného vzorku při různých konstantních rychlostech prezentuje obr. 41-c, měření byla prováděna při viskozitě $\eta_0 = 10^9$ Pa s (639°C). Použité lisovací rychlosti měly značný vliv na velikost elastické odezvy v počáteční fázi tvarování. Průběhy relaxačních charakteristik předkládá obr. 41-d, jejich dosažená maxima dosahovala hodnot v rozmezí $E(t) = 2100 - 3300$ MPa. Skutečný průběh tvarovací rychlosti prezentuje obr. 41-e, skutečná rychlost deformace je vykreslena na obr. 41-f.

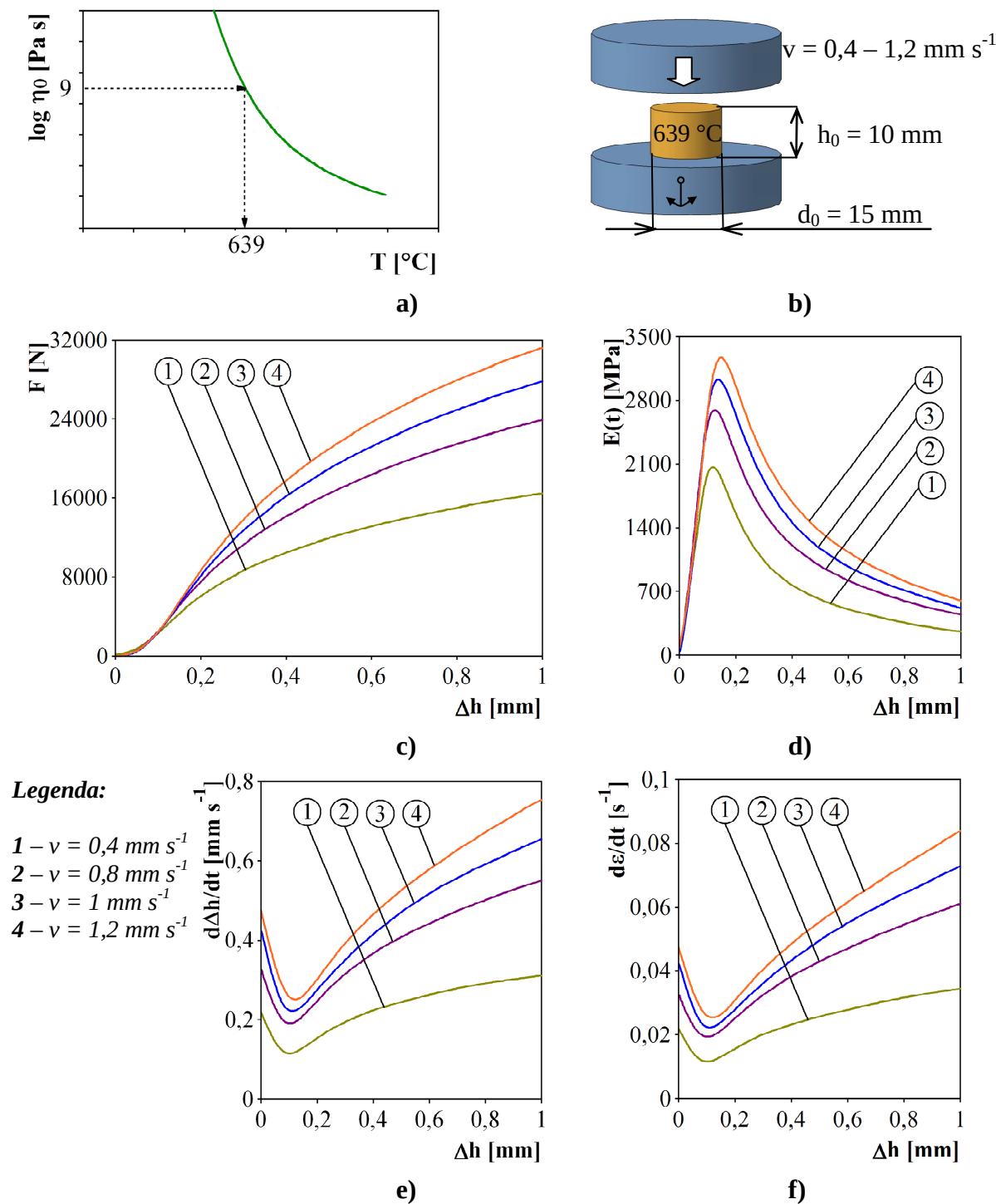
Při tvarování na horní mezi zvoleného pracovního viskozitního intervalu ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s (608°C)) sklovina vykazovala vysoký odpor proti přetvoření, což dokládá okamžitá hodnota vypočteného relaxačního modulu $E(t) = 5200$ MPa. Příslušný průběh elastického modulu je doložen obr. 42-d a svým průběhem odpovídá naměřené zátěžné síle (obr. 42-c). Experimenty z důvodu značného nárůstu lisovací síly musely být ukončeny již ve visko-elastické oblasti. Nízká tvarovací teplota společně s danou lisovací rychlostí měla za následek vznik nežádoucích defektů na válcové části vzorku. První trhliny ve tvarované sklovině se objevily při skutečném stlačení $\Delta h = 0,94$ mm a k jejich tvorbě přispěla aplikovaná rychlost lisování, již v tomto případě lze označit za kritickou rychlost ($v_k = 0,2$ mm s⁻¹). Průběh skutečné rychlosti deformace znázorňuje obr. 42-f.



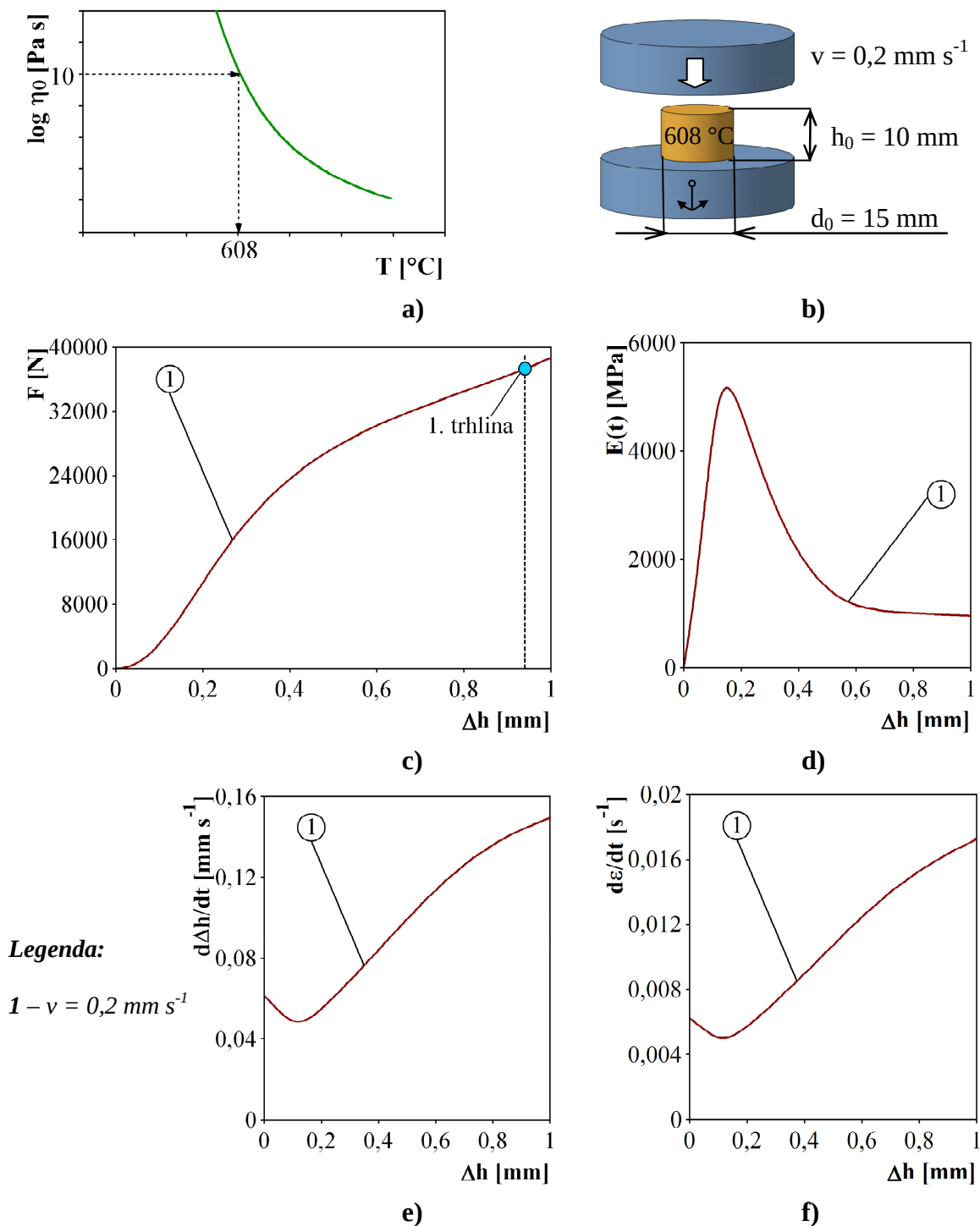
Obr. 39. Tvarování zelené obalové skloviny při teplotě 695 °C ($\eta_0 = 10^{7,5} \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 40. Tvarování zelené obalové skloviny při teplotě 675°C ($\eta_0 = 10^8 \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 41. Tvarování zelené obalové skloviny při teplotě 639 °C ($\eta_0 = 10^9 \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku



Obr. 42. Tvarování zelené obalové skloviny při teplotě $608 \text{ }^\circ\text{C}$ ($\eta_0 = 10^{10} \text{ Pa s}$); a) viskozitní křivka; b) charakteristika experimentální metody; c) vývoj lisovací síly v počáteční fázi stlačení; d) odpovídající průběh elastického modulu; e) skutečná lisovací rychlost; f) rychlost deformace v závislosti na reálném stlačení vzorku

5.1.5 Shrnutí elastických vlastností sklovin

V disertační práci byla zvýšená pozornost věnována vyhodnocování teplotní závislosti elastických modulů všech čtyř analyzovaných sklovin ve zvoleném intervalu viskozit ($\eta_0 = 10^7 - 10^{10}$ Pa s). Pracovní teploty odpovídající zvolenému viskozitnímu intervalu byly získány z příslušných viskozitních křivek daných sklovin. Okamžité hodnoty relaxačních modulů byly vypočteny pomocí vztahu (43) z maximálního sklonu experimentálně stanovených silových charakteristik v závislosti na skutečném stlačení vzorku během tvarovacího procesu. Aplikaci rovnice (43) demonstrují obr. 27-d až obr. 42-d, kde je relaxační modul vykreslen v závislosti na skutečné deformaci vzorku při různých rychlostech razníku. Relaxační modul nabývá svého maxima, jež je značně závislé na tuhosti celé tvarovací soustavy, čili na mechanické korekční charakteristice systému. Maxima relaxačních modulů jsou výsledky dvou náročných a opačných procesů. První z nich je nárůst modulu vlivem rostoucí počáteční rychlosti deformace a druhý je pokles modulu s časem v důsledku relaxace skloviny.

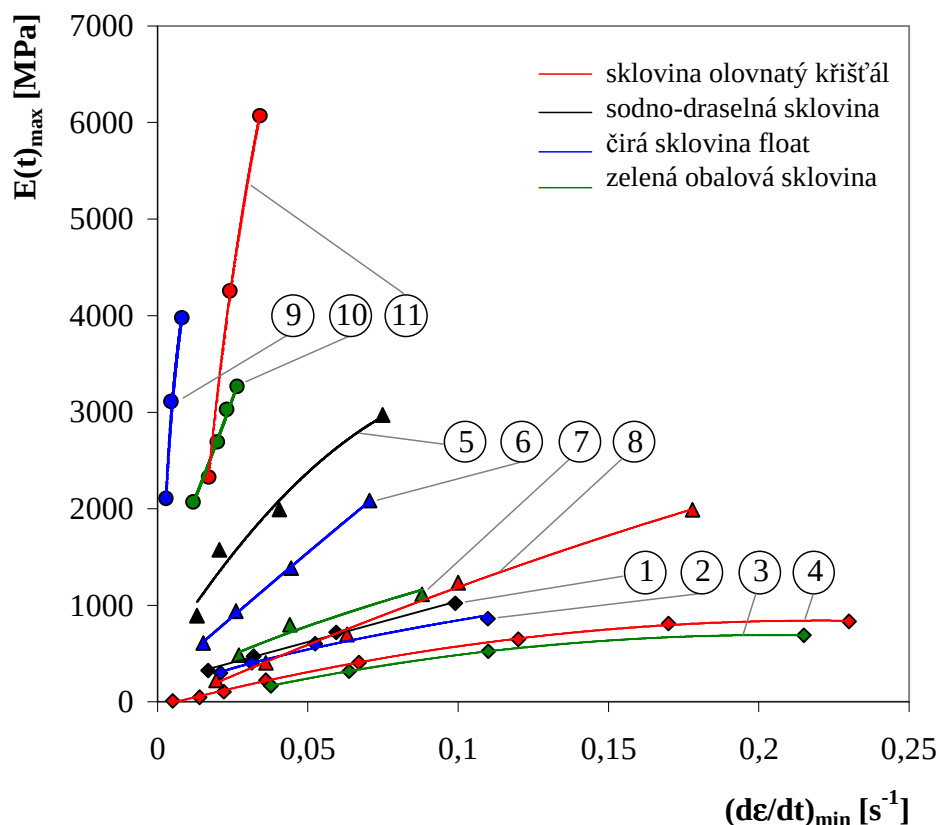
Z grafických výstupů daných sklovin vyplývá, že s narůstající teplotou nepochybně dochází k poklesu charakteristických parametrů reprezentujících pružnou odezvu ve stlačované sklovině. Průběhy relaxačních modulů vykreslené v závislosti na skutečném stlačení dokládají, že příspěvek od elastické složky je významný zhruba do hodnoty skutečného stlačení vzorku $\Delta h = 2$ mm. Po překročení stlačení $\Delta h = 2$ mm sklovina vykazuje vlastnosti viskózní kapaliny. Ve skutečnosti reologický stav skloviny závisí na dané pracovní teplotě a použité lisovací rychlosti. Z doložených grafických průběhů vyplývá, že maxima elastických modulů se posouvají s rostoucí lisovací rychlostí k vyšším hodnotám deformace a dále maximální hodnoty relaxačních modulů jsou spojeny s minimální skutečnou rychlostí deformace.

Z experimentálních výsledků elastických parametrů vyplývá, že relaxační modul je nezbytnou materiálovou vlastností vystihující tuhost (křehkost) dané skloviny a mající vliv na její zpracovatelnost. Snadnou tvarovatelnost vykazovala sklovina z olovnaté křišťálu, svědčí o tom vypočtená maxima elastických modulů, jež jsou výrazně nižší oproti ostatním křemičitým sklovinám při aplikaci totožných lisovacích rychlostí a zároveň i použitá lisovací rychlost, která byla v několika případech až dvojnásobná.

Při porovnání naměřených silových charakteristik a vypočtených relaxačních modulů jednotlivých sklovin lze usuzovat na skutečnost, že měření neprobíhala při shodných dynamických viskozitách i přesto, že byly vždy hodnoty pracovní teploty (viskozity) zkoumaných sklovin stanoveny podle příslušné (zpracovatelem skloviny dodané) viskozitní křivky. Proto lze jen velmi obtížně provést srovnání materiálových vlastností sklovin a současně vyhodnotit vliv chemického složení křemičitých sklovin na jejich deformační chování za vyšších teplot. Viskozitní nesrovnalosti mohou být do jisté míry vysvětleny systematickou chybou vzniklou při měření použitými termočlánky (špatný kontakt, chybné umístění termočlánku, použité kompenzační vedení atd.). Za krajní vysvětlení uvedených disparit je možno považovat nepřesnou interpretaci viskozitních křivek daných sklovin.

I přes uvedené nesrovnalosti byla maxima relaxačních modulů testovaných sklovin vynesena do grafu (obr. 43) v závislosti na skutečné minimální rychlosti deformace ($\dot{\epsilon}_{\min} = \dot{h}_{\min}/h(t)$). Ale lze konstatovat, že bylo docíleno relativně značné shody

s publikovanými výstupy [14, 32]. Bez ohledu na rozměrovou velikost použitých vzorků všech sklovin je evidentní, že tuhost skloviny z počátku narůstá lineárně a později, s rostoucí rychlostí deformace, má tendenci degresivního charakteru. Projev degresivního sklonu je evidentní především u křivek 3 a 4 (obr. 43). Křivka 4, jež reprezentuje křehkost skloviny z olovnatého křišťálu při viskozitě $\eta_0 = 10^{7.5}$ Pa s, poukazuje na fakt, že při překročení určité lisovací rychlosti, v tomto konkrétním případě se jedná o lisovací rychlost $v = 8 \text{ mm s}^{-1}$, konverguje modul k určité ustálené hodnotě, která je pouze hrubě odhadnuta na 800 MPa. Stejným způsobem bylo posouzeno chování zelené obalové skloviny (křivka 3), z vývoje křivky lze usuzovat na hodnotu zhruba 700 MPa. U ostatních křivek (obr. 43) nelze vydedukovat hodnotu při níž dochází k ustálení relaxačního modulu, neboť křivky mají zatím lineární charakter vzhledem k aplikovaným lisovacím rychlostem. Provedená měření byla omezena zvoleným viskozitním intervalem a tudíž velikostí lisovací síly při procesu tvarování, což mělo výsledný vliv na použité lisovací rychlosti.



Obr. 43. Maxima relaxačních modulů v závislosti na minimální rychlosti deformace při předpokládaných viskozitách: $\eta_0 = 10^{7.5}$ Pa s (křivky 1, 2, 3, 4); $\eta_0 = 10^8$ Pa s (křivky 5, 6, 7, 8); $\eta_0 = 10^9$ Pa s (křivky 9, 10, 11)

Zvyšování relaxačního modulu je nelineární proces [97] s následkem, že odpor tuhosti skloviny klesá s rostoucí rychlostí deformace. Obdobné chování lze vypožorovat u nenewtonských látek, jejichž „toková pevnost“ se snižuje se zvyšující se deformační rychlostí. Pokud by závislost měla lineární charakter, sklovina se stává tužší, tj. křehčí s rostoucí rychlostí deformace. Jinými slovy, pokud stlačování skloviny bude realizováno při kritické rychlosti deformace, bude docházet k výskytu trhlin při vyšší hodnotě modulu, tzn. sklovina

bude křehčí. Naopak bude-li mít křivka vyjadřující závislost maximálních hodnot relaxačních modulů na rychlosti deformace sklon k degresi, vznik trhlin bude spojen s nižší tuhostí vzorku, ale s mnohem vyšší kritickou rychlostí deformace. Pseudomodul pružnosti vyjadřuje odpor proti přetváření a tak z pohledu tvarovacího procesu je žádoucí jeho minimalizace, ideální případ by nastal pokud by modul přetvárnosti byl téměř nulový.

Skloviny s nižším modulem přetvárnosti mají obvykle dobrou tvarovatelnost. Snižování tuhosti skloviny má pozitivní vliv na zpracovatelnost skloviny, tudíž na celý tvarovací proces. Vliv chemického složení na tvarovatelnost analyzovaných sklovin lze pouze objasnit na sklovinách za podmínek, že tvarování probíhá při stejných newtonských viskozitách.

I když se nepodařilo naměřit hodnoty relaxačních modulů při shodných rovnovážných viskozitách, přesto byla maxima relaxačních modulů shrnuta do jednoho grafu a tedy lze obr. 43 považovat za hlavní výsledek v této podkapitole. Lze tedy konstatovat, že skloviny s vysokým pseudomodulem jsou spojeny s nízkou lisovací silou a naopak. Tyto dvě vlastnosti určují křehkost skloviny.

5.1.6 Měření za předpokladu shodné viskozity

S ohledem na problémy vzniklé při měření reologických parametrů, jak dokládá obr. 43, kdy se nepodařilo provést měření při shodných viskozitách a tak nebylo možno provést srovnání reologického chování daných sklovin a vliv jednotlivých chemických činitelů na tvarovací proces, bylo nutné provést opakované měření s analyzovanými sklovinami. Záměrem těchto dalších měření bylo získat průběhy shodných zátěžových charakteristik v závislosti na stlačení, jež by odpovídaly jedné shodné viskozitě, což se také nakonec podařilo (obr. 44 až obr. 46). Experimenty byly realizovány se všemi zkoumanými sklovinami při třech různých rychlostech pohybu razníku. Skutečná pracovní viskozita byla stanovena pomocí zvoleného konečnoprvkového modelu.

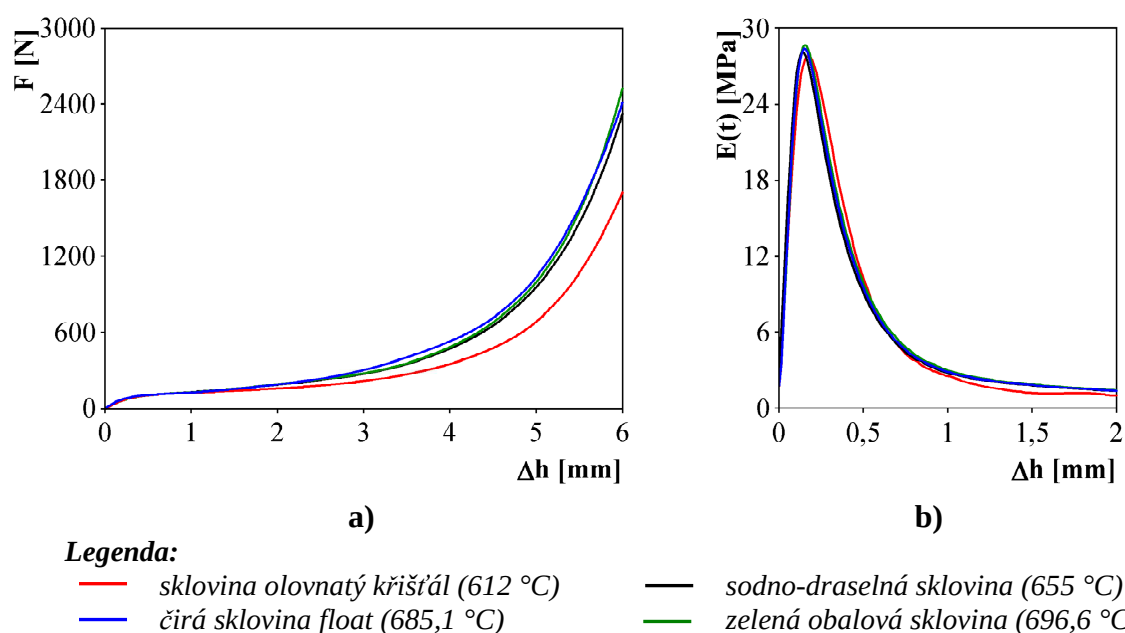
Měření byla uskutečněna na dolní hranici zvoleného viskozitního intervalu, tedy na hodnotě $\eta_0 = 10^{7.5}$ Pa s, ve skutečnosti ale na srovnávací viskozitě vůbec nezáleželo. Jediným kritériem bylo, aby tvarovaný vzorek měl viskozitní konzistenci takovou, která by co nejvíce minimalizovala elastickou složku a zároveň nemohlo docházet k samovolné deformaci vzorků vlivem působící gravitační síly ještě před zahájením tvarovacího procesu. Cílem následujících experimentů bylo provést měření při jedné nízké viskozitě a malé lisovací rychlosti. Za referenční sklovinu byla zvolena čirá sklovina float, její volba byla čistě náhodná, ostatní skloviny byly metodou empiricko-experimentální kalibrace (metoda „pokus-omyl“) postupně teplotně vyladěny tak, aby vývoj lisovací síly u rozličných sklovin odpovídal jedné zvolené pracovní viskozitě při lisování.

Experimenty byly realizovány při třech odlišných lisovacích rychlostech. V prvním případě skleněné válečky byly stlačovány při velmi nízké lisovací rychlosti $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$ (obr. 44). Volba této rychlosti byla z důvodu minimalizace počáteční oblasti s výrazným projevem elastické odezvy, aby ve stlačované sklovině docházelo víceméně k viskóznímu tečení (bez tzv. efektu „shear thinning“). Ve druhém případě byly připravené vzorky skla tvarovány při dvou lisovacích rychlostech $v = 2 \text{ mm s}^{-1}$ (obr. 45) a $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$ (obr. 46) pro stejný interval stlačení. Pro dané experimenty byly zvoleny vzorky o rozměrech $\varnothing 15\text{-}10 \text{ mm}$, jejich přesná rozměrová specifikace je uvedena v tab. 9.

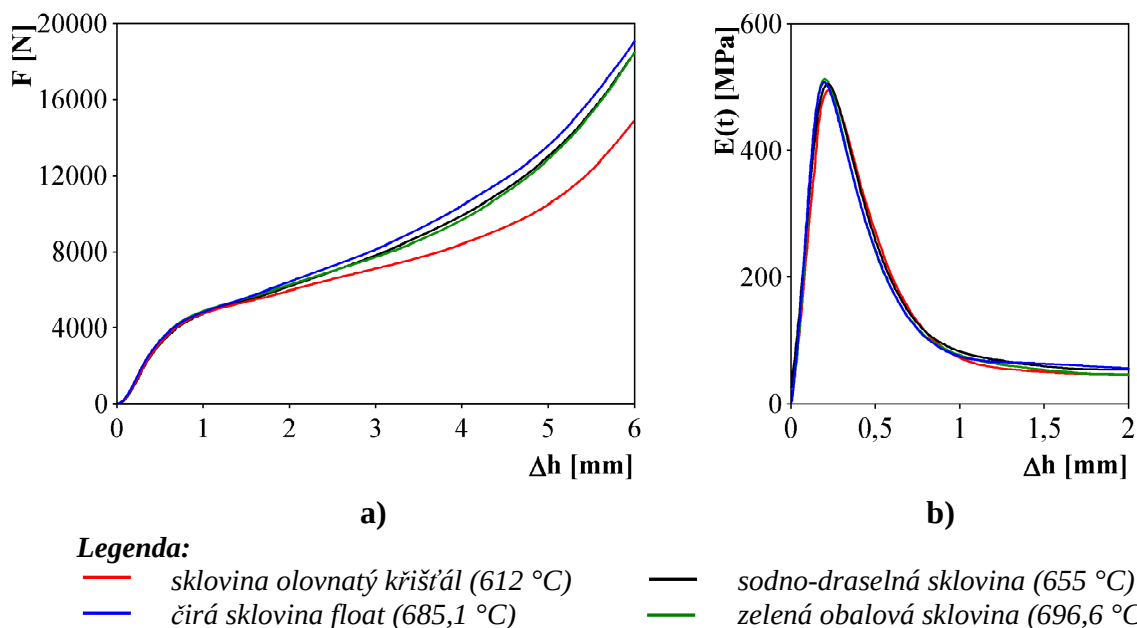
Tab. 9. Specifikace vzorků

Sklovina	Rozměry vzorků [mm]
Sklovina olovnatý křišťál	Ø 14,4 - 9,40
Sodno-draselná sklovina	Ø 15,3 - 9,95
Čirá sklovina float	Ø 15,3 - 9,95
Zelená obalová sklovina	Ø 15,6 - 9,95

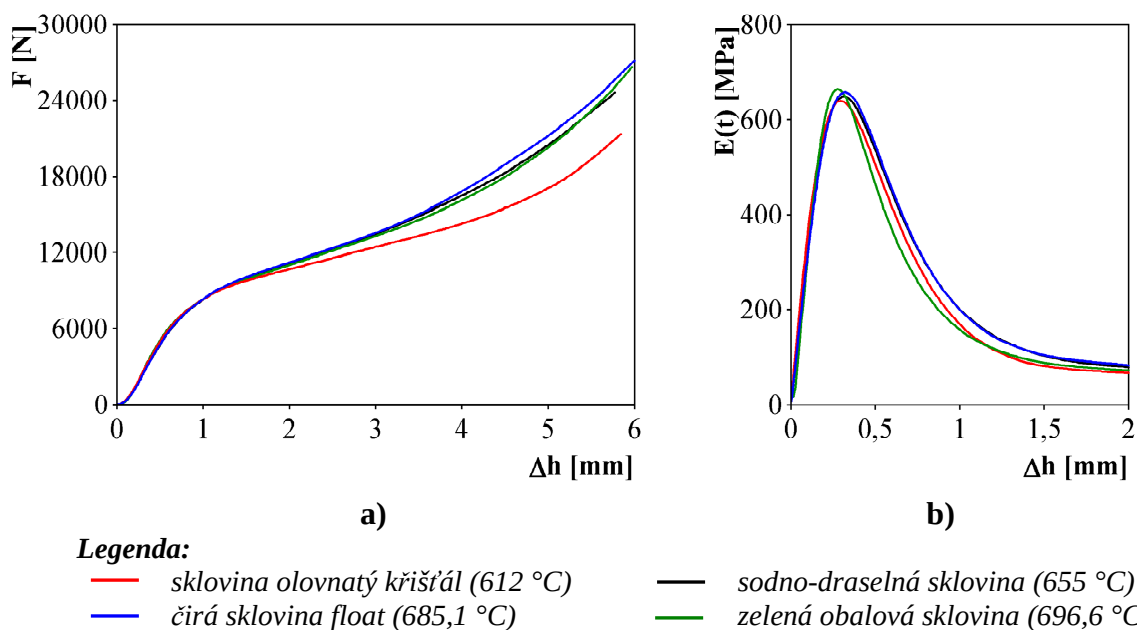
Různorodá velikost vzorků byla dalším problémem při realizovaných laboratorních experimentech. Průběh zátěžových charakteristik je značně závislý na rozměrech vzorku, především na změně výšky, jak bylo dokázáno v podkapitole 4.4.1. Pro vzájemné srovnání deformačního chování testovaných sklovin musela být naměřená data početně analyzována na standardní velikost vzorku Ø 15,3-9,95 mm. Nový průběh lisovací síly u zelené skloviny byl získán vynásobením původní křivky přepočtovým koeficientem (75) z důvodu většího počátečního průměru vzorku. Průběh zátěžné síly u skloviny z olovnatého křišťálu musel být ověřen numerickou simulací vzhledem ke změně obou parametrů (průměru i výšky) vzorku. Na základě provedené výpočetní analýzy byl stanoven koeficient pro přepočet mezi průběhy lisovacích křivek pro dva typy vzorků (Ø 14,4-9,40 mm vs. Ø 15,3-9,95 mm). Předložené grafické výstupy dokládají průběhy zátěžových křivek analyzovaných sklovin odpovídající jednotnému počátečnímu rozměru použitého vzorku (Ø 15,3-9,95 mm).



Obr. 44. a) experimentálně stanovené průběhy lisovacích sil; b) odpovídající průběh elastické deformace analyzovaných sklovin při viskozitě $\eta = 10^{7,47}$ Pa s a rychlosti pohybu razníku $v = 0,05$ mm s⁻¹



Obr. 45. a) experimentálně stanovené průběhy lisovacích sil; b) odpovídající průběh elastické deformace analyzovaných sklovin při viskozitě $\eta = 10^{7,47}$ Pa s a rychlosti pohybu razníku $v = 2 \text{ mm s}^{-1}$



Obr. 46. a) experimentálně stanovené průběhy lisovacích sil; b) odpovídající průběh elastické deformace analyzovaných sklovin při viskozitě $\eta = 10^{7,47}$ Pa s a rychlosti pohybu razníku $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$

Ze srovnání zátěžových charakteristik (obr. 44-a až obr. 46-a) jednotlivých sklovin při stejné rychlosti lisování vyplývá, že bylo ve všech případech během experimentů docíleno obdobné viskozity ($\eta = 10^{7,47}$ Pa s). Podstatnější rozdíl v deformačních charakteristikách v oblasti viskózního toku od ostatních sklovin vykazuje sklovina z olovnatého křišťálu. Tato

skutečnost je způsobena jednak přesností měření a tepelnými vlastnostmi, dále může být jistý vliv přisouzen výrazně odlišnému chemického složení konkrétní skloviny od ostatních analyzovaných sklovin.

5.1.7 Trhliny v tvarované sklovině

Vznik defektů na vnějším povrchu vzorků je spjat s aktuální viskozitou tvarované skloviny ve vazbě na použitou lisovací rychlost. Při tvarování skloviny v celém viskozitním intervalu nízkými rychlostmi nebo při vysoké teplotě i relativně vysokými rychlostmi, probíhá lisovací proces bez destrukce na vnějším povrchu (obr. 47). Vzniklá napětí jsou vyrovnávána viskózním tokem skloviny.



Obr. 47. Posloupnost změn tvaru laboratorních vzorků z olovnatého křišťálu v průběhu tvarovacího procesu při skutečné teplotě 593 °C ($\eta = 10^{7,87}$ Pa s) a při definované konstantní rychlosti lisování $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$

Při překročení kritické rychlosti lisování ve vazbě na danou viskozitu docházelo v průběhu měření visko-elastické odezvy sklovin ve vymezeném tvarovacím intervalu ($10^7 - 10^{10}$ Pa s) ke vzniku příčných trhlin na válcové části stlačovaného vzorku. Skleněné vzorky analyzovaných sklovin praskaly v počáteční fázi tvarování, přesněji v oblasti visko-elastického intervalu. Vznik axiálních trhlin na obvodě stlačovaných vzorků (obr. 48 až obr. 50) byl u příslušných sklovin obdobný. Defekty ve všech případech byly způsobeny překročením tahového napětí ve vazbě na rozměrovou geometrii skleněných vzorků a rychlosti pohybu razníku při dané tvarovací teplotě. Na základě této skutečnosti bylo možné stanovit kritickou rychlost lisování, resp. kritickou rychlost deformace, pro danou viskozitu (tab. 10).



Obr. 48. Ukázka obvodových trhlin při tvarování vzorků sodno-draselné skloviny při teplotě 554 °C ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s)



Obr. 49. Ukázka obvodových trhlin při tvarování vzorků čiré skloviny float při teplotě 591 °C ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s)



Obr. 50. Ukázka obvodových trhlin při tvarování zelené obalové skloviny při teplotě 608 °C ($\eta_0 = 10^{10}$ Pa s)



Obr. 51. Ukázka obvodových trhlin při tvarování vzorků čiré skloviny float při teplotě 623 °C ($\eta_0 = 10^9$ Pa s)

Výše uvedené trhliny se vyskytovaly u všech analyzovaných sklovin, kromě skloviny z olovnatého křišťálu, při tvarování v oblasti vyšších viskozit a jsou do značné míry v souladu s publikovanými výstupy [34, 77]. Tahové napětí, jež tyto nežádoucí defekty při stlačování skloviny způsobuje, bylo vypočteno pomocí rovnice (37). Výpočet byl proveden u všech zvolených sklovin z důvodu předpokládané shodné srovnávací viskozity ($\eta = 10^{10}$ Pa s), pouze za této podmínky je možné uskutečnit porovnání deformačního chování sklovin v primární fázi tvarování. Průběhy vypočteného tahového napětí pro dané skloviny jsou doloženy obr. 52 i pro sklovinu z olovnatého křišťálu. Okamžik vzniku znatelné trhliny ve stlačované sklovině byl zaregistrován poklesem lisovací síly během měření. Tato síla vyvolala dostatečně vysoké napětí uvnitř vzorku, které způsobilo překročení meze pevnosti a zapříčinilo jeho povrchovou destrukci. Identifikované trhliny u čiré skloviny float způsobilo

napětí 80 MPa, u sodno-draselné skloviny byla velikost napětí 64 MPa a u zelené obalové skloviny bylo zapotřebí dosáhnout napětí 120 MPa.

Tab. 10. Charakteristika parametrů při vzniku první trhliny

Sklovina	$\log \eta_0^*$ [Pa s]	t [°C]	v_k [mm s ⁻¹]	$(d\varepsilon/dt)_k$ [1/s]	Δh [mm]	číslo obrázku
Sodno-draselná sklovina	10	554	0,05	0,0015	0,22	obr. 48
Čirá sklovina float	9	623	0,4	0,029	0,84	obr. 51
	10	591	0,05	0,003	0,64	obr. 49
Zelená obalová sklovina	10	608	0,2	0,017	0,94	obr. 50

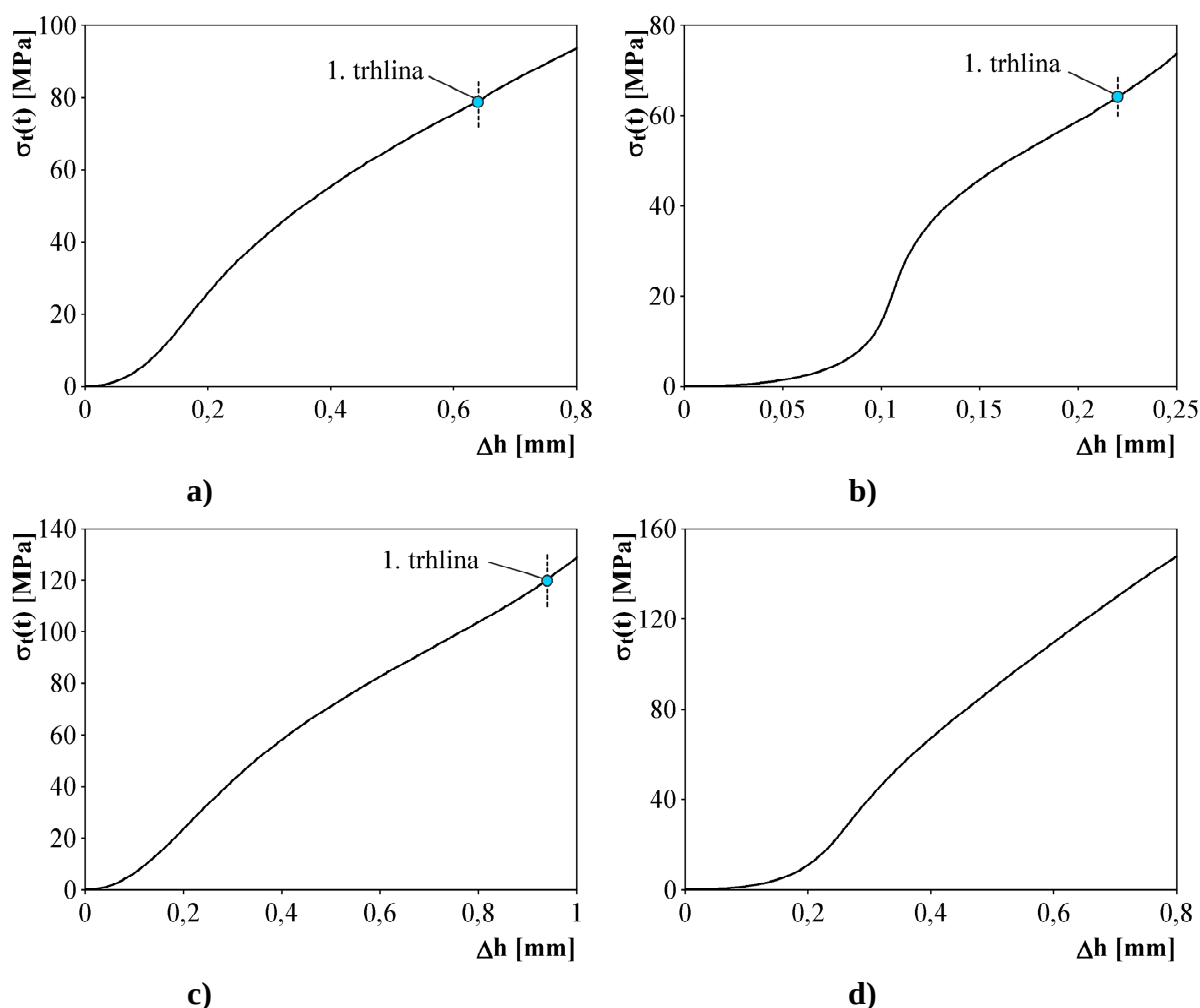
Pzn.: * předpokládaná viskozita.

Měření byla realizována s opakovatelností tří až pěti vzorků při shodných počátečních podmínkách, okamžik vzniku první trhliny byl zaregistrován vždy na stejném stupni stlačení pro danou sklovinu. Průběh tahového napětí je počítán z experimentálně získaných zátěžových charakteristik, které byly nejprve aproximovány určitým stupněm polynomu, proto je vždy registrace první trhliny označena odkazem v příslušném grafu.

Při srovnání průběhů tahového napětí u číré skloviny float (obr. 52-b) a sodno-draselné skloviny (obr. 52-a), z důvodu shodné tvarovací rychlosti, je zřejmý evidentní rozdíl v okamžiku vzniku první trhliny. Výlisky ze sodno-draselné skloviny vykazovaly defekty již při stlačení $\Delta h = 0,22$ mm oproti sklovině float, kde se první trhlin ve stlačovaném vzorku objevila při skutečné deformaci $\Delta h = 0,64$ mm. Při tvarování zelené obalové skloviny první zjevný pokles síly a tedy vznik trhliny byl zaznamenán při reálném stlačení $\Delta h = 0,94$ mm. Skleněné vzorky z olovnatého křišťálu během tvarování nevykazovaly žádné známky vzniku trhlín, tvarovaná sklovina byla „tvárnější“, což je možné přisuzovat odlišnému chemickému složení. Pro porušení celistvosti těchto vzorků by bylo zapotřebí vyvinout větší lisovací sílu, ale vzhledem k limitám laboratorního zařízení to již nebylo realizovatelné.

Experimentální výsledky potvrzují předpoklad, že výskyt defektů při deformačním chování skloviny není spjat pouze s danou aktuální viskozitou, geometrickou charakteristikou a strukturou použitého vzorku, ale závisí i na chemickém složení skloviny. Odlišnosti odezvy ve vztahu k chemickému složení dokládá nejlépe testovaná sklovina z olovnatého křišťálu.

Opodstatnění získaných charakteristik jednotlivých sklovin vychází z předpokladu shodné viskozity, pracovní teploty byly získány z příslušných viskozitních křivek dodaných výrobcí skla a při těchto hodnotách nebyla věrohodnost viskozitních křivek ověřována. Pro věrohodnější a obsáhlejší vzájemné srovnání deformační odezvy by bylo zapotřebí uvést do souladu pracovní viskozity testovaných sklovin.



Obr. 52. Vývoj tahového napětí na reálném stlačení vzorku při srovnávací viskozitě 10^{10} Pa s ; a) sodno-draselná sklovina, $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$; b) čirá sklovina float, $v = 0,05 \text{ mm s}^{-1}$; c) zelená obalová sklovina, $v = 0,2 \text{ mm s}^{-1}$; d) 24% olovnatý křišťál, $v = 0,2 \text{ mm s}^{-1}$

5.2 Viskózní tok sklovin

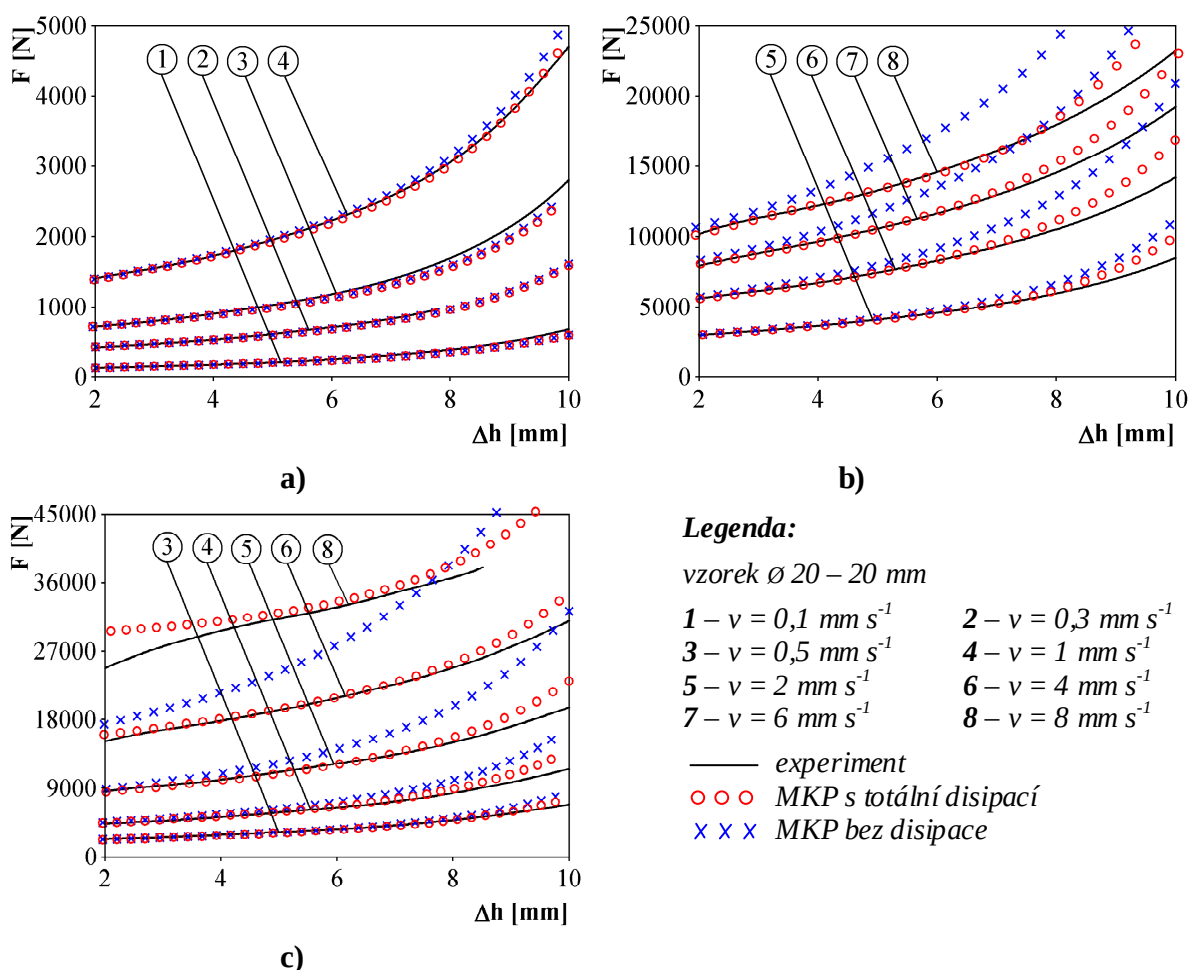
Projev viskózního toku je považován za dominantní vlastnost skloviny, jež umožňuje vlastní naplnění principu tvarování dané hmoty. Složitá struktura anorganických skel se projevuje komplikovanějším deformačním chováním, které je právě výrazně ovlivněno charakterem teplotní závislosti viskozity, přičemž skutečný reologický stav je závislý na aktuální teplotě daného materiálu.

Pro identifikaci viskózního toku zkoumaných sklovin bylo užito naměřené odezvy vybraných sklovin na provozním zatížení v širokém rozsahu teplot, odpovídající zvolenému viskozitnímu intervalu. Tyto zátěžové charakteristiky byly získány při vyšším stupni stlačení ($\Delta h > 1 \text{ mm}$, resp. 2 mm , viz. obr. 25), definovaný rozsah lisovacích rychlostí závisel na konkrétní pracovní teplotě. Předložené průběhy lisovacích křivek kontinuálně navazují na prezentované výstupy silových charakteristik při různých rychlostech lisování, kterých bylo v předcházející části užito pro vyhodnocování elastické odezvy do stlačení $\Delta h < 1\text{--}2 \text{ mm}$. Získané výsledky laboratorních experimentů analyzovaných sklovin v pozdější fázi tvarování, resp. v oblasti s výrazným projevem viskózní složky, byly v následující fázi konfrontovány s výstupy aplikovaného viskózního modelu (MKP). Naměřená data byla také porovnána

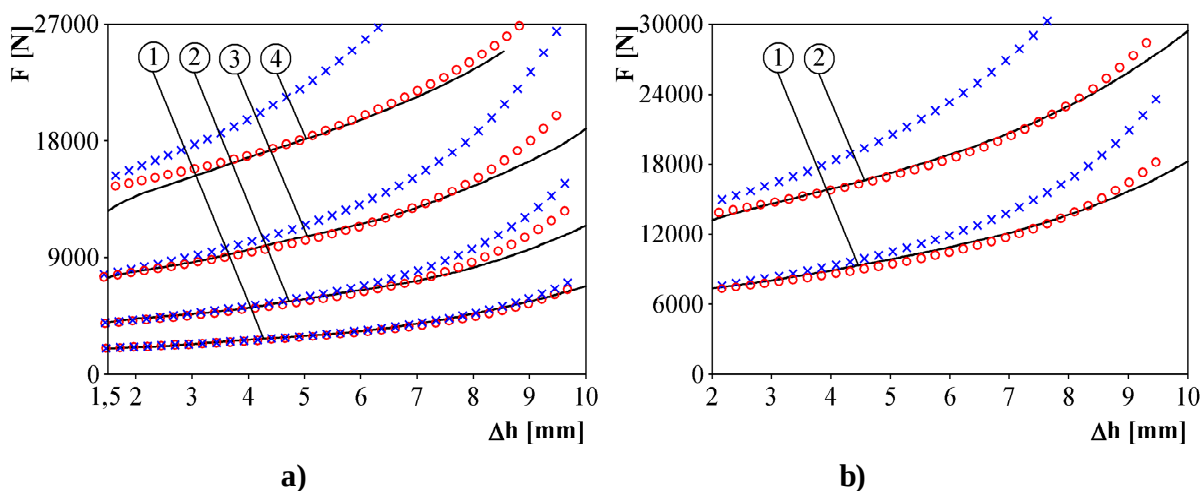
s analytickými vztahy (podkapitola 5.2.1). V obou případech se vychází z předpokladu, že sklovina v teplotním rozsahu tvarovacího intervalu je viskózním materiálem popsaným prostřednictvím konstitutivního vztahu (74). Pro věrohodný popis tokových charakteristik ve sledované oblasti bylo zapotřebí, aby křivky vývoje lisovací síly vybraných sklovin byly získány při vyšším stupni deformace, což v této práci bylo docíleno pouze při tvarování za vyšších teplot, kde elastická odezva byla výrazně eliminována tokem skloviny. Na základě této skutečnosti, mohl být pro vystižení reologického stavu skloviny během přetváření v pozdější fázi tvarování aplikován výpočetní model viskózní (MKP – ideálně plastický), reprezentující chování Newtonovy vazké kapaliny. Teoretický rozbor dané problematiky je předložen v podkapitole 4.4.3, vlastní výpočet byl proveden pro dva krajní případy faktoru disipace energie:

- bez zohlednění přeměny mechanické energie v teplo ($\varphi = 0$);
- s uvažováním absolutní disipace energie ($\varphi = 1$).

Následující grafické výstupy (obr. 53 – obr. 56) postupně předkládají srovnání numerické simulace s naměřenými daty testovaných sklovin při různých rychlostech pohybu razníku.



Obr. 53. Tokové charakteristiky skloviny z olovnatého křišťálu analyzované pomocí numerické simulace; a-b) $\eta = 10^{7,36} \text{ Pa s}$ (618 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^{7,5}$; c) $\eta = 10^{7,87} \text{ Pa s}$ (593 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^8$



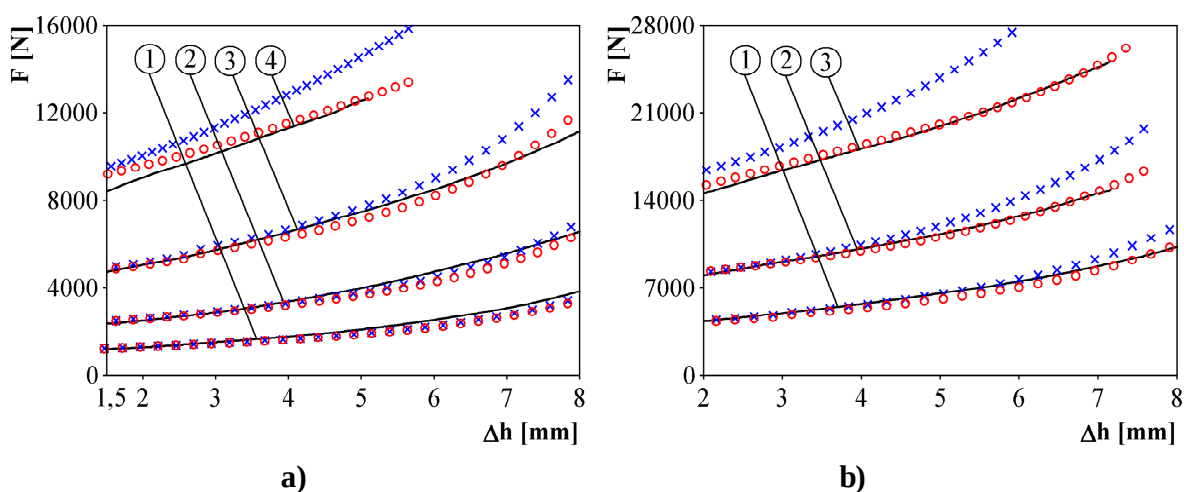
Legenda:

vzorek $\varnothing 20 - 20 \text{ mm}$

1 – $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$ 2 – $v = 1 \text{ mm s}^{-1}$ 3 – $v = 2 \text{ mm s}^{-1}$ 4 – $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$

— Experiment ○ ○ ○ MKP s totální disipací × × × MKP bez disipace

Obr. 54. Tokové charakteristiky sodno-draselné skloviny analyzované pomocí numerické simulace; a) $\eta = 10^{7,79} \text{ Pa s}$ (640 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^{7,5}$; b) $\eta = 10^{8,36} \text{ Pa s}$ (615,5 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^8$



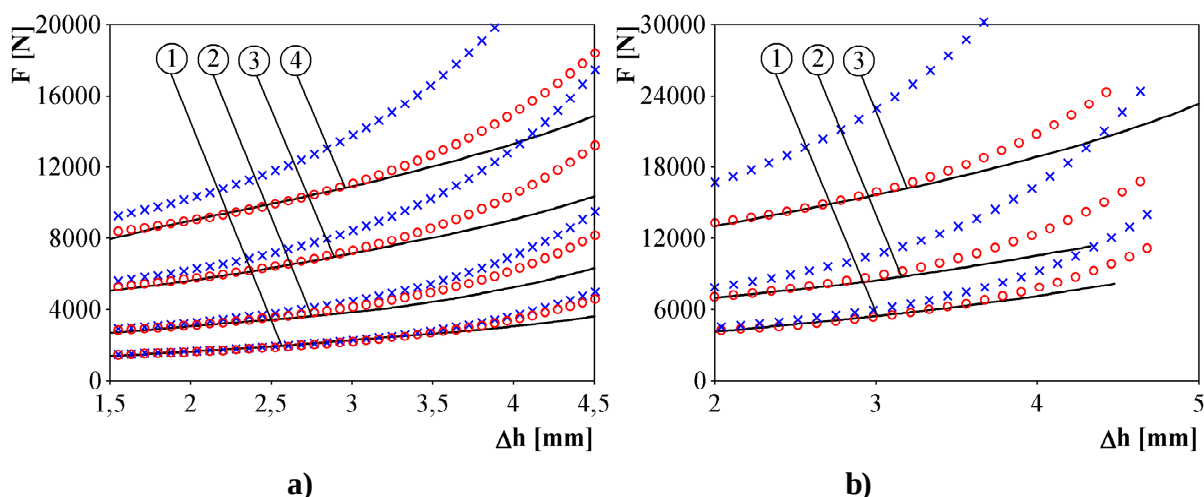
Legenda:

vzorek $\varnothing 20 - 20 \text{ mm}$

1 – $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$ 2 – $v = 1 \text{ mm s}^{-1}$ 3 – $v = 2 \text{ mm s}^{-1}$ 4 – $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$

— Experiment ○ ○ ○ MKP s totální disipací × × × MKP bez disipace

Obr. 55. Tokové charakteristiky čiré skloviny float analyzované pomocí numerické simulace; a) $\eta = 10^{7,5} \text{ Pa s}$ (683 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^{7,5}$; b) $\eta = 10^{8,05} \text{ Pa s}$ (660 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^8$

**Legenda:**vzorek $\varnothing 15 - 10$ mm1 – $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$ 2 – $v = 1 \text{ mm s}^{-1}$ 3 – $v = 2 \text{ mm s}^{-1}$ 4 – $v = 4 \text{ mm s}^{-1}$

— Experiment ○ ○ ○ MKP s totální disipací × × × MKP bez disipace

Obr. 56. Tokové charakteristiky zelené obalové skloviny analyzované pomocí numerické simulace; a) $\eta = 10^{7,44} \text{ Pa s}$ (698 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^{7,5}$; b) $\eta = 10^{7,9} \text{ Pa s}$ (679 °C), podle viskozitní křivky $\eta_0 = 10^8$

Experimentální studie analyzovaných sklovin byla realizovaná při stejných rovnovážných viskozitách, hodnoty pracovních teplot byly stanoveny podle viskozitní křivky příslušné skloviny. Nasazení výpočetního modelu pro identifikaci silových charakteristik ve zkoumané oblasti umožnilo rovněž odhadnout skutečnou teplotu vzorku během tvarovacího procesu, mohla být zkorigována skutečná pracovní viskozita tvarované dávky skloviny.

Vliv faktoru disipace energie na výsledný průběh zátěžné síly dokládají obr. 53 až obr. 56. Při tvarování nízkými rychlostmi v dolní oblasti zvoleného viskozitního intervalu jsou pro daný interval stlačení účinky zvolených hraničních faktorů disipace energie ($\varphi = 0$; $\varphi = 1$) na odezvu skloviny zanedbatelné. V souladu s teorií (kapitola 4.2) při vyšších tvarovacích rychlostech se disipace energie stává nepostradatelnou součástí výpočetního modelu tvarovacího procesu. Evidentní rozdíly jsou pozorovatelné již od oblasti středních rychlostí (ve smyslu aplikovaného rozsahu rychlostí), což dokládají předložené grafické výstupy. Rostoucí teplota uvnitř válečku v průběhu deformace snižuje nároky na vynaloženou sílu, čímž se výsledná síla přiblíží reálnému experimentálnímu průběhu.

Deformační chování z pohledu numerické simulace (při uvažování faktoru disipace energie $\varphi = 1$) zkoumaných sklovin v pozdější fázi tvarování je kromě skloviny z olovnatého křišťálu ve všech případech obdobné. Při nízkých rychlostech lisování ($v < 0,5 \text{ mm/s}$) a současně za předpokladu nízké viskozity skloviny jsou průběhy experimentálně stanovených lisovacích křivek v porovnání s výstupy počítačového modelování téměř nerozeznatelné (obr. 53-a – obr. 56-a) a to doslova na celém intervalu stlačení. Sklovina při těchto rychlostech vykazuje vlastnosti Newtonovy vazké kapaliny. Výraznější odchylky se objevují s nárůstem viskozity při stejných rychlostech a to zhruba od 40-ti procent skutečné deformace.

V intervalu středních a obzvláště pak vysokých rychlostí je již zaznamenána zásadní odchylka simulační odezvy od experimentálních průběhů, přičemž experimentální průběh lisovací síly se nachází pod numerickým řešením. Tato skutečnost se dala předpokládat vzhledem ke zvyšujícímu se napětí při velmi malých dosažených deformacích. Při vyšších rychlostech a s narůstajícím poměrným přetvořením se sklovina přestává chovat jako newtonská kapalina, přičemž jedním z dominantních důvodů je přeměna reologického chování doprovázená změnou struktury skloviny. V tomto případě stlačovaná sklovina vykazuje vlastnosti nenewtonské pseudoplastické látky. Realizovaná simulace procesu tvarování skloviny probíhá za čistě newtonského chování, proto grafické výstupy vykazují podstatné odchylky mezi výslednou lisovací silou a naměřenou odezvou skloviny.

Zhodnocení deformačního chování jednotlivých sklovin během tvarovacího procesu lze uskutečnit na základě naměřené odezvy sklovin při shodných rovnovážných viskozitách. K tomuto účelu je zapotřebí znát reálnou teplotu stlačovaného vzorku odpovídající požadované pracovní viskozitě. Aktuální teplota skloviny byla stanovena na základě srovnání experimentálně získaných křivek v pozdější fázi tvarování s viskózním výpočetním modelem. Na základě této skutečnosti mohly být následně poupraveny pracovní teploty (tab. 11), tudíž i viskozity, při kterých probíhaly laboratorní experimenty.

Tab. 11. Teoretické a skutečné pracovní teploty

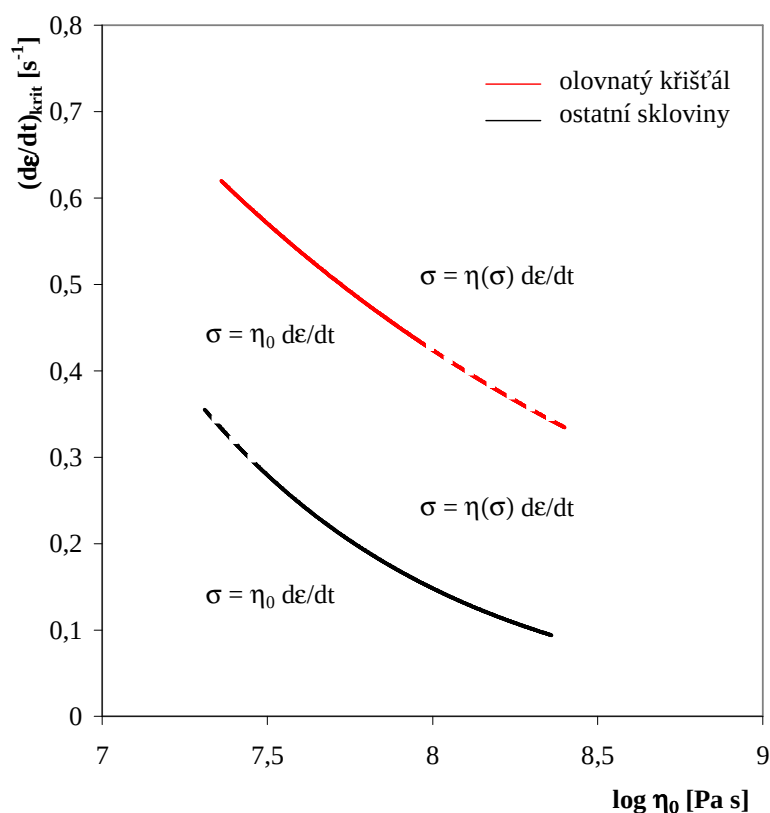
Druh skloviny	Předpokládaná hodnota		Skutečná hodnota		Změna teploty [°C]
	$\log \eta_0$ [Pa s]	t [°C] ¹	$\log \eta$ [Pa s]	t [°C] ²	
Sklovina olovnatý křišťál	7,5	611	7,36	618	↑ +7
	8	587	7,87	593	↑ +6
Sodno-draselná sklovina	7,5	653	7,79	640	↓ -13
	8	630	8,36	615,5	↓ -14,5
Čirá sklovina float	7,5	683	7,5	683	0
	8	662	8,05	660	↓ -2
Zelená obalová sklovina	7,5	695	7,44	698	↑ +3
	8	675	7,90	679	↑ +4

Pzn.: ¹ vypočtena podle příslušné viskozitní křivky zkoumané skloviny;

² stanoveno pomocí metody konečných prvků (MKP).

Laboratorní experimenty uskutečněné při viskozitách $\eta_0 > 10^9$ Pa s nemohly být porovnány s výstupy z numerické simulace vzhledem k aplikovanému modelu, neboť naměřená deformační odezva sklovin z důvodu dosahování limitních hodnot laboratorního zařízení byla ukončena vždy v počáteční fázi stlačení, resp. ve visko-elastickém intervalu.

Na základě provedené konfrontace numerických výsledků s experimentálními charakteristikami všech testovaných sklovin v pozdější fázi stlačení lze konstatovat, že při tvarování nízkými rychlostmi v oblasti nízkých viskozit je příslušný viskózní model dostatečně věrohodný v celém intervalu stlačení a to i při zanedbání faktoru disipace energie. Sklovina z olovnatého křišťálu vykazuje chování ideální Newtonovy kapaliny i při tvarování v oblasti středních rychlostí, výraznější odchylky se vyskytují až při aplikaci vysokých rychlostí a to až od 40-ti procent stlačení. Dané srovnání umožnilo definici hranice mezi newtonským a nenewtonským chováním v závislosti na aplikované rychlosti deformace při konkrétní viskozitě během tvarování skleněných válečků (obr. 57). Tato odchylka je spojována s poklesem vazkosti při rostoucí rychlosti deformace („shear thinning“ efekt) během tvarovacího procesu, což je charakteristické zejména pro nenewtonské pseudoplastické látky [49].

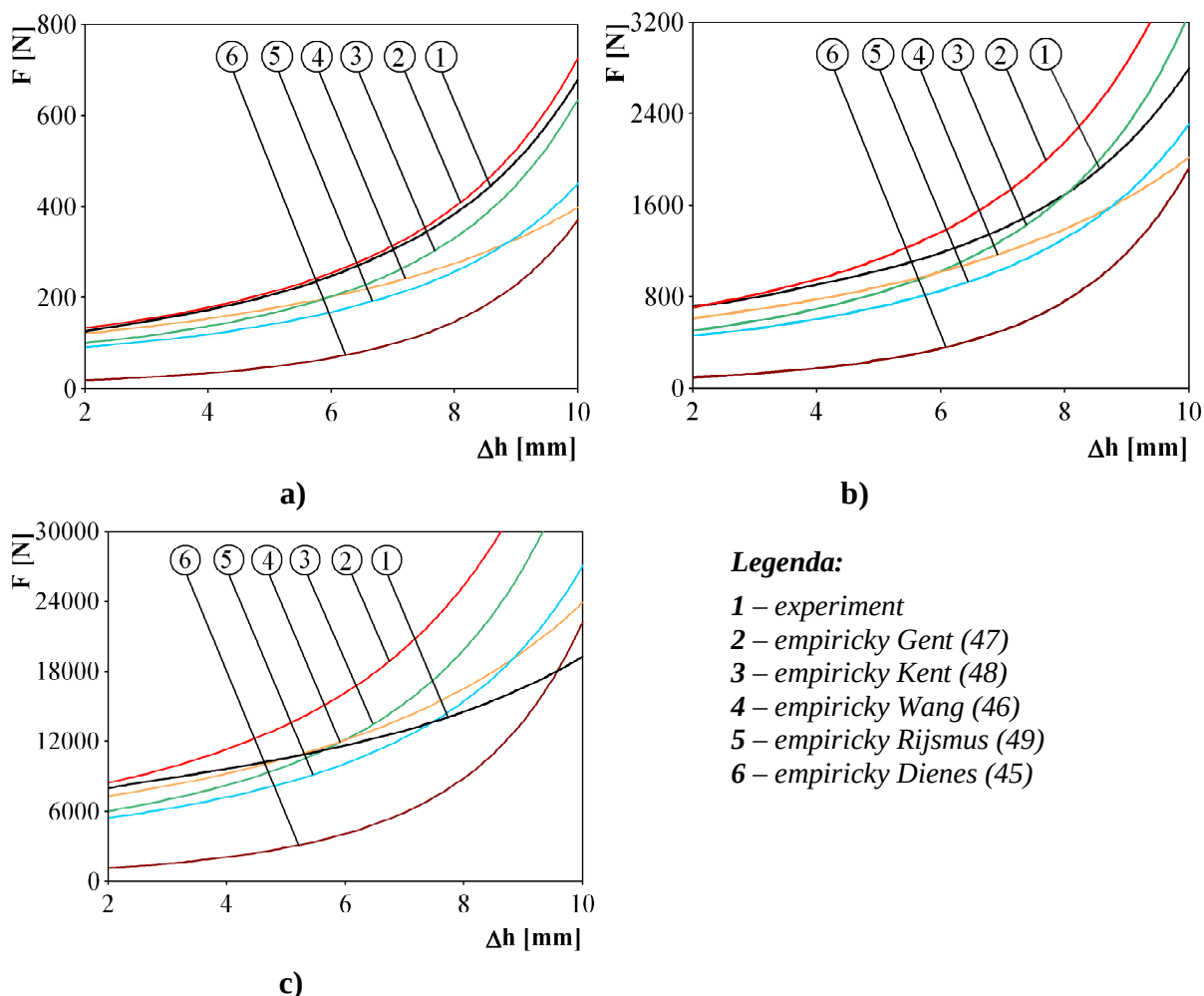


Obr. 57. Kritická rychlost deformace iniciující nenewtonské chování analyzovaných sklovin pro danou hodnotu viskozity během tvarovacího procesu

Předložený graf vyjadřující spojitost mezi viskozitou a rychlostí deformace poukazuje na odlišnosti v deformačním chování sklovin různého chemického složení, obě křivky zastupující analyzované skloviny mají exponenciální charakter. Přerušovaná čára naznačuje předpokládaný vývoj průběhu křivek ve viskozitní oblasti, kde nebyly realizovány experimenty. Předložený graf dokládající předpokládané rozdílnosti v reologickém chování zvolených sklovin při vyšším stupni deformace lze považovat za hlavní výstup dané kapitoly, přičemž zřejmou anomálii vykazuje sklovina z olovnatého křišťálu, u které k vyvození nenewtonského toku během tvarování je nutno aplikovat vyšší lisovací rychlosti pro stejný interval viskozit oproti ostatním testovaným sklovinám.

5.2.1 Ověření platnosti empirických vztahů

Existuje řada vzájemně rozdílných empirických vztahů popisující viskózní chování skloviny v průběhu tvarovacího cyklu (kapitola 3.5), které byly jednotlivými řešiteli odvozeny pro metodu stlačování válečku za předpokladu konstantní teploty celé tvarovací soustavy. Cílem této studie je tedy ověřit jejich praktickou použitelnost, najít přiléhavé matematické vyjádření popisující deformační odezvu stlačované skloviny.



Obr. 58. Porovnání zátěžových charakteristik skloviny s odvozenými empirickými vztahy při teplotě 618 °C ($\eta = 10^{7,36}$ Pa s), při rychlostech: a) $v = 0,1 \text{ mm s}^{-1}$; b) $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$ a c) $v = 6 \text{ mm s}^{-1}$

Výsledky získané laboratorním měřením byly porovnány s různými empirickými vztahy (45) až (49) v oblasti s dominantním projevem viskózní složky při třech různých rychlostech stlačení (obr. 58). Pro konfrontaci výsledků bylo použito experimentálně stanovené silové odezvy skloviny z olovnatého křišťálu, jelikož tyto zátěžové charakteristiky byly získány i při nižších lisovacích rychlostech.

Z předložených grafických výstupů vyplývá, že nejlepších výsledků vykazuje pouze empirická rovnice odvozená Gentem (47), což je v souladu s publikovanými výstupy [49]. Tato rovnice z uvedených vztahů nejlépe aproximuje naměřená data v celém intervalu stlačení $\Delta h = 2\text{--}10 \text{ mm}$ a to zejména při nízkých rychlostech lisování (obr. 58-a, křivka 2), kdy

sklovina vykazuje vlastnosti newtonské kapaliny. Zvyšující rychlost stlačení způsobuje značný nárůst odchylek mezi vypočteným a naměřeným průběhem síly, především při překročení stlačení $\Delta h = 4 \text{ mm}$ (obr. 58-b, c, křivky 2), které jsou iniciovány modifikací struktury doprovázenou změnami reologického chování, sklovina se chová jako nenewtonská (pseudoplastická) látka.

Ostatní empirické rovnice reprezentované tokovými křivkami 3 až 6 (obr. 58) neodpovídají svým charakterem vývoje experimentálním průběhům, křivky jsou zejména posunuty k nižším hodnotám lisovací síly.

6 ZÁVĚR

Předložená disertační práce podala experimentálně doloženou studii reologické odezvy, resp. materiálových parametrů, základních typů sklovin a na jejím základě následně vyhodnocuje vhodnost aplikovatelnosti viskózního modelu vytvořeného na platformě MKP.

6.1 Výsledky disertace s uvedením nových poznatků

Výchozím bodem disertační práce je podrobná rešeršní analýza dané problematiky, na jejímž podkladě byla následně zformulována a navržena vhodná experimentální metodika měření umožňující identifikaci visko-elastických parametrů analyzovaných sklovin pro reprezentativní popis průběhu tvarovacího cyklu. V rámci řešení práce bylo vybudováno a zprovozněno speciální laboratorní pracoviště sloužící k realizaci laboratorních experimentů, jejichž primárním výstupem jsou deformační odezvy zkoumaných sklovin v příslušném intervalu pracovních viskozit ($\eta_0 = 10^7 - 10^{10}$ Pa s). Na základě těchto experimentálně stanovených zátěžových charakteristikách jsou dále analyticky určeny teplotně závislé materiálové parametry testovaných sklovin, vystihují aktuální reologický stav tvarované skloviny při dané teplotě.

Laboratorní měření byla realizována prostřednictvím metody izotermického stlačování válečku při různých lisovacích rychlostech při každé testované pracovní teplotě. Aplikované rychlosti lisování byly voleny v souladu s konkrétní teplotou a vystihují aktuální viskozitní konzistenci skloviny. Zásadním pozitivem této metody je, že se jedná nejen o relativně jednoduchý postup pro vlastní identifikaci reologického chování zkoumané hmoty, ale zároveň tvoří účinný nástroj při ověřování platnosti numerických modelů lisování skla, z teoretického pohledu lze poměrně snadno interpretovat počáteční a okrajové podmínky v numerickém modelu. Předložené grafické výstupy dokládají, že se podařilo dosáhnout poměrně dobré reprodukovatelnosti naměřených dat v závislosti na téměř shodných okolních podmínkách pro každý vzorek.

Mezi analyzované skloviny patřily olovnatý křišťál (24 % PbO), sodno-draselná sklovina, čirá sklovina float a zelená obalová sklovina. Použitá experimentální metoda umožnila identifikaci visko-elastických závislostí v počáteční fázi stlačení (interval stlačení Δh do 1 až 2 mm), kde převládá výrazný vliv elastické odezvy, a dále v pozdější fázi tvarovacího procesu, v této fázi dominuje viskózní tok. Z těchto důvodů byly prezentované výstupy v disertační práci rozděleny na dvě části – elastickou a viskózní, každá z nich byla reprezentována svými charakteristickými parametry vystihujícími příslušné reologické chování dané skloviny.

Základním faktorem reprezentujícím elastické chování skloviny je relaxační modul pružnosti $E(t)$, jeho okamžitá hodnota je výrazně závislá na počátečních podmínkách tvarovacího cyklu. Prezentované výstupy dokládají, že s narůstající teplotou dochází k poklesu modulu, neboť výrazný vliv na jeho maximální hodnotu má i aplikovaná rychlost lisování. Z doložených grafických výstupů dále vyplývá, že maximum relaxačního modulu se posouvá s rostoucí lisovací rychlostí k vyššímu stupni stlačení. Přesnost laboratorních experimentů je ovlivněna tuhostí lisovacího zařízení – jeho vliv je právě pozorovatelný při

vyhodnocování elastické odezvy, kde jsou maximální hodnoty modulu spojeny s minimální rychlostí deformace. Věrohodnost vyhodnocování relaxačního modulu je do značné míry podmíněna i separací elastické složky od viskózního toku, proto zejména při lisování nízkými rychlostmi v oblasti nízkých viskozit může být vlastní vyhodnocení značně zkreslené viskózním tokem.

Problémem pro vzájemné porovnání reologického chování sklovin různého chemického složení byla různorodá velikost analyzovaných vzorků a především pracovní viskozita, jejíž přesnost je dána dodanými viskozitními křivkami konkrétních sklovin. Za účelem vzájemného srovnání sklovin bylo provedeno opakované laboratorní měření, jehož záměrem bylo získat průběhy visko-elastické odezvy na vnějším zatížení pro jednotnou velikost vzorků, konkrétně $\varnothing 15,3\text{--}9,95\text{ mm}$, zvolených sklovin při jedné shodné viskozitě ($\eta = 10^{7,47}\text{ Pa s}$), která byla potvrzena na základě srovnání experimentálních křivek s numerickými výstupy. Měření byla uskutečněna při třech různých rychlostech pohybu razníku ($v = 0,05; 2 \text{ a } 4\text{ mm s}^{-1}$). Na základě těchto realizovaných experimentů lze prohlásit, že měření probíhala za shodné viskozity pro všechny skloviny. Ze vzájemného vyhodnocení deformačních charakteristik daných sklovin bylo zjištěno, že z reologického hlediska je chování sklovin při dané viskozitě obdobné, podstatnější rozdíl se nachází pouze v deformačním chování skloviny z olovnatého křišťálu v oblasti s dominantním projevem viskózní složky. Tato skutečnost může být ovlivněna do jisté míry rozdíly v přesnosti měření a rozdílnými tepelnými vlastnostmi jednotlivých sklovin, ale oba tyto činitele je možno zahrnout do rozsahu chyby měření. I přes výše uvedené faktory lze na základě získaných experimentálních výsledků konstatovat, že se nejedná o pouhou chybu měření, ale tyto odlišnosti budou pravděpodobně způsobeny i výrazně odlišným chemickým složením, resp. strukturou, konkrétní skloviny, které je zapříčiněno výrazným obsahem oxidu olovnatého. Z doložených výstupů lze usoudit, že u skloviny z olovnatého křišťálu docházelo dříve k přeuspořádání vnitřní struktury z důvodu nižších pevnostních vazeb při stejném stupni deformace během tvarování, což se projevovalo zřejmými rozdílnostmi ve změně reologického chování dané skloviny od ostatních.

Ve zvoleném rozsahu aplikovaných rychlostí, které korespondovaly s požadovanou pracovní viskozitou, byla stanovena hranice lisovacího procesu odpovídající kritické rychlosti deformace, při jejímž překročení docházelo ke vzniku axiálních trhlin na obvodu vzorku během vlastního tvarování. Defekty vyvolané tahovým napětím byly zaznamenány u všech analyzovaných sklovin v obdobné podobě kromě skloviny z olovnatého křišťálu, okamžik jejich vzniku byl vázán na rozměrovou geometrii vzorků a lisovací rychlost při dané tvarovací teplotě. Iniciace vzniku první trhliny není spjata pouze s pracovní viskozitou a strukturou daného vzorku, závisí i na konkrétním chemickém složení, což nejlépe dokládá testovaná sklovina z olovnatého křišťálu.

Výpočetní analýza vlastního procesu izotermického tvarování skleněných válečků byla realizována v prostředí komerčního programu MSC.Marc, přičemž teplotní závislost viskozity příslušných sklovin byla definována externí uživatelskou subrutinou. Charakteristika konstitutivního chování skloviny v konkrétním teplotním intervalu vycházela ze zobecněného Newtonova zákona, přičemž reologické vlastnosti byly do vlastního modelu implementovány prostřednictvím popisu ideálně plastického materiálu („rigid plastic“).

Nejprve byly výstupy z numerického modelu konfrontovány s naměřenými deformačními charakteristikami analyzovaných sklovin při vyšším stupni stlačení, vzájemné porovnání potvrdilo velmi dobrou shodu mezi modelem a průběhem reálného tvarovacího procesu a to zejména při nízkých rychlostech lisování v oblasti nízkých viskozit. Shoda výsledků počítačového modelování s experimentálními výstupy byla potvrzena u skloviny z olovnatého křišťálu i v oblasti středních rychlostí. Evidentní odchylky od skutečného naměřeného průběhu jsou zaznamenány až při vyšších rychlostech a to především s klesající teplotou. Rozbor výsledků simulačního modelování na spodní hranici zvoleného viskozitního intervalu potvrdil, že průběh deformační odezvy není významně ovlivněn faktorem disipace energie při tvarování nízkými rychlostmi z důvodu zachování konstantní hodnoty viskozity během celého procesu. Při vyšších lisovacích rychlostech viskozita během reálného procesu výrazně klesá, její průběh je závislý především na aktuální pracovní teplotě a aplikované rychlosti. Pokles viskozity ve stlačované sklovině s rostoucí rychlostí deformace je částečně vysvětlen nárůstem teploty uvnitř stlačovaného vzorku v důsledku disipace energie a především změnami v reologickém chování, resp. strukturálně-viskózním chováním, které iniciuje nenewtonský tok.

Vzájemné porovnání numerických výstupů s naměřenými deformačními charakteristikami zvolených sklovin při vyšším stupni stlačení umožnilo hrubě specifikovat hranici mezi newtonským a nenewtonským chováním, přičemž přechodový okamžik je spjat s nelinearitou viskózního toku při vyšších rychlostech deformace, resp. je doprovázen změnou přeskupení struktury ve stlačované sklovině, což v důsledku způsobuje pokles vazkosti.

Experimentální výsledky byly také porovnávány s různými empirickými vztahy popisujícími viskózní chování tvarované skloviny. Nejlepší shodu s výsledky experimentů vykazovala analytická rovnice odvozená Gentem, jež nejpřesněji aproximovala naměřená data v pozdější fázi tvarování a to zejména při nízkých rychlostech deformace.

6.2 Přínosy disertační práce pro vědu a praxi

Disertační práce, zaměřená na zkoumání reologických parametrů základních typů sklovin nad transformační teplotou prostřednictvím jednoosé kompresní metody, experimentálně ověřila teoretické předpoklady. Na základě rozboru časového průběhu silové odezvy za proměnných okrajových a počátečních podmínek byly analyzovány reologické charakteristiky vybraných typů sklovin (24% olovnatý křišťál, sodno-draselná sklo, čiré sklo float a zelené obalové sklo). Pro zkoumané skloviny se podařilo zpřesnit teplotně závislé visko-elastické parametry, které vystihují deformační chování příslušné skloviny v určitém viskozitním intervalu ($\eta_0 = 10^7 - 10^{10}$ Pa s) ve vazbě na aplikovanou tvarovací rychlost ($v = 0,05 - 8$ mm s⁻¹). Identifikace reologických charakteristik umožnila realizovat počítačové modelování vlastního tvarovacího procesu, neboť přesná definice visko-elastických parametrů ovlivňuje spolehlivost a věrohodnost numerických výstupů. Přesnost a rozsah aplikovatelnosti viskózního reologického modelu je doložena konfrontací s naměřenými daty. Analýzou numerické simulace byl docílen podrobný popis teplotní oblasti, kde je možné nasadit viskózní model tvarování skloviny.

Nasazení viskózního modelu umožnilo definovat hranici mezi newtonským a nenewtonským chováním dané skloviny ve vazbě na pracovní teplotu a rychlost deformace.

Pro kritickou rychlost deformace iniciující vývoj nenewtonského pseudoplastického chování testovaných sklovin byl nalezen vztah v exponenciálním tvaru

$$\dot{\epsilon}_k = A e^{-B \cdot \eta_0}, \quad (82)$$

přičemž A , B jsou konstanty náležející příslušné sklovině:

- 24% olovnatý křišťál: $A = 48,9$; $B = 0,593$; platnost rovnice byla testovaná ve vyšetřované viskozitní oblasti $\eta_0 = 10^7 - 10^8$ Pa s ;
- ostatní skloviny: $A = 3735,1$; $B = 1,267$; platnost rovnice byla testovaná ve vyšetřované viskozitní oblasti $\eta_0 = 10^{7,5} - 10^{8,5}$ Pa s .

Vzájemné srovnání reologických charakteristik zkoumaných sklovin naměřených při jedné shodné viskozitě poukázalo na skutečnost, že základní typy silikátových sklovin mají obdobné deformační chování v celém intervalu stlačení. Značné odchylky v deformační odezvě tvarované skloviny při vyšším stupni deformace způsobuje výrazný pokles složky SiO_2 , což je doloženo experimentálně sklovinou z olovnatého křišťálu.

Přínosy disertační práce pro užití ve výrobní praxi spočívají především v získání visko-elastických materiálových parametrů, zejména relaxačních modulů, v závislosti na aktuální teplotě a rychlosti tvarování. Při popisu visko-elastické odezvy tvarované skloviny prostřednictvím počítačového modelování bývá často elastická složka zanedbána z důvodu neznalosti jejího vývoje na teplotě, neboť měření relaxačních modulů za vyšších teplot je problematické. Teplotně závislé reologické charakteristiky nejsou dostatečně popsány pro komerčně využívané typy skla a jejich znalost přispěje k zpřesnění reprezentativních materiálových dat, která jsou součástí počátečních a okrajových podmínek matematických modelů tvarování skla.

Další využití numerické simulace je při zavádění nových netradičních výrobků s moderním designem, který je často doprovázen komplikovanou distribucí skloviny v průběhu tvarování, do automatizované výroby. Prostřednictvím počítačového modelování je možnost ověření navržené výrobní technologie již v úvodních fázích vývoje nového sortimentu a eliminovat tak vznik technologických problémů. Užití numerické simulace přináší úspory v časových a ekonomických ztrátách, neboť zdroje technologických problémů jsou identifikovány již před náběhem provozních zkoušek oproti tradičnímu přístupu výroby užitkového skla.

7 LITERATURA

- [1] BABCOCK, C. L. Silicate glass technology methods. John Wiley and Sons, New York, NY, 1977
- [2] BAGDASSAROV, N. S., DINGWELL, D. B. Frequency dependent rheology of vesticular rhyolite. *J. Geophys. Res.* 98, 1993, p. 6477-6487
- [3] BARTENEV, G. M. The structure and properties of inorganic glasses. Wolters-Noordhoff Publishing, Groningen, Netherlands, 1970
- [4] BARTENEV, G. M., SCHEGLOVA, N. N. High-temperature relaxation mechanisms in organic glasses. *J. Non-Cryst. Solids* 37, 1980, p. 285-298
- [5] BELDA, J. Sklářské a keramické stroje II. – Tepelné výpočty. VŠST Liberec, 1986
- [6] BERAN, M., VOLF, M. B. Převod součinitele tepelné roztažnosti na různý teplotní rozsah. *Silikáty* 2, 1958, s. 272
- [7] BORNHÖFT, H., BRÜCKNER, R. Ultrasonic measurements and complex elastic moduli of silicate glass melts in the visco-elastic and viscous range. *Glastech. Ber. Glass Sci. Technol.* 67, 1994, no. 9, p. 241-254
- [8] BRÜCKNER, R. New results in glass-forming under extreme conditions. Proceedings of 3rd international conference on advances in fusion and processing of glass, *J. Amer. Ceram. Trans.* 29, 1993, p. 3
- [9] BRÜCKNER, R. Response and structure of glass melts under extreme forming processes, *J. Non-Cryst. Solids* 73, 1985, p. 421-449
- [10] BRÜCKNER, R. Viskoelastisches Verhalten und Formgebung von Glas. *Glastech. Ber.* 46, 1973, no. 3, p. 39
- [11] BRÜCKNER, R., MANNS, P. Non-newtonian flow behaviour of soda-lime silica glass at high deformation rates. *Glastech. Ber.* 61, 1988, no. 2, p. 46-56
- [12] BRÜCKNER, R., YUE, Y. Non-Newtonian flow behaviour of glass melts as a consequence of viscoelasticity and anisotropic flow. *J. Non-Cryst. Solids* 175, 1994, p. 118-128
- [13] BRÜCKNER, R., YUE, Y., DEUBENER, J. Progress in the rheology of glass melts – a survey. *Glastech. Ber. Glass Sci. Technol.* 70, 1997, no. 9, p. 261-271
- [14] BRÜCKNER, R., YUE, Y., HABECK, A. Determination of the rheological properties of high-viscous glass melts by the cylinder compression method. *Glastech. Ber. Glass Sci. Technol.* 67, 1994, no. 5, p. 114-129
- [15] COENEN, M. Festigkeit von Glasschmelzen. *Glastech. Ber.* 51, 1978, no. 1, p. 17-20
- [16] CHEN, C. C., CHIU, W. Y. A new model for the shear viscosity of carbon black-polybutadiene, styrene suspensions. *J. Appl. Polym. Sci.* 42, 1991, p. 2579-2587
- [17] CHRISTENSEN, R. Theory of viscoelasticity. Academic press, New York, 1971
- [18] CHUI, G. K., GARDON, R. Interaction of radiation and conduction in glass. *Journ. Amer. Cer. Soc.* 52, 1969, no. 10, p. 548
- [19] CROSS, M. M. Kinetic interpretation of non-newtonian flow. *J. Colloid Sci.* 33, 1970, p. 30-35

- [20] CROSS, M. M. Rheology of non-newtonian fluids: a new flow equation for pseudoplastic systems. J. Colloid Sci. 20, 1965, p. 417-437
- [21] DIENES, G. J., KLEMM, H. F. Theory and application of the parallel plate plastometer. J. Appl. Phys., 17, 1946, p. 458-471
- [22] DUFFRENE, L., GY, R., MASNIK, J. E. Temperature dependence of the high-frequency viscoelastic behaviour of a soda-lime-silica glass. J. Amer. Ceram. Soc. 81, 1998, no. 5, p. 1278-1284
- [23] ECKERT, E. Einführung in den Wärme- und Stoffaustausch. Springer, Berlin, 1980
- [24] FANDERLIK, I. Vlastnosti skel. Informatorium, Praha, 1996
- [25] FERRY, J. D. Visco-elastic properties of polymers. 3rd ed. John Wiley and Sons, Inc., New York, NY, 1980
- [26] FULCHER, G. S. Analysis of recent measurements of the viscosity of glasses. Journ. Amer. Cer. Soc. 8, 1925, no. 6, p. 339-355
- [27] GENT, A. N. Theory of the parallel plate viscometer. Brit. J. Appl. Phys. 11, 1960, p. 85-88
- [28] GENT, A. N., Lindley, P. B. The compression of bonded rubber blocks. Proc. Instn. Mech. Engrs. 173, 1959, no. 3, p. 111-122
- [29] GROVE, F.J. Spectral transmission of glass at high temperatures and its application to heat transfer problem. Journ. Amer. Cer. Soc. 44, 1961, p. 317-320
- [30] GUILLEMENT, C., GY, R. Visco-elasticity and tensile strength of glass at high deformation rates.
- [31] HESSENKEMPER, H., BRÜCKNER, R. Elastic constants of glass melt above the glass transition temperature from ultrasonic and axial compression measurements. Glstech. Ber. 64, 1991, no. 2, p. 29-38
- [32] HESSENKEMPER, H., BRÜCKNER, R. Load-dependent flow behaviour of silicate glass melts. Glstech. Ber. 61, 1988, no. 11, p. 312-320
- [33] HESSENKEMPER, H., BRÜCKNER, R. Load-dependent relaxation behaviour of various glasses melts with different structural configurations. Glstech. Ber. 63, 1990, no. 1, p. 1-6
- [34] HESSENKEMPER, H., BRÜCKNER, R. Relaxation behaviour, high-temperature tensile strength and brittleness of glass melt. Glstech. Ber. 62, 1989 no. 12, p. 399-409
- [35] HLAVÁČ, J. Základy technologie silikátů. SNTL, Praha, 1981
- [36] HÖSCHL, C. Nelineární problémy mechaniky deformovaných těles. Stavba strojů, ČSVTS, Praha, 1988
- [37] JONES, G. O. The determination of the elastic and viscous properties of glass at temperatures below the annealing range. J. Soc. Glass Tech. 28, 1994, p. 432-462
- [38] KAFKA, J. Matematické zhodnocení průběhu relaxace napětí ve skle. Silikáty 22, 1978, č. 1, s. 35-46
- [39] KENT, R., RAWSON, H. An experimental and theoretical investigation of glass pressing. Glass Technol. 12, 1971, no. 5, p. 117-127
- [40] KLEBSA, V. Technologie skla a keramiky I. VŠST, 1981, Liberec

- [41] KOLÁŘ, V., NĚMEC, I., KANICKÝ, V. FEM – principy a praxe metody konečných prvků. Computer Press, Praha, 1997
- [42] KURKJIAN, C. R. Relaxation of torsional stress in the transformation range of a soda-lime-silica glass. *Phys. And Chem. Glasses* 4, 1963, no. 4, p. 128-136
- [43] LANGHAMER, A. Legenda o českém skle, Tigris, 1999
- [44] LARSEN, D. C., MILLS, J. J., SIEVERT, J. L. J. Stress relaxation behaviour of soda-lime between the transformation and softening temperatures. *Non-Cryst. Solids* 14, 1974, p. 269-279
- [45] LI, J. H., UHLMANN, D. R. The flow of glass at high stress levels, non-newtonian behaviour of homogeneous 0.08 Rb₂O, 0.92 SiO₂ glasses. *J. Non-Cryst. Solids* 3, 1970, p. 127-147
- [46] MACEDO, P. B., SIMMONS, J. H., HALLER, W. Spectrum of relaxation times and fluctuation theory: ultrasonic studies on an alkali-borosilicate melt. *Phys. Chem. Glasses*, 1968, no. 9, p. 156
- [47] MACKENZIE, J. D. High-pressure effects on oxide glasses: I, Densification in rigid state. *J. Amer. Ceram. Soc.* 46, 1963, no. 10, p. 461-469
- [48] MANNS, P., BRÜCKNER, R. High temperature fracture (above T_g) and non-newtonian flow behaviour of soda-lime-silicate glass in a parallel-plate-plastometer, in *Strength of inorganic glass*. NATO Conference Series, ed. C. R. Kurkjian, Plenum Press, New York, NY, 1985, p. 549-565
- [49] MANNS, P., BRÜCKNER, R. Non-newtonian flow behaviour of a soda-lime silicate glass at high deformation rates. *Glastech. Ber.* 61, 1988, no. 2, p. 46-56
- [50] MATOUŠEK, I. Počítačové modelování v automatizované výrobě lisovaného skla, Disertační práce, Technická Univerzita Liberec, Liberec, 2005
- [51] MAURER, R. D. Pressure effect in the transformation range of glass. *J. Amer. Ceram. Soc.* 40, 1957, no. 6, p. 211-214
- [52] MAZURIN, O. V. Glass relaxation. *J. Non-Cryst. Solids*, 87, 1986, p. 392-407
- [53] MCGRAW, D. A. Transfer of heat in glass during forming. *J. Amer. Ceram. Soc.* 44, 1961, no. 7, p. 353-363
- [54] MENČÍK, J. Viskoelastická analogie. *Sklář a keramik* 29, 1979, č. 12, s. 364-367
- [55] MENČÍK, J. Výpočet deformací a napětí v jednoduchých viskózních tělesech při různých způsobech zatížení. *Silikáty* 26, 1982, č. 2, s. 115-125
- [56] MILLS, J. J. Low frequency storage and loss moduli of soda-silica glasses in the transformation range. *J. Non-Cryst. Solids* 14, 1974, p. 255-268
- [57] MILLS, J. J. The visco-elastic response of glass during forming. *Glass Technology* 14, 1973, no. 4, p. 101-105
- [58] MILLS, J. J., SIEVERT, J. L. Stress relaxation modulus of a commercial glass. *J. Amer. Ceram. Soc.* 56, 1973, no. 10, p. 501-505
- [59] Montrose, C. J. A theory of nonlinear response in liquids and amorphous solids. ORN technical report, CVA/VSL-010781, 1981, p. 68-81
- [60] MRKVA, F. Hydrodynamický model procesu lisování skloviny. *Sklář a keramik* 22, 1972, č. 7, s. 186-188

- [61] MSC.Marc Volume A – theory and user information. MSC Software, 2003
- [62] MSC.Marc Volume B – element library. MSC Software, 2003
- [63] NADAI, A. Theory of flow and fracture of solids. McGraw-Hill, New York, NY, 1963, p. 352-356
- [64] OKROUHLÍK, M. a kol. Mechanika poddajných těles, numerická matematika a superpočítače. Praha, 1997
- [65] POOLE, J. P. Glass workability. Glass industry, no. 3, 1967, p. 129-136
- [66] REHBINDER, P. Coagulation and thixotropic structures. in Discussions of the Faraday Society, no 18, Aberdeen, Great Britain, 1954
- [67] REKHSO, S. M. A model for nonlinear viscoelastic relaxation. J. Non-Cryst. Solids 131, 1990, p. 467-475
- [68] REKHSO, S. M. Viscoelasticity of glass. Ed. UHLMANN, D. R., KREIDL, N. J. Glass science and technology 3, Viscosity and relaxation. Academic Press, New York, NY, 1986, p. 1-117
- [69] REKHSO, S. M., GONCHUKOVA, N. O., CHRENOUSOV, M. A. Creep and stress relaxation in glass in and below transition region. Proceedings of XI International Congress on Glass, Prague, 1977, p. 329-338
- [70] REKHSO, S. M., GRANT, M. L., PECKMAN, H. F. Three modes of glass failure in the glass transition region. Glastechn. Ber. 56K, 1983, p. 408-413
- [71] REKHSO, S. M., HEYES, D. M., MONTROSE, C. J. Comparison of viscoelastic behaviour of glass with a Lennard-Jones model system. J. Non-Cryst. Solids 38 and 39, 1980, p. 403-408
- [72] REKHSO, S. M., MAZURIN, O. V. Stress relaxation in glass and glass-to-metal seals. Glass. Tech. 18, 1977, no. 1. p. 7-14
- [73] RICHTER, F. Upsetting and viscoelasticity of vitreous SiO₂: experiments, interpretation and simulation. PhD Thesis, Prozesswissenschaften der Technischen Universität Berlin, Berlin, 2006
- [74] RIJSMUS, A. Mass and heat transfer during TV pressing. Glastechn. Ber. 1, 1983, no. 56K, p. 283-288
- [75] SAADA, A. S. Elasticity theory and applications. Robert E. Krieger publishing company, Inc., Malabar, FL, 1983
- [76] SAKOSKE, G. E. Non-linear flow, fracture, mechanical quenching, and computer modeling of a glass cylinder pressed between parallel plates. PhD Thesis, Case Western Reserve University, Cleveland, OH, 1992
- [77] SAKOSKE, G. E., REKHSO, S. M., COOPER, A. R. Flow and fracture of glass cylinders pressed between parallel plates. XVI International Congress on Glass, Madrid, Spain, 1992, vol. 4, p. 9-14
- [78] SAKOSKE, G. E., REKHSO, S. M., COOPER, A. R. Flow and relaxation of glass in uniaxial compression. XV International Congress on Glass, Leningrad, Proceedings 1a, Leningrad, Russia, 1989, p. 262-268

- [79] SAKOSKE, G. E., REKHSOON, S. M., WANG, H. P. Flow and failure of liquid glass under uniaxial compression. Amer. Ceram. Soc. Paper 21-G-84, Amer. Ceram. Soc. Bull. 63, 1984, no. 3, p. 493
- [80] SHARP, D. E., GINTHER, L. B. Effect of composition and temperature on the specific heat of glass. Journ. Amer. Ceram. Soc. 34, 1951, no. 9, p. 260-271
- [81] SHELBY, J. E. Introduction to glass science and technology. Cambridge, 1997, ISBN 0-85404-533-3
- [82] SCHILL, F. Chlazení skla. Informatorium, Praha, 1993
- [83] SCHUMACHER, R. Thermische und mechanische Vorgänge beim Verpresen einer zähflüssigen Glasschmelze. Glastechn. Ber. 47, 1974, no. 11, p. 239-250
- [84] SIMMONS, J. H., SIMMONS, K. D. Viscous shear thinning during glass forming. Cer. Bull. 66, 1989, p. 1949-1960
- [85] SIMMONS, J. H., MOHR, R. K., MONTROSE, C. J. Non-newtonian viscous flow in glass. J. Appl. Phys. 53, 1982, no. 6, p. 4075-4080
- [86] SIMMONS, J. H., OCHOA, R. Non-newtonian viscous flow in soda-lime-silica glass at forming and annealing temperatures. J. Non-Cryst. Solids 105, 1988, p. 313-322
- [87] SMRČEK, A. Strojní tvarování skla. SNTL, 1981, Praha
- [88] SOBOTKA, Z. Reologie hmot a konstrukcí. Academia, Praha, 1981
- [89] THOMAS, S. B., PARKS, G. S. Studies on glass VI. Some specific heat data on boron trioxide. Journ. Phys. Chem. 35, 1931, p. 2091-2102
- [90] VOLF, M. B. a kol. Tepelné vlastnosti skel. SNTL, Praha, 1968
- [91] VOLF, M. B. Vlastnosti československých technických skel. SNTL, Praha, 1960
- [92] WANG, H. P., MCLAY, R. T. A finite element model for the glass pressing process. Glastechn. Ber. 1, 1983, no. 56K, p. 289-294
- [93] WEBB, S. L., DINGWELL, D. B. Non-newtonian rheology of igneous melts at high stresses and strain rates: Experimental results for rhyolite, andesite, basalt and nephelinite. J. Geophys. Res. 95, 1990, no. B10, p. 15695-15701
- [94] WEBB, S. L., DINGWELL, D. B. The onset of non-newtonian rheology of silicate melts, a fibre elongation study. Phys. Chem. Minerals 17, 1990, p. 125-132
- [95] YUE, Y., BRÜCKNER, R. A new description and interpretation of the flow behaviour of glass forming melts. J. Non-Cryst. Solids 180, 1994, p. 66-79
- [96] YUE, Y., BRÜCKNER, R. On the different descriptions of the non-Newtonian viscosity (shear-thinning effect) of glass melts with respect to heat dissipation. Glastechn. Ber. Glass Sci. Technol. 69, 1996, no. 6, p. 179-185
- [97] YUE, Y., BRÜCKNER, R. Stress generation modulus and brittleness of glass melts. J. Non-Cryst. Solids 182, 1995, p. 278-285

7.1 Publikace autora

- [I] VÍTOVÁ, M. Metodika měření visko-elastických vlastností. X. ročník odborného semináře – Anorganické nekovové materiály, Praha, 2005, ISBN 80-7080-557-9
- [II] MATOUŠEK, I., NOVOTNÝ, F., VÍTOVÁ, M. Reologické vlastnosti skla ve vztahu k tvarování lisováním. XV. Mezinárodní vědecké sympozium TU Liberec – TU Dresden, Liberec, 2005, ISBN 80-7083-975-9
- [III] VÍTOVÁ, M. Proces tvarování a reologické vlastnosti skla. Česká a slovenská konference o skle. Sklář a keramik 55 C, Luhačovice, 2005, ISBN 80-7080-581-1
- [IV] VÍTOVÁ, M. Study of viscous-elastic behaviour in glass melts. 4th International PhD Conference on Mechanical Engineering, Plzeň, 2006, ISBN 80-7043-486-4
- [V] VÍTOVÁ, M. Vyhodnocování reologických vlastností skloviny. XII. Mezinárodní konference sklářské stroje, Sklář a keramik 56 C, Liberec, 2006, ISSN 0037-637X
- [VI] VÍTOVÁ, M. Studie materiálových vlastností sklovin. XII. ročník odborného semináře – Anorganické nekovové materiály, Praha, 2007, ISBN 978-80-7080-004-1
- [VII] MATOUŠEK, I., VÍTOVÁ, M. Investigation of viscous-elastic response of glass. Proceedings of 8th International Carpathian Control Conference, Štrbské Pleso, Slovakia, 2007, ISBN 978-80-8073-805-1
- [VIII] VÍTOVÁ, M. Application of compression method for identification of glass relaxation behaviour. XVI. Mezinárodní vědecké sympozium TU Liberec – TU Dresden, Liberec, 2007, ISBN 978-80-7372-247-0
- [IX] VÍTOVÁ, M. Experimental evaluation relaxation behaviour of glass melts. 5th International PhD Conference on Mechanical Engineering, Plzeň, 2007, ISBN 978-80-7043-597-7
- [X] VÍTOVÁ, M. Determination of the rheological parameters of glass melts at higher temperatures. 2nd International Conference for Young Researchers and PhD. Students, Bratislava, Slovakia, 2008, ISBN 978-80-227-2849-2
- [XI] VÍTOVÁ, M., MATOUŠEK, I. Rheological response of silica glass melts – measurements and computer simulation. Engineering Mechanics, Svratka, 2008, ISBN 978-80-87012-11-6
- [XII] MATOUŠEK, I., VÍTOVÁ, M. Evaluation of rheological behaviour of silica glass under compression load. Proceedings of 9th International Carpathian Control Conference, Sinaia, Romania, 2008, ISBN 978-973-746-897-0