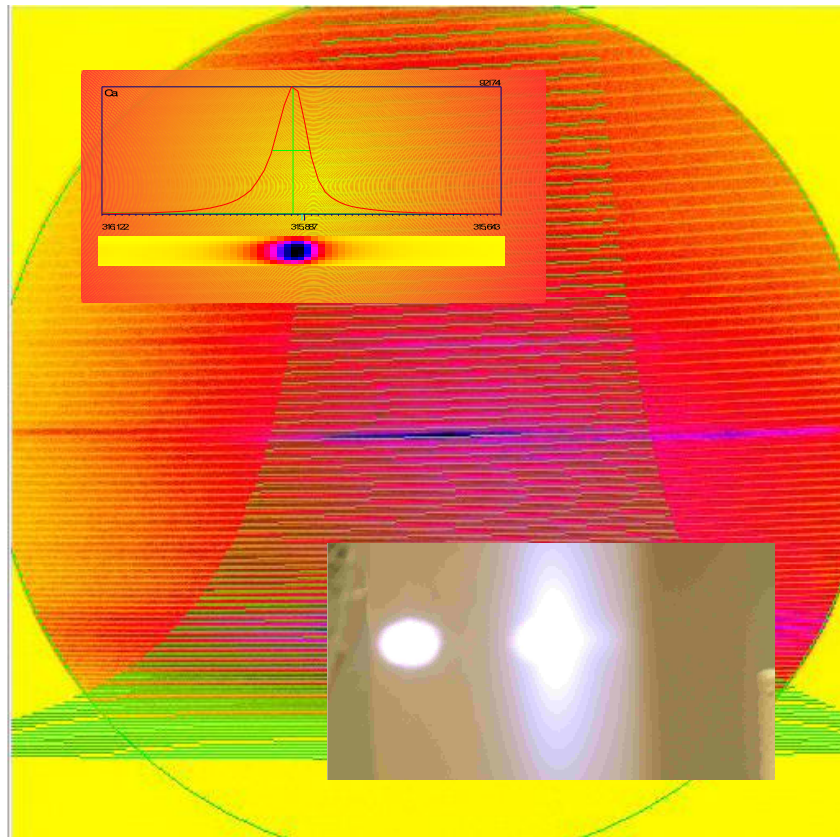




HVG-DGG

Service und Forschung für die Glasherstellung



HVG-Tätigkeitsbericht 2007

für das 87. Geschäftsjahr

Tätigkeitsbericht der
Hüttentechnischen Vereinigung der Deutschen Glasindustrie e.V.
für das 87. Geschäftsjahr 2007

Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen Glasindustrie e.V.

Siemensstraße 45, 63071 Offenbach

Tel. +69 9758610, FAX +69 97586199, Mail info@hvg-dgg.de
Website www.hvg-dgg.de

Inhaltsverzeichnis

	Vorwort	1
	Vorstand	3
	Beirat	3
	Forschungsinstitut	3
	Verzeichnis der Mitgliedshütten der HVG	3
1.	Interna	5
2.	Sitzungen der Gremien der HVG	5
2.1	Mitgliederversammlung	5
2.2	Sitzungen des Vorstandes der HVG	6
2.3	Sitzung des Beirates der HVG	6
2.4	Gemeinsame Sitzung des HVG-Beirates, des DGG-Vorstandsrates und des Beirates des NCNG	7
3.	Veranstaltungen der HVG	7
3.1	HVG-Kolloquium	7
3.2	HVG-Fortbildungskurs	7
3.3	HVG-Intensivseminar "Schwefelchemie"	9
4.	Veröffentlichungen und Vorträge	9
4.1	HVG-Mitteilungen	9
4.2	HVG-Newslettter	10
4.3	Publikationen der HVG	10
4.4	Veröffentlichungen von HVG-Mitarbeitern	11
4.5	Vorträge von HVG-Mitarbeitern	11
4.6	Lehrtätigkeit	13
5.	Untersuchungen im Auftrag	13
5.1	Umweltschutz	13
5.2	Glastechnologie	14
6.	Beratungstätigkeit und Mitarbeit in Ausschüssen	14
6.1	Arbeiten in übergeordneten Organisationen	15
6.2	Umweltschutz	15
6.3	Glastechnologie	16
7.	Eigene Forschungsvorhaben	18
7.1	Mit öffentlichen Mitteln geförderte Forschungsvorhaben	18
7.2	Eigenfinanzierte Forschung	21
7.3	Forschungsplanung	24
8.	Forschungsförderung	25
A.	Anhang: Weitere Forschungstätigkeit auf dem Glassektor	31

VORWORT

Unter dem noch relativ jungen Motto der HVG „Service und Forschung für die Glasherstellung“ standen wiederum die Arbeiten im Jahr 2007.

Nach der recht aufwendigen Akkreditierung der HVG-Umweltabteilung und des dazugehörigen Labors im vorangegangenen Jahr 2006 war das Jahr 2007 durch eine sehr hohe Anzahl an Emissions- und Kalibriermessungen geprägt. Zusätzlich erteilte das Umweltbundesamt einen weiteren Auftrag zur Bereitstellung aktueller Emissionsdaten für die Glas- und Mineralfaserindustrie. Die hohe Auslastung der Umweltabteilung konnte nur durch den zeitlichen Mehreinsatz der Mitarbeiter gemeistert werden. Eine personelle Entlastung für das nächste Jahr wurde durch die Neueinstellung eines Technikers zum Ende des Jahres geschaffen.

Im Forschungsbereich wurden nicht nur zwei neue AiF-Projekte begonnen, sondern auch das InnoGlas-Projekt, als Verbundprojekt mit mehreren Partnern aus der Industrie und Forschungsinstituten, konnte recht kurzfristig mit Mitteln aus dem InnoNet-Förderprogramm gestartet werden. Diese Förderung auf Basis der Zuwendungen des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie (BMWi) hat damit wieder ein deutlich besseres Niveau erreicht.

Das Gemeinschaftsprojekt zur Entwicklung eines einstufigen Formgebungsprozesses, dessen Förderung über das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) erfolgt, konnte nicht zur Mitte des Jahres gestartet werden, sondern wurde auf den Januar 2008 verschoben.

Ulrich Roger

Offenbach am Main im April 2008



Trotz des hohen Einsatzes der Mitarbeiter stoßen die Forschungskapazitäten an ihre Grenzen. Die jetzige und auch mittelfristig absehbare überproportionale Auslastung mit Forschungsprojekten führte seit dem Herbst zu einer intensiveren Suche nach einem Nachwuchssingenieur. Leider konnte durch die angespannte Lage auf dem Arbeitsmarkt für Techniker und Ingenieure noch keine personelle Lösung gefunden werden.

Die HVG dankt ihren Mitgliedern für die vertrauensvolle und erfolgreiche Zusammenarbeit.

Forschungsinstitut

63071 Offenbach/M.
Siemensstraße 45
Telefon: 069/97 58 61-0
Telefax: 069/97 58 61-99
E-Mail: hvg@hvg-dgg.de
Internet: <http://www.hvg-dgg.de>

Geschäftsführer:
Dr.-Ing. U. ROGER

Technische Mitarbeiter:
Dipl.-Ing. J. BAUER
Dipl.-Ing.(FH) P. BAUMANN
Dipl.-Ing. G. BERGMANN
Dipl.-Ing. B. FLEISCHMANN
Dipl.-Ing.(FH) K.-H. GITZHOFER
Industriemechaniker M. LUPO
(seit 1.11.2007)
Priv.-Doz. Dr.-Ing. habil. H. MÜLLER-SIMON
Dipl.-Ing.(FH) U. PETERMANN
Dipl.-Ing.(FH) F. RÜHL
Chemielaborantin S. SCHNEIDER
(bis 30.9.2007)
Chemielaborantin M. WESSEL,
(seit 16.4.2007)
Techniker H. WITT

Vorstand

Vorsitzender:
Prof. Dr. U. UNGEHEUER, Schott AG, Mainz

Schatzmeister:
Dipl.-Volkswirt G. WOLF, Schott AG, Mainz

Mitglieder:
Dipl.-Ing. B. BÜRKEL,
Spessart Glas GmbH, Lohr
Dipl.-Ing. R. UNFRIED,
Saint-Gobain Oberland AG, Bad Wurzach
Dr. N. WRUK, Pilkington Deutschland AG,
Gelsenkirchen

Beirat

Dr. J. BRETSCHEIDER, Weiherhammer
Dipl.-Ing. R. FISCHER, Thalheim
(bis 5.6.2007)
Dr. A. KATZSCHMANN, Speyer
Dipl.-Ing. J. KNAUER, Neuss
(bis 5.6.2007)
Dr. J. KÜSTER, Mainz
(seit 5.6.2007)
Dr. E. LECOMTE, Aubervilliers
Dr. M. LINDIG, Lohr
Dipl.-Ing. W. LINZ, Mainz
Dipl.-Ing. K. LUDWIG, Kremsmünster
Dipl.-Ing. W. MEYER, Jena
(bis 5.6.2007)
Dr. H. RÖMER, Mainz
Dipl.-Phys. S. ROSNER, Mitterteich
Dr.-Ing. W. SCHAEFER-ROLFFS, Essen
W. SEIDENSTICKER, Obernkirchen
Dipl.-Ing. R. SIEBENHÜNER, Thalheim
(seit 5.6.2007)
Dr. K. ZIRKELBACH, Augsburg

VERZEICHNIS DER MITGLIEDSHÜTTEN DER HVG (Stand 15. März 2008)

a) Stammwerke

Air Liquide Deutschland GmbH, Düsseldorf *
Ardagh Glass GmbH, Nienburg
van Baerle chemische Fabrik GmbH & Co,
Gernsheim
Cognis GmbH CIA Wasserglas, Düsseldorf
Dennert PORAVER GmbH, Postbauer-Heng*
Deutsche Borax GmbH, Eschborn*
Genthe Glas AG, Goslar
DTEC Engineering & Consulting GmbH,
Gelsenkirchen *

DURAN Produktions GmbH & Co. KG, Mainz
Emhart Glass GmbH, Cham*
E.ON Ruhrgas AG, Essen*
Friedrich Farblashütte GmbH,
Kaufbeuren-Neugablonz
Gerresheimer AG, Düsseldorf
Glasfabrik Lamberts GmbH & Co. KG, Wunsiedel
Glashütte Limburg GmbH & Co. KG, Limburg
Glashüttentechnik Grob GmbH, Gemünden*
GUARDIAN Flachglas GmbH, Thalheim
Horn Glass Industries AG, Plößberg*
Interprojekt GmbH, Essen*
Kristall-Glasfabrik Amberg GmbH & Co KG,
Amberg

Linde AG, Höllriegelskreuth*
 Lühr Filter GmbH & Co KG, Stadthagen*
 Lurgi Bischoff GmbH, Essen*
 Nikolaus Sorg GmbH & Co. KG, Lohr/Main*
 Noelle + von Campe Glashütte GmbH, Boffzen
 OSRAM GmbH, München
 P-D Industries GmbH, Freital
 P-D refractories Lito GmbH DYKO GLASS,
 Düsseldorf*
 P-D refractories Dr. C. Otto GmbH,
 Bochum*
 Pilkington Deutschland AG, Gelsenkirchen
 RC Ritzenhoff Cristal AG, Marsberg
 Retorte GmbH, Röthenbach/Pegnitz*
 RHI Glas GmbH, Wiesbaden*
 Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Aachen
 Schott AG, Mainz
 Solvay Barium Strontium GmbH, Hannover*
 STG Software & Technologie Glas GmbH,
 Cottbus*
 Technische Glaswerke Ilmenau GmbH, Ilmenau
 URSA Insulation S.A., Madrid
 VETROPACK Holding AG, Bülach
 Weck Glaswerk GmbH, Bonn
 Woellner GmbH & Co. KG, Ludwigshafen
 Zippe Industrieanlagen GmbH, Wertheim*
 Zwiessel Kristallglas AG, Zwiessel

* assoziierte Mitglieder

b) Zweigwerke und Tochterunternehmen

Ardagh Glass Germany GmbH, Werk Bad
 Münden, Bad Münden
 Ardagh Glass Germany GmbH, Werk Drebkau,
 Drebkau
 Ardagh Glass GmbH, Werk Germersheim,
 Germersheim
 Ardagh Glass Germany GmbH, Werk Lünen,
 Lünen
 Ardagh Glass Germany GmbH, Werk
 Neuenhagen, Neuenhagen
 Ardagh Glass GmbH, Werk Obernkirchen,
 Obernkirchen
 Ardagh Glass Germany GmbH, Werk Schleiden,
 Schleiden
 Ardagh Glass Germany GmbH, Werk Wahlstedt,
 Wahlstedt
 EME Maschinenfabrik Clasen GmbH, Erkelenz
 Gerresheimer Essen GmbH, Essen
 Gerresheimer Lohr GmbH, Lohr
 Gerresheimer Tettau GmbH, Tettau
 Heye International GmbH, Obernkirchen
 Horn Bau und Service GmbH, Plößberg
 OSRAM GmbH, Glaswerk Augsburg, Augsburg
 OSRAM GmbH, Glaswerk Berlin, Berlin
 Pilkington Automotive Deutschland GmbH,
 Werk Witten, Witten
 Pilkington Bauglasindustrie GmbH, Schmelz
 Pilkington Deutschland AG, Werk Gladbeck,
 Gladbeck-Rentfort
 Pilkington Deutschland AG, Werk Weiherhammer,
 Weiherhammer

RHI Refractories Spaeter GmbH, Mühlheim-
 Kärlich
 Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Werk
 Herzogenrath, Herzogenrath
 Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Werk
 Mannheim, Mannheim
 Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Werk
 Porz, Porz
 Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Werk
 Stolberg, Stolberg
 Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Werk
 Torgau, Torgau
 Saint-Gobain Isover G+H AG, Ludwigshafen
 Saint-Gobain Isover G+H AG, Werk Bergisch
 Gladbach, Bergisch Gladbach
 Saint-Gobain Isover G+H AG, Werk Ladenburg,
 Ladenburg
 Saint-Gobain Isover G+H AG, Werk Lübz, Lübz
 Saint-Gobain Isover G+H AG, Werk Speyer,
 Speyer
 Saint-Gobain Oberland AG, Bad Wurzach
 Saint-Gobain Oberland AG, Werk Essen, Essen
 Saint-Gobain Oberland AG, Werk Neuburg,
 Neuburg a.d. Donau
 Saint-Gobain Oberland AG, Werk Wirges, Wirges
 Saint-Gobain Sekurit Deutschland GmbH & Co.
 KG, Werk Herzogenrath, Herzogenrath
 Saint-Gobain Sekurit Deutschland GmbH & Co.
 KG, Werk Stolberg, Stolberg
 Saint-Gobain Sekurit Nutzfahrzeugglas GmbH &
 Co. KG, Köln
 Saint-Gobain Sekurit Deutschland GmbH & Co.
 KG, Werk Torgau, Torgau
 Saint-Gobain Vetrotex Deutschland GmbH, Werk
 Herzogenrath, Herzogenrath
 Schott AG, Standort Grünenplan, Grünenplan
 Schott Jenaer Glas GmbH, Jena
 Schott-Rohrglas GmbH, Mitterteich
 VETROPACK Austria GmbH, Werk
 Kremsmünster, Kremsmünster
 VETROPACK Austria GmbH, Werk Pöchlarn,
 Pöchlarn
 VETROPACK Moravia Glass a.s., Kyjov
 VETROPACK SA St.-Prex, St.-Prex
 URSA Deutschland GmbH, Delitzsch

1. INTERNA

Am 31. März 2008 gehörten der HVG 24 glasherstellende Firmen Mitgliedsfirmen mit 45 angeschlossenen Zweigwerken und Tochterunternehmen sowie 20 Firmen als assoziierte HVG-Mitglieder mit 3 angeschlossenen Zweigwerken an. Im Berichtszeitraum wurde Rexam Glass und Heye-Glas von Ardagh Glass übernommen. Die Schuller GmbH, Wertheim, kündigte zum 31.12.2007 die HVG-Mitgliedschaft. Als neues Mitglied ist zum 1.1.2008 die Zwiesel Kristallglas AG, Zwiesel, der HVG beigetreten.

Im Rahmen der Mitgliederversammlung am 5. Juni 2007 in Aachen wurden die beiden HVG-Vorstandsmitglieder, Prof. Ungeheuer und Dr. Wruk in ihrem Amt bestätigt. In der Zusammensetzung des Beirates ergaben sich folgende Änderungen. Die Herren Rosner, Dr. Bretschneider, Dr. Schaefer-Rolffs, Dr. Katzschmann, Dr. Lindig und Dr. Lecomte wurden als Beiratsmitglieder bestätigt. Herr Fischer stand wegen der Übernahme eines neuen Tätigkeitsfeldes nicht mehr

2. SITZUNGEN DER GREMIEN DER HVG

2.1 Mitgliederversammlung

Die 77. ordentliche Mitgliederversammlung der Hüttentechnischen Vereinigung der Deutschen Glasindustrie fand am 5. Juni 2007 im Rahmen der Glastechnischen Tagung in Aachen statt. Die Sitzung wurde vom Vorsitzenden der HVG, Prof. Ungeheuer, geleitet. Im ersten Tagesordnungspunkt erstattete der Geschäftsführer der HVG, Dr. U. Roger, den Tätigkeitsbericht für das Jahr 2006. Der Tätigkeitsbericht war den Mitgliedern vor der Mitgliederversammlung in gedruckter Form zugeschickt worden. In seinem Bericht gab Dr. Roger einen Überblick über die zur Zeit über die HVG aus AiF-Mitteln geförderten Forschungsprojekte. Im Normalverfahren wurden die Projekte "Rheologische Eigenschaften von Gemenge und Rauschmelze", Prof. J. Deubener, TU Clausthal, "Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am Glaspfropfen", Prof. G. Sextl, ISC Würzburg, Dr. H. Müller-Simon, HVG Offenbach, "Untersuchung zur Quarzfeinstaubemission von Glasmelzöfen", Dipl.-Ing. K. Gitzhofer, HVG Offenbach, "Untersuchung der Wechselwirkung der bei der Glasformgebung eingesetzten Schmiermittel mit dem Formenmaterial und der Glasoberfläche sowie deren Einfluss auf den Wärmetransport", Prof. H. Hessenkemper, TU Freiberg, Dr. H. Mül-

ler-Simon, HVG Offenbach und "Minderung gasförmiger Borverbindungen von Glasmelzöfen", Dipl.-Ing. K. Gitzhofer, HVG Offenbach, gefördert. 2006 beantragt und 2007 neu in die Förderung gekommen sind die Projekte "Vermeidung von natriumhaltigen, aggressiven flüssigen Kondensaten bei der Abgasreinigung hinter Glasmelzwanne", Prof. R. Conradt, RWTH Aachen, Dipl.-Ing. K. Gitzhofer, HVG Offenbach, "Verbesserung des direkten Wärmeeintrags in die Glasmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten", Dipl.-Ing. B. Fleischmann, HVG Offenbach, sowie "Nutzung der Verteilerrinnen von IS-Maschinen für die thermische Konditionierung von Glaspfropfen", Dr. H. Müller-Simon, HVG Offenbach.

Nach fast 17-jähriger Tätigkeit bei der HVG trat Frau Wilhelm am 30.4.2007 in den Ruhestand. Eine Wiederbesetzung der Stelle für Telefonzentrale, Post- und Empfangsdienst fand nicht statt. Am 16. April nahm Frau Wessel ihre Tätigkeit als Laborantin für das chemische Labor auf. Nach der mehrmonatigen Übergangszeit konnte Frau Schneider zum 30.9.2008 nach über 18-jähriger Tätigkeit für die HVG den Ruhestand antreten. Am 1. November des Jahres begann Herr Lupo seine Tätigkeit als technischer Mitarbeiter zur Unterstützung der Arbeiten sowohl an Forschungsvorhaben als auch im Umweltbereich.

Über das ZUTECH-Programm der AiF wurden die Projekte "Echtzeit-Lasersensoren zur Optimierung industrieller Verbrennungsprozesse", Dipl.-Ing. B. Fleischmann, HVG Offenbach, Prof. Dr. K. Görner, GWI Essen, Prof. Dr. W. Schade, IPPT Clausthal, Prof. Dr. J. Deubener, INW Clausthal und "Hochauflösende Spektroskopie von Gläsern und Glasmelzen und keramischen Werkstoffen mittels laserinduzierter Plasmen zur Untersuchung von Korrosions- und Verdampfungsvorgängen bei der Glasherstellung", Dipl.-Ing. B.

Fleischmann, HVG Offenbach, Prof. P. Quirmbach, FGFF Bonn, gefördert. Bei dem Forschungsvorhaben "Mikrostrukturierung von Glas durch Heißprägen von beschichteten Glaswafeln", Prof. Neugebauer, IWU Chemnitz, Prof. C. Rüssel, OSI Jena, fungiert die HVG als zweite Mitgliedsvereinigung. Im Jahr 2006 wurde im Auftrag des Umweltbundesamtes das Projekt "Erarbeitung eines deutschen Beitrages zur Revision des BVT-Merkblattes für die Glas- und Mineralfaserindustrie" von Dipl.-Ing. K. Gitzhofer bearbeitet. Im Rahmen des Förderprogramms INNOGLAS beteiligte sich die HVG an der Antragstellung für ein Projekt mit dem Titel "Innovative Heiztechniken zur Energieeinsparung und Qualitätsverbesserung in der Glasindustrie" das unter der Federführung von Prof. D. Trimis, Inst. f. Wärmetechnik und Thermodynamik, TU Freiberg, geplant ist. Gemeinsam von der Firma Heye International (Dr. M. Kellner) und der TU Freiberg (Prof. H. Hessenkemper) wurde beim BMBF ein Forschungsprojekt mit dem Titel "Einstufiger Formgebungsprozess" beantragt. Bei diesem Forschungsprojekt ist die HVG (Dr. H. Müller-Simon) als Unterauftragnehmer der TU Freiberg beteiligt.

Im Tagesordnungspunkt 2 stellte der Schatzmeister der HVG, Herr Wolf, den Jahresabschluss 2007 vor. Eine Kurzfassung des Jahresabschlusses wurde allen Mitgliedern vor der Mitgliederversammlung zugesandt. Die von Herrn Wolf beantragte Entlastung des Vorstands und der Geschäftsführung wurde einstimmig und ohne Stimmenthaltung erteilt.

Im Vorstand der HVG waren die Wahlperioden von Prof. Ungeheuer und Dr. Wruk abgelaufen. Beide standen für eine Wiederwahl zur Verfügung und wurden mit je einer Enthaltung in ihren Ämtern bestätigt. Im HVG-Beirat waren die Wahlperioden der Herren Rosner, Dr. Bretschneider, Fischer, Knauer, Dr. Schaefer-Rolffs, Dr. Katzschmann, Meyer, Dr. Lindig und Dr. Lecomte ausgelaufen. Die Herren Rosner, Bretschneider, Schaefer-Rolffs, Katzschmann, Lindig und Lecomte standen für eine Wiederwahl zur Verfügung. Die Herren wurden ohne Gegenstimme als Mitglieder des Beirates bestätigt. Herr Meyer stand für eine Wiederwahl nicht zur Verfügung, an seiner Stelle wurde Herr Dr. J. Küster, Schott AG, Mainz, vorgeschlagen und ohne Gegenstimme in den HVG-Beirat gewählt. Herr Fischer stand wegen der Übernahme eines neuen Tätigkeitsfeldes ebenfalls nicht für eine Wiederwahl zur Verfügung. Er schlug Herrn R. Siebenhüner, Guardian Flachglas, Thalheim, an seiner Stelle vor. Herr Siebenhüner wurde ohne Gegenstimme von der Mitgliederversammlung in den Beirat gewählt. Herr Knauer stand ebenfalls für eine Wiederwahl nicht zur Verfügung, da er aus der Firma Emhart ausgeschieden ist. Seine Stelle im Beirat bleibt zunächst vakant.

Abschließend gab Dr. Roger einen Überblick über die wichtigsten nationalen und internationalen Veranstaltungen in den Jahren 2007 und 2008.

2.2 Sitzungen des Vorstandes der HVG

Die Vorstände von HVG und DGG traten am 5.6.2007 in Aachen und am 12.12.2007 in Offenbach zusammen.

2.3 Sitzung des Beirates der HVG

Am 14. März 2007 trafen sich die Mitglieder des Beirates der HVG und des Vorstandes der DGG zu ihrer jährlichen gemeinsamen Sitzung. Traditionell findet diese Sitzung im Rahmen des jährlichen Treffens mit dem Nationale Comité van de Nederlandse Glasindustrie (NCNG) statt. Im Berichtsjahr wurde die Veranstaltung auf Einladung der HVG und DGG in Offenbach durchgeführt. Die Sitzung wurde vom Geschäftsführer der HVG/DGG, Dr. Roger, geleitet. Im ersten Tagesordnungspunkt gab Dr. Roger einen Überblick über den Stand der über die AiF geförderten Forschungsvorhaben. Soweit anwesend gaben die Projektleiter weitere Erläuterungen. Kurzberichte zum Stand der Arbeiten waren den Teilnehmern mit der Einladung zugegangen. Daran anschließend wurden Vorschläge für künftige Forschungsprojekte vorgestellt und diskutiert. Im daran anschließenden Ranking ergab sich das folgende Bild: 1. "Entwicklung einer praxistauglichen Modelldarstellung des Energieverbrauches und der CO₂-Emission fossilbeheizter Glasschmelzwannen", Prof. R. Conradt, RWTH Aachen, 2. "Rheologische Eigenschaften von Gemenge und Rauschmelze (Anschlussvorhaben zum AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14406 N)", Prof. J. Deubener, TU Clausthal, Prof. R. Conradt, RWTH Aachen, 3. "Metallbasierte Einschlüsse in Gläsern", Prof. D. Stachel, Universität Jena, 4. "Degradation von Floatglas bei der Lagerung", Prof. E. Rädlein, TU Ilmenau, Prof. J. Deubener, TU Clausthal, 5. "Untersuchungen zur Quantifizierung des starken Klebens von Glasschmelzen an Formenwerkstoffen bei der Heißformgebung", Dr. P. Manns, IWM Freiburg, 6. "Einsatz von LIBS im Zinnbad", Dipl.-Ing. B. Fleischmann, HVG Offenbach, und "Entwicklung galvanischer Schwefelzellen mit integriertem Sauerstoffabsorber für die Zinnschmelze unter Schutzgas im Produktionsprozess der Floatglasherstellung", Dr. H.-J. Lang, TU Freiberg.

Im Sinne einer besseren Transparenz gab Dr. Roger einen Überblick über den weiteren Verlauf der Antragstellungen und Begutachtungen der gerankten Forschungsvorhaben. Dazu zeigte er tabellarische Aufstellungen für die Jahre 2004 bis 2006. Von den sechs 2004 vorgestellten Forschungsvorhaben wurden fünf positiv begutachtet und werden über die AiF gefördert, ein For-

schungsantrag wurde zurückgezogen. Von den acht 2005 vorgeschlagenen Forschungsprojekten wurden zwei positiv begutachtet und werden über die AiF gefördert, ein Forschungsvorhaben musste auf Grund von Gutachteraufgaben überarbeitet werden, für zwei Forschungsvorhaben lag nach einem Jahr noch kein Antrag für die AiF vor und drei Forschungsvorschläge wurden zurückgezogen. Von den acht 2006 vorgeschlagenen Forschungsvorhaben wurden zwei Anträge positiv begutachtet und werden von der AiF gefördert, für vier Projekte lag nach einem Jahr noch kein Antrag für die AiF vor, zwei Vorschläge wurden zurückgezogen.

Das Kolloquium 2008 wird wieder als öffentliche Veranstaltung im Rahmen der glasstec stattfinden. Es wurden einige Themenvorschläge diskutiert. Die Geschäftsführung der HVG wurde beauftragt, ein umweltbezogenes Thema mit dem Arbeitstitel "Glas für energieeinsparende Anwendungen" zu formulieren. Bereits auf der letzten Sitzung wurde das Thema "Messtechnik für die Glasproduktion" für den HVG-Fortbildungskurs 2008 vorgesehen. Dieser Vorschlag wurde bestätigt.

3. VERANSTALTUNGEN DER HVG

3.1 HVG-Kolloquium

Das HVG-Kolloquium „Beschichtungen auf Glas“ fand am 27. November 2007 im Deutschen Ledermuseum in Offenbach statt. Von den 54 Anwesenden kamen 29 aus HVG-Mitgliedsfirmen, 14 aus anderen Industriebetrieben und 9 aus Forschungsinstituten sowie dem Bereich der universitären Bildung.

Herr Dr. Roger, der Geschäftsführer von HVG und DGG moderierte das Kolloquium, bei dem folgende Vorträge gehalten wurden: „Beschichtungstechniken für Glas“ von Frau Prof. Rädlein; „Offline-Beschichtungen mit Wasserlacken“ von Herrn Dr. Schramm; „Sputtertechnik für optische Funktionsschichten“ von Herrn Dr. Vergöhl; „Sol-Gel-Beschichtungen von Glas: von der Entwicklung in die Produktion“ von Herrn Dr. Löbmann; „Digitaldruck mit Sol-Gel-Tinten“ von Herrn Prof. Trier; „Nanostructured functional coatings“ von Herrn Dr. Thies; „Funktionelle Schichten auf Glas

2.4 Gemeinsame Sitzung des HVG-Beirates, des DGG-Vorstandsrates und des Beirates des NCNG

Am 13. und 14. März 2007 fand das jährliche Treffen vom HVG-Beirat und DGG-Vorstandsrat mit dem niederländischen NCNG statt. Die Gremien waren im Berichtsjahr zu Gast bei der HVG und DGG in Offenbach. Im Rahmen der gemeinsamen Sitzung berichteten zunächst Prof. Beerkens und Dr. Roger über die Forschungsaktivitäten bei der TNO und der HVG. In den nachfolgenden Vorträgen wurden einige dieser Aktivitäten im Detail vorgestellt: Dr. A. J. Faber trug über "Experimentelle Untersuchungen der physikalischen und chemischen Läuterung von Glasschmelzen" vor und Prof. Beerkens über "Verdampfung von Natrium aus der Glasschmelze: Einfluss vom Sulfat im Glas und Änderung der Oberflächenzusammensetzung". Von Seiten der HVG berichteten Dipl.-Ing. K. Gitzhofer zum "Stand der Forschungsvorhaben zu Quarzfeinstaub und Boremissionen" und PD Dr. Müller-Simon über "Untersuchungen zum Einbindungsgrad verschiedener Selensträger". Am Nachmittag des ersten Tages bestand für die Teilnehmer die Möglichkeit einer Werksbesichtigung der W. C. Heraeus GmbH in Hanau. Bei der Exkursion konnte die Quarzglasherstellung und Weiterverarbeitung im Werk Hanau und in Klein-Ostheim besichtigt werden. Am zweiten Tag bestand für die Teilnehmer die Möglichkeit, die Einrichtungen der HVG und DGG in Offenbach kennenzulernen.

für solare Anwendungen“ von Herrn Dr. Hofmann; „Industrielle Vakuumbeschichtungen“ von Herrn Billert; „Beständige Easy-to-clean Schichten auf Glas“ von Herrn Dr. Kälber und „Prüfmethoden für selbstreinigende Gläser“ von Herrn Dr. Goer.

Die Teilnehmer des Kolloquiums können die Folien der einzelnen Vorträge als PDF-Dateien von der Website der HVG-DGG herunterladen.

3.2 HVG-Fortbildungskurs

Der HVG-Fortbildungskurs 2007 fand am 19./20. November in Offenbach zum Thema „Emissionen von Glasschmelzöfen – rechtliche Grundlagen, Emissionsmesstechniken, Minderungstechnologien“ statt.

Ausgehend vom Kyoto-Protokoll und den in der Folge abgeleiteten NEC-Werten für Deutschland (**N**ational **E**missions **C**eilings) muss die Reduzierung von Schadgasen oberstes Ziel der Industrien

sein. Das Bundesimmissionsschutzgesetz und seine Verordnungen schaffen dafür in Deutschland eine solide Grundlage. Die korrekte Erfassung der Emissionen stellt dabei die Basis für die Entwicklung und Anwendung primärer und sekundärer Minderungsmaßnahmen und –technologien dar. In diesem Fortbildungskurs wurde der derzeitige Stand der Emissionen dargelegt und die eingesetzten Messverfahren für die Ermittlung der Emissionen wurden beschrieben. Sekundäre Minderungsmaßnahmen durch Sorption, Filtration und Reduktion wurden erläutert. Begleitet wurden die Ausführungen jederzeit durch die gesetzlichen Rahmenbedingungen entsprechend der TA Luft, den VDI-Richtlinien sowie nationalen und internationalen Normen.

Herr Gitzhofer von der HVG stellte im ersten Beitrag „Emissionen von Glasschmelzöfen“ die möglichen Emissionskomponenten des Rohgases und des Reingases sowie die aktuellen Grenzwerte der TA Luft 2002 für die Glasindustrie vor. Er ging auf die verschiedenen überwiegend verfahrenstechnisch bedingten Einflussfaktoren ein und unterlegte seine Ausführungen mit Beispielen aus der Praxis. Im Weiteren erläuterte er Möglichkeiten der primären Minderung von Emissionen bezüglich Staub, HCl und HF sowie SO_x und NO_x und ergänzte sekundäre Maßnahmen zur Emissionsminderung. Insbesondere ging er auf die Oxy-Fuel-Technologie und auf die Elektroschmelze ein. Eine Übersichtsdarstellung aktueller Forschungsaktivitäten bezüglich Feinstaub, Quarzfeinstaub und Boremissionen beendete die Ausführungen.

Der zweite Beitrag von Frau Bergmann von der HVG trug den Titel „Akkreditierung nach DIN EN ISO/IEC 17025:2005“. Im ersten Teil des Vortrags erläuterte sie die normative Grundlage für die Akkreditierung eines Prüf- und Kalibrierlabors. Danach berichtete sie über die Akkreditierung der Abteilung Emissionsmesstechnik der HVG im Jahre 2006. Abschließend stellte sie die Struktur des Qualitätssicherungssystems der HVG vor und ging auf einige Elemente exemplarisch näher ein.

Im dritten Beitrag der Veranstaltung mit dem Titel „Emissionsmessungen“ stellte Herr Petermann von der HVG die Praxis der Durchführung von Emissionsmessungen für Prüfungen und Kalibrierungen vor. Er begann seine Ausführungen mit den Anforderungen an die Messplanung und Vorbereitung. Dabei zeigte er länderspezifische Anforderungen auf. Im Weiteren ging er auf die Ansprüche der Homogenitätsprüfung und die korrekte Ermittlung und Beachtung der Abgasrandbedingungen ein. Im nächsten Teil seiner Ausführungen erläuterte er die bei der HVG angewandten kontinuierlichen und diskontinuierlichen Messverfahren. Anschließend ging er auf den immer wichtiger werdenden Begriff der Messunsicherheit sowie die Ermittlung und Anwendung derselben

ein. Zum Ende des Vortrags stellte er die Darstellung der Ergebnisse entsprechend dem gültigen Mustermessbericht vor.

Herr Rühl von der HVG stellte im vierten Vortrag „Laboranalysen“ die Probenvorbereitung, Analyseverfahren und Maßnahmen zur Qualitätssicherung im Labor vor. Er ging auf die verschiedenen Arten der Probenvorbereitung für gasförmige oder staubförmige Komponenten ein und stellte Teile der dazu notwendigen Laborausstattung vor. Im zweiten Teil seiner Ausführungen erläuterte er insbesondere die bei der HVG angewandten Analyseverfahren hinsichtlich normativer Grundlage und Funktionsweise. Im letzten Teil ging er auf regelmäßige und analysenspezifische Maßnahmen zur Sicherung der Qualität der Ergebnisse ein.

Der fünfte Vortrag der Veranstaltung „Kalibriermessungen nach VDI 3950“ von Herrn Gitzhofer von der HVG beschäftigte sich mit den Änderungen der neuen VDI 3950 in Zusammenhang mit der DIN EN 14181 im Vergleich zur „alten“ VDI 3950. Er ging auf alle 3 Qualitätssicherungsstufen QAL 1 bis QAL 3 ein, die für die zukünftig alle 3 Jahre stattfindende Kalibrierung automatischer Messeinrichtungen und die jährlichen Funktionsprüfungen einzuhalten sind. Dabei stellte er wesentliche Neuerungen wie die Messungen mit Standardreferenzverfahren über 3 Tage gleichmäßig verteilt, die Gültigkeit der Kalibriergeraden, die erforderliche Nullpunkthypothese bei Messungen unter normalen Betriebsbedingungen sowie die deutlich erweiterten Betreiberpflichten heraus.

Herr Wachendörfer von der SICK MAIHAK GmbH stellte extraktive Emissionsmessgeräte basierend auf **Nicht-Dispersiver-IR-Photometrie**, **Paramagnetismus** und **Fourier-Transformations-IR-Spektrometrie** vor. Am Beispiel ausgewählter Messgeräte erläuterte er Aufbau, Funktionsweise und Anwendungsmöglichkeiten extraktiver Messtechnik.

Herr Vocke, ebenfalls von der SICK MAIHAK GmbH, stellte ergänzend Gasanalysatoren in Form von In-Situ-Messtechnik vor. Dabei stellte er die Messverfahren UV-Spektrometrie, das Filterkorrelationsverfahren und die Laser-Spektroskopie vor. Auch er erläuterte die Messprinzipien und Einsatzgebiete für die Gasanalyse und die Staubmesstechnik anhand konkreter Messgeräte.

Der Vortrag von Herrn Mayer-Schwinning von der Lurgi Bischoff GmbH trug den Titel „Gasreinigung bei hohen Temperaturen“. Es wurde die Funktionsweise des in der Glasindustrie zur Staubabscheidung häufig anzutreffenden Elektrofilters ausführlich dargestellt. Auch die Reduktion von Schadgasen wie SO₂, HF und HCl durch Dosierung von Kalkhydrat, Soda oder Natriumbicarbonat

nat vor dem Filter wurde aufgezeigt. Die Funktionsweise der SCR- und SNCR-Technik zur Abgasentstickung wurde ebenfalls beleuchtet.

Herr Margraf von der Firma LÜHR FILTER GmbH & Co. KG ergänzte die vorherigen Ausführungen mit seinem Vortrag „Abgasreinigung durch filternde Abscheider“. Ausgehend von den Rauchgaskühlsystemen wurden sowohl der grundsätzliche Aufbau filternder Abscheider als auch die Varianten der Abreinigungsverfahren erläutert. Die für die Filterstandzeit wichtigen Aspekte der Abreinigungsart, der Filterkonstruktion, der thermischen und chemischen Belastung der verschiedenen Filtermaterialien und Filterströmung wurden beleuchtet.

Zum Abschluss der Veranstaltung ging Herr Hummel vom Umweltbundesamt auf „Rechtliche Aspekte bei der Überwachung / Messung von Emissionen“ ein. Er informierte über die wesentlichen Inhalte der neuen Bundeseinheitlichen Praxis zur Überwachung der Emissionen. Dabei ging er auf die Validierung der Halbstundenmittelwerte ein und erläuterte die neu formulierten Klassierungen der Mittelwerte und die Sonderklassen mit umfangreichen Beispielen auch bezüglich der Systematik von Emissionsbegrenzungen. Auch er zeigte nochmals die Konsequenzen der neuen VDI 3950 auf und mahnte die Einhaltung an.

Der HVG-Fortbildungskurs wurde 2007 von insgesamt 74 Teilnehmern besucht. Davon kamen 37 aus Mitgliedshütten der HVG, weitere 15 Teilnehmer besaßen keine Anbindung an die HVG. Von Hochschulen und Universitäten nahmen 4 Studenten teil. Das Manuskript des HVG-Fortbildungskurses 2007 sowie alle vorigen können über den Buchhandel oder direkt bei der HVG-Geschäftsstelle (E-Mail: sender@hvg-dgg.de) bezogen werden. Die Veröffentlichungen zu den früheren HVG-Fortbildungskursen sind unter www.hvg-dgg.de/publikationen zusammengestellt.

4. VERÖFFENTLICHUNGEN UND VORTRÄGE

4.1 HVG-Mitteilungen

Seit 2006 werden die HVG-Mitteilungen ausschließlich in elektronischer Form vertrieben. Dieser Schritt war eine konsequente Weiterführung des Bestrebens die Dienstleistungen der HVG an moderne Informationsstrukturen anzupassen. Die HVG-Mitteilungen können jetzt als Download über die Website der HVG abgerufen werden. Im

3.3 HVG-Intensivseminar "Schwefelchemie"

Am 23. Oktober 2007 fand in der Geschäftsstelle der HVG in Offenbach erstmalig ein Intensivseminar zur Schwefelchemie statt. Schwefel ist eines der wichtigsten Elemente bei der Herstellung industrieller Gläser, sei es als Verunreinigung oder bewusst eingesetzt als Läutermittel. Eine erfolgreiche Massenglasfertigung, sei es Faser-, Float- oder Behälterglas ist ohne ausreichende Kenntnis der Schwefelchemie nicht denkbar. Das Seminar wendet sich an Techniker und Ingenieure, die auf Grund ihrer Tätigkeit in der Glasindustrie mit der Glasschmelze und Umweltschutzmaßnahmen zu tun haben.

Zu Beginn begrüßte der Geschäftsführer der HVG, Dr. Roger, die Teilnehmer. Anschließend leitete Dr. Müller-Simon mit den Grundlagen der Schwefelchemie in Glasschmelzen in die Problematik ein. Davon getrennt wurden die chemischen Reaktionen des Schwefels im Gemenge betrachtet. Das Vormittagsprogramm schloss mit einer Darstellung der in der Literatur beschriebenen Modelle zur Beschreibung der Schwefelreaktionen: Redoxzahl-Konzepte, Löslichkeiten sowie das Konzept der Sulfatsättigungstemperatur von Chopinet und Barton. Nach einem Mittagsimbiss wurde das Programm mit einer Übertragung der grundlegenden Betrachtungen auf den industriellen Betrieb fortgesetzt. Weiter wurden Strategien zur Steuerung der Sulfatläuterung, Maßnahmen zur Minimierung der Schwefelemissionen sowie Vermeidung schwefelspezifischer Produktionsstörungen behandelt. Den Abschluss des Seminars bildete ein Vortrag von Dipl.-Ing. K. Gitzhofer über die gesetzlichen Rahmenbedingungen bezüglich der Schwefelemissionen und ihr Einfluss auf die Brennstoffauswahl und die Schwefelläuterung bei der industriellen Glasherstellung.

Das Seminar besuchten 11 Teilnehmer aus der Glasindustrie. Für 2008 ist eine Wiederholung der Veranstaltung vorgesehen. Nähere Informationen sind bei der HVG-Geschäftsstelle (E-Mail: mueller-simon@hvg-dgg.de) erhältlich.

Berichtsjahr erschienen die folgenden HVG-Mitteilungen:

- 2115 Ergebnisse des AiF ZUTECH Forschungsprojektes Nr. 158 Z „Referenzwerte“ für die Glasindustrie.
- 2116 SEROX - ein synthetischer Al-Glasrohstoff.

- 2117 Einsatzmöglichkeiten der Mikro-RFA zur Glas- und Glasfehlercharakterisierung.
- 2118 Neue Simulationsmethode zur Berechnung von Heißformgebungsverfahren.
- 2119 Optimieren von Pressformen mithilfe einer schnellen numerischen 3D-Simulationsmethode.
- 2120 Messung von Temperaturen und Temperaturverteilungen im Formgebungsbereich von Behälterglasmaschinen.
- 2121 Entmischung von Gemenge, Auswirkungen auf die Schmelze und Gegenmaßnahmen.
- 2122 Digitaldruck auf Flachglas.
- 2123 Das Gefüge eines schmelzgegossenen AZS-Palisadensteines vor, während und nach dem Einsatz zur Schmelze von Glas.
- 2124 Verdünnte Verbrennung bei regenerativ beheizten Glasschmelzwannen.

4.2 HVG-Newsletter

Der HVG-Newsletter erschien 2007 im sechsten Jahr. Der HVG-Newsletter berichtet über Neuigkeiten aus HVG und DGG und versteht sich als Bindeglied zwischen den Glastechnologen vor Ort und den auf dem Server der HVG zum Download bereitstehenden Informationen. Nähere Informationen sind über mueller-simon@hvg-dgg.de erhältlich.

4.3 Publikationen der HVG

4.3.1 HVG-Fortbildungskurs

Zum Fortbildungskurs "Emissionen von Glasschmelzöfen" erschien ein gleichnamiger Manuskriptband (ISBN 978-3-921089-54-5).

4.3.2 Erarbeitung einer technisch-wirtschaftlich effizienten CO₂-Emissionshandelsstrategie unter Berücksichtigung der Fertigungsgegebenheiten am Beispiel der Flachglasproduktion. Autor: Patrick von Hagen

Mit dem vorliegenden vierten Band wird die Reihe Handbuch der Glastechnik fortgesetzt (ISBN 978-3-921089-53-8). Diese Schriftenreihe der Hütten-technischen Vereinigung der Deutschen Glasindustrie soll in der Tradition des HVG-Glashüttenhandbuchs den Stand der Technik dokumentieren und den Kolleginnen und Kollegen vor Ort

ein Werkzeug an die Hand geben, das sie bei der täglichen Arbeit unterstützt. Der vorliegende Band befasst sich mit dem hochaktuellen Thema des CO₂-Emissionshandels, wobei sowohl die technische als auch die kaufmännische Seite dieser Thematik beleuchtet werden. Auch wenn die Zusammenhänge am Beispiel der Flachglasindustrie ausgeführt werden, so lassen sie sich doch in den meisten Bereichen leicht auf andere Branchen übertragen. Die vorliegende Arbeit wurde im Juni 2007 an der RWTH Aachen als Dissertation genehmigt.

Im Rahmen dieses Themas wird zunächst das System des Emissionsrechtehandels vorgestellt. Hierzu wird ein Überblick über die Historie gegeben, die die Einführung des EU-weiten Emissionsrechtehandels zur Folge hat, bevor konkret die gesetzliche Umsetzung in der Bundesrepublik Deutschland vorgestellt wird. Da die Handhabung in der EU nicht einheitlich ist, wird zusätzlich ein vergleichender Überblick über die Umsetzung der EU-Richtlinie in verschiedenen EU-Ländern gegeben. Anschließend wird die betriebliche Umsetzung des Emissionsrechtehandels in der Bundesrepublik Deutschland anhand eines ausgewählten Unternehmens erläutert. Wichtige Punkte im Inhalt sind:

- Grundlagen und gesetzliche Rahmenbedingungen zur Reduzierung von Treibhausgasen
- Der Emissionshandel und seine betriebliche Umsetzung
- CO₂-Emissionshandel in der Flachglasindustrie an dem Praxisbeispiel Werk Stolberg
- Einflussparameter auf den CO₂-Ausstoß bei der Flachglasherstellung
- Ansatz für eine technisch-wirtschaftlich effiziente CO₂-Emissionsstrategie
- Vergleich NAP I (2005 – 2007) und NAP II (2008 – 2012)

Weitere Informationen zum Inhalt sind über www.hvg-dgg.de/publikationen/fachbuecher.html zu finden. Das Buch kosten 38 Euro und kann über das Internet oder sender@hvg-dgg.de bezogen werden.

4.3.3 Bezugsquellen

Alle genannten Publikationen können über den Buchhandel, bei der Geschäftsstelle der HVG-DGG (E-Mail: sender@hvg-dgg.de) oder online unter <http://www.hvg-dgg.de/publikationen/fachbuecher.html> bestellt werden. Eine Liste aller Publikatio-

nen der HVG ist unter www.hvg-dgg.de/publikationen zusammengestellt.

4.4 Veröffentlichungen von HVG-Mitarbeitern

Bergmann, G.:

IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14390 N
"Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am
Glastropfen – Erste Ergebnisse industrieller
Messungen".

CD: Referate der Vorträge und Poster der
81. Glastechnischen Tagung der DGG, Aachen,
4. – 6. Juni 2007. Verlag der Deutschen Glas-
technischen Gesellschaft, Offenbach, 2007

Bergmann, G.:

Messung von Temperaturen und Temperaturver-
teilungen im Formgebungsbereich von Behälter-
glasmaschinen.

CD: Referate der Vorträge und Poster der
81. Glastechnischen Tagung der DGG, Aachen,
4 – 6. Juni 2007. Verlag der Deutschen Glas-
technischen Gesellschaft, Offenbach, 2007

Müller-Simon, H.; Bauer, J.: Elektrochemische
Sensoren für Messungen in industriellen
Glasschmelzen – Stand der Technik.

CD: Referate der Vorträge und Poster der
81. Glastechnischen Tagung der DGG, Aachen,
4 – 6. Juni 2007. Verlag der Deutschen Glas-
technischen Gesellschaft, Offenbach, 2007

Müller-Simon, H.; Bauer, J.:

Elektrochemische Sensoren für Messungen in
industriellen Glasschmelzen – Stand der Technik.
dgg journal 6 (2007) Nr. 4

Gitzhofer, K.:

Abatement of gaseous boron compounds from
glass melting furnaces.

Proceedings XXI. International Congress on
Glass,
Strasbourg, Juli 2007

Fleischmann, B.:

Determination of the Heat Transfer in the
Combustion Chamber of Glass Furnaces –
IGF/AiF Research Project No. 80 ZN.
Proceedings XXI. International Congress on Glass
Strasbourg, Juli 2007

Müller-Simon, H.:

Sulfur chemistry in industrial glass production –
Description models and measuring results.

Proceedings XXI. International Congress on
Glass,
Strasbourg, Juli 2007

Bergmann, G.:

Messung von Temperaturen und Temperaturver-
teilungen im Formgebungsbereich von Behälter-
glasmaschinen.

HVG-Mitteilung Nr. 2120, August 2007

Fleischmann, B.:

Direct heat transfer in the combustion chamber of
gas fired glass furnaces (IGF/AiF No. 80ZN).
Proceedings 14. Elektroschmelztagung,
Budweis, 10. – 12. September 2007

Fleischmann, B.:

A travel through time in a soldier block – the
microstructure of fused cast AZS materials before
and during use for glass melting.

Proceedings UNITECR 2007,
Dresden, 18. – 21. September 2007

Gitzhofer, K.:

Kalibriermessungen nach der aktuellen VDI-Richt-
linie 3950.

In: HVG-Fortbildungskurs 2007: Emissionen von
Glasschmelzöfen.

Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesell-
schaft, Offenbach 2007

Gitzhofer, K.:

Emissionen von Glasschmelzöfen.

In: HVG-Fortbildungskurs 2007: Emissionen von
Glasschmelzöfen.

Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesell-
schaft, Offenbach 2007

Bergmann, G.:

Akkreditierung nach DIN EN 17025:2005

In: HVG-Fortbildungskurs 2007: Emissionen von
Glasschmelzöfen. Verlag der Deutschen Glas-
technischen Gesellschaft, Offenbach 2007

Petermann, U.:

Emissionsmessungen

In: HVG-Fortbildungskurs 2007: Emissionen von
Glasschmelzöfen. Verlag der Deutschen Glas-
technischen Gesellschaft, Offenbach 2007

Rühl, F.:

Laboranalysen

In: HVG-Fortbildungskurs 2007: Emissionen von
Glasschmelzöfen. Verlag der Deutschen Glas-
technischen Gesellschaft, Offenbach 2007

Fleischmann, B.:

Das Gefüge eines schmelzgegossenen AZS-
Palisadensteines vor, während und nach dem
Einsatz zur Schmelze von Glas.

HVG-Mitteilung Nr. 2123,
Dezember 2007

4.5 Vorträge von HVG-Mitarbeitern

Müller-Simon, H.:

Untersuchungen zum Einbindungsgrad
verschiedener Selenträger.

HVG-Beiratssitzung,
Offenbach, 13. März 2007

- Gitzhofer, K.:
Auswirkungen der neuen VDI-Richtlinie 3950 –
Qualitätssicherung für automatische Mess- und
elektronische Auswertesysteme.
Fachausschuss VI der DGG,
Ilmenau, 20. März 2007
- Müller-Simon, H.:
Untersuchungen zum Einbindungsgrad
verschiedener Selenträger.
Fachausschuss III der DGG,
Ilmenau, 20. März 2007
- Fleischmann, B.:
Quantitative Spektroskopie.
Unterausschuss Glasanalyse,
26. April 2007
- Bergmann, G.:
IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14390 N
"Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am
Glastropfen – Erste Ergebnisse industrieller
Messungen".
81. Glastechnische Tagung,
Aachen, 5. Juni 2007
- Fleischmann, B.:
Energieeinsparungspotential bei modernen
Wannen in Deutschland - Wärmebilanzen als
Hilfswerkzeug -.
81. Glastechnische Tagung,
Aachen, 5. Juni 2007
- Müller-Simon, H.:
Elektrochemische Sensoren für Messungen in
industriellen Glasschmelzen – Stand der Technik -
81. Glastechnische Tagung,
Aachen, 6. Juni 2007
- Bergmann, G.:
Messung von Temperaturen und Temperaturver-
teilungen im Formgebungsbereich von Behälter-
glasmaschinen
81. Glastechnische Tagung,
Aachen, 5. Juni 2007
- Müller-Simon, H.:
Einsatz elektrochemischer Sensoren zur
Unterstützung des Glasschmelzprozesses.
Inst. für Glashüttenkunde der RWTH,
Aachen, 28. Juni 2007
- Fleischmann, B.:
Determination of the Heat Transfer in the
Combustion Chamber of Glass Furnaces - AiF
Research Project No. 80 ZN.
Int. Congr. on Glass,
Strasbourg, 3. Juli 2007
- Müller-Simon, H.:
Sulfur chemistry in industrial glass production –
Description models and measuring results -.
Int. Congr. on Glass,
Strasbourg, 3. Juli 2007
- Fleischmann, B.:
Direct heat transfer in the combustion chamber of
gas fired glass furnaces (AiF No. 80ZN).
14. Conf. on electric and other highly efficient
methods of glass melting,
Budweis, 12. September 2007
- Fleischmann, B.:
A travel through time in a soldier block: The
microstructure of fused cast AZS materials
(before, during and after use for glass melting).
10. Unified Int. Techn. Conf. on Refractories,
Dresden, 19. September 2007
- Gitzhofer, K.:
Research activities of HVG on the area of the air
pollution control.
TC 13 der ICG,
Paris, 25./26. September 2007
- Gitzhofer, K.:
Quarzfeinstaubemissionen (IGF/AiF-Nr. 14269 N)
und Emissionen von Borverbindungen im Abgas
von Glasschmelzwannen (IGF/AiF-Nr. 13419 N)
Fachausschuss VI der DGG,
Würzburg, 9. Oktober 2007
- Bergmann, G.:
Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am
Glastropfen – Ergebnisse des industriellen
Einsatzes (IGF/AiF-Forschungsvorhaben
Nr. 14390 N)
Fachausschuss IV der DGG,
Würzburg, 11. Oktober 2007
- Fleischmann, B.:
Zeitreise in einem AZS Palisadenstein: Das
Gefüge eines schmelzgegossenen AZS-Steines
(vor, während und nach dem Einsatz zum
Schmelzen von Glas).
Fachausschuss II/III,
Wetro, 17. Oktober 2007
- Müller-Simon, H.:
Schwefelchemie in industriellen Glasschmelzen –
Intensivseminar der HVG.
Offenbach, 23. Oktober 2007
- Bergmann, G.:
Akkreditierung nach DIN EN 17025:2005
HVG-Fortbildungskurs 2007
Offenbach, 19. November 2007
- Gitzhofer, K.:
Kalibriermessungen nach der aktuellen VDI-Richt-
linie 3950.
HVG-Fortbildungskurs 2007
Offenbach, 19. November 2007
- Gitzhofer, K.:
Emissionen von Glasschmelzöfen.
HVG-Fortbildungskurs 2007
Offenbach, 19. November 2007

Petermann, U.:
Emissionsmessungen.
HVG-Fortbildungskurs 2007
Offenbach, 19. November 2007

Rühl, F.:
Laboranalysen
HVG-Fortbildungskurs 2007
Offenbach, 19. November 2007

5. UNTERSUCHUNGEN IM AUFTRAG

5.1 Umweltschutz

Im Jahr 2007 wurden von der HVG im Bundesgebiet an 23 Messstellen Emissionsmessungen nach § 28 BImSchG durchgeführt. An 24 Mess-einrichtungen (88 Messgeräte) wurden Funktionsprüfungen/Kalibriermessungen bzw. Parametrierungen des Messwertrechners ausgeführt. Die Akkreditierung der Messstelle der HVG nach DIN EN ISO / IEC 17025:2005 führte zu einer Zunahme von Anfragen aus dem angrenzenden Ausland. Im Jahr 2007 wurde Emissionsmessungen in Frankreich, Lettland und Polen durchgeführt. Zusätzlich fanden Emissionsmessungen im Rahmen von Forschungsaktivitäten (Quarzfeinstaub- und Boremissionen) statt.

Bei den Emissionsmessungen nach § 28 BImSchG handelt es sich um Messungen, die nach den Bestimmungen der TA-Luft alle drei Jahre zu wiederholen sind. Als Emissionskomponenten werden überwiegend Gesamtstaub und der partikelförmige und filtergängige Anteil der Staubinhalstoffe sowie SO₂, SO₃, CO, CO₂, HCl und HF gemessen. In Ausnahmefällen wird auch NH₃ bestimmt.

Funktionsprüfungen sind jährlich durchzuführen, Kalibrierung mussten bislang im Abstand von 5 Jahren durchgeführt werden. Zukünftig wird nach den Vorgaben der aktuellen VDI-Richtlinie 3950:2006 der Kalibrierrhythmus auf 3 Jahre herabgesetzt und bei den jährlichen Funktionsprüfungen wird die Kalibrierfunktion des Analysators durch mindestens 5 Vergleichsmessungen mit Standardreferenzverfahren (SRM) überprüft. Dies geschieht anhand einer Variabilitätsprüfung und einer zusätzlichen Überprüfung der Einhaltung maximal zulässiger Messunsicherheiten. Falls die Qualitätsanforderungen nicht erfüllt werden, müssen die Ursachen umgehend behoben oder innerhalb eines halben Jahres eine neue Kalibrierung durchgeführt werden.

4.6 Lehrtätigkeit

Herr Dr.-Ing ROGER hielt im Wintersemester 2006/2007 und im Wintersemester 2007/2008 am Institut für Keramik, Glas- und Baustofftechnik der TU Bergakademie Freiberg Vorlesungen zum Thema „Formgebungsprobleme in der Behälterglasindustrie“. Die Sondervorlesung wurde mit einer eintägigen Exkursion zu einem Fernsehglashersteller bzw. Altglasaufbereiter, einem Behälterglashersteller und einem Zulieferunternehmen für die Glasindustrie abgerundet.

Bei allen Emissionsmessungen müssen vom Messinstitut und dem Anlagenbetreiber die Vorgaben der neuen DIN EN 15259 "Luftbeschaffenheit – Messung von Emissionen aus stationären Quellen – Anforderungen an Messstrecken und Messplätze und an die Messaufgabe, den Messplan und den Messbericht; Deutsche Fassung EN 15259:2007" beachtet werden. Dieses Dokument ersetzt die VDI-Richtlinie 4200:2000 "Durchführung von Emissionsmessungen an geführten Quellen". Die konsequenten Umsetzungen der neuen Anforderungen beanspruchen einen Mehraufwand bei der Vorbereitung der Messungen sowie bei der Probenahme vor Ort. Insbesondere der Nachweis der Homogenität des Abgases an der Messstelle ist zeitaufwendig.

In der DIN EN 15259:2007 werden konkrete Anforderungen an Messstrecken, Messöffnungen und Messplätze gemacht. Am Probenahmeort muss für die Durchführung einer repräsentativen Probenahme ein geordnetes (turbulentes) Strömungsprofil ohne Drall und Rückströmung vorliegen. Lokale negative Strömungen dürfen nicht auftreten. Erfahrungsgemäß sind die Anforderungen im Allgemeinen in geraden Kanalabschnitten mit einer Einlaufstrecke von fünf hydraulischen Durchmessern vor der Probenahmestelle und zwei hydraulischen Durchmessern hinter der Probenahmestelle erfüllt.

Es sind in der Regel mindestens zwei Messöffnungen (3" Größe) auf zwei zueinander senkrecht stehenden Achsen einzurichten (Durchführung von Netzmessungen). Zusätzlich sind eventuell weitere Messöffnungen (z.B. 2" Größe) für die Messung weiterer Messgrößen (z. B. Strömungsgeschwindigkeit, Temperatur, Feuchte) in der gleichen Probenahmeebene einzurichten. Alle Probenahmeöffnungen müssen ohne Behinderungen zugänglich sein und das Einbringen von längeren Probenamesonden ermöglichen. Messbühnen müssen über eine ausreichende Arbeits-

fläche verfügen. Für die Durchführung von Probenahmen sind ausreichend bemessene und abgesicherte Elektroanschlüsse zu installieren.

Neben den Emissions- und Kalibriermessungen wurden 4 Emissionsprognosen bzw. gutachtliche Stellungnahmen angefertigt. Im Vordergrund stand dabei die Ableitung von Emissionsbegrenzungen nach der TA-Luft 2002 für unterschiedliche Glasschmelzanlagen. Es handelte sich dabei um Anlagen zum Schmelzen von Farbglasfritten, um schwerölbefeuerte Hohlglaswannen sowie um Anlagen zur Produktion pharmazeutischer Glasbehälter. In der Regel wurden die Gutachten durch Berechnungen der Schornsteinhöhe untermauert.

Außerdem wurde für den Bundesverband der Glasindustrie BV-GLAS eine Studie zur Gegenüberstellung und Bewertung von NO_x -Minderungsmaßnahmen und der Oxy-Fuel-Technologie erstellt.

5.2 Glastechnologie

Im Bereich Glastechnologie findet der überwiegende Teil der Messungen im Rahmen von Forschungsvorhaben statt. Über diese wird im Abschnitt 7 ausführlich berichtet.

Ein seit vielen Jahren aktuelles Thema sind polyvalente Elemente und ihr Oxidationszustand in industriell hergestellten Gläsern. Polyvalente Elemente beeinflussen maßgeblich die Eigenschaften und den Herstellungsprozess industriell erschmolzener Gläser. Die Randbedingungen der heutigen Glasproduktion, die Forderung nach sehr guter Reproduzierbarkeit von Eigenschaften auf der einen und schwankende Rohstoffeigenschaften durch möglichst umfassendes Recycling auf der anderen Seite, erfordern eine zeitgemäße Kontrolle des Oxidationszustandes durch eine kontinuierliche Online Messung. Der bei der HVG entwickelte elektrochemische Redoxsensor bietet diese Möglichkeit. Der Sensor befindet sich nach wie vor im Entwicklungsstadium. Diese Entwicklung wird von der glasherstellenden Industrie mit Interesse verfolgt und es werden im Auftrag von Hütten regelmäßig Messeinsätze zur Demonstration durchgeführt. Diese Messeinsätze bieten neben der Information für den Kunden auch die Möglichkeit, die Messanordnung weiter zu entwickeln (s. Kap. 7.2). Im Berichtsjahr wurde eine Installation in einer Behälterglaswanne betreut.

6. BERATUNGSTÄTIGKEIT UND MITARBEIT IN AUSSCHÜSSEN

Neben dem Angebot von Serviceleistungen werden von HVG-Mitarbeitern telefonische und schriftliche Anfragen aus den unterschiedlichsten Bereichen der Industrie oder von Behörden be-

Das Hauptinteresse bei diesen Messeinsätzen liegt zur Zeit bei der kontinuierlichen Messung der Schwefelkonzentration.

Im Bereich der Schwefelproblematik überschneiden sich die Bereiche Umweltschutz und Glasschmelztechnologie. Waren in früheren Jahren hauptsächlich die Minderungstechnologien im Mittelpunkt der Betrachtungen, so verschiebt sich heute die Aufmerksamkeit mehr und mehr in Richtung Schmelztechnologie. In diesem Sinne wurde für eine Glashütte an einer Oxy-Fuel-Wanne eine Schwefelbilanz erstellt, an Hand derer Maßnahmen ergriffen werden können, um die Schwefelemissionen zu minimieren. Die größte Schwefelabgabe erfolgt über die Verdampfung als Natriumsulfat. Diese staubförmigen Emissionen werden in einer ausreichend dimensionierten Filteranlage abgeschieden und können dem Gemenge wieder zugegeben werden. Problematischer ist die gasförmige Schwefelabgabe als SO_2 oder SO_3 , die über eine Sorptionsstufe wieder eingebunden werden muss. Es gibt drei maßgebliche Reaktionen im Glasschmelzprozess, die eine Abgabe von gasförmigen Schwefelspezies, hauptsächlich SO_2 , bewirken: Die Natrium-Sulfat-Zersetzung infolge der Silicatbildung, die Redoxreaktion mit reduzierenden Komponenten im Gemenge sowie die Freisetzung von Läuergas bei höheren Temperaturen. Insbesondere beim Einsatz von Recyclingscherben zeigt sich, dass durch einen ungünstigen Redoxzustand eine hohe SO_2 -Freisetzung provoziert wird.

Im Berichtsjahr wurden zwei Anfragen an die HVG gerichtet, die die Läuterung von Wirtschaftsglas betreffen. Während Wirtschaftsgläser früher ausschließlich mit Arsen oder Antimon geläutert wurden, findet man heute zunehmend eine kombinierte Antimon-Sulfat-Läuterung. Diese funktioniert jedoch nur unter ausreichend reduzierender Einstellung, was häufig nicht berücksichtigt wird. Im vorliegenden Fall wurden Vorschläge zu einer Gemengeänderung gemacht. Ein weiterer wichtiger Punkt bezüglich der Läuterung ist die Temperaturcharakteristik des Schmelzprozesses. Hier muss darauf geachtet werden, dass sich das Läuergas nicht zu frühzeitig versetzt, d. h. das Läuersystem muss so gewählt werden, dass nach Abschluss der Rauschmelze noch ein genügendes Gasvolumen freigesetzt werden kann.

antwortet. Aufgrund ihres Fachwissens sind die Mitarbeiter der HVG auch beratend in Gremien wissenschaftlicher und öffentlicher Einrichtungen tätig.

Eine besonders enge Zusammenarbeit verbindet die HVG satzungsgemäß mit der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft (DGG). So betreuen die Mitarbeiter der HVG einen Teil der Fachausschüsse der DGG durch die Vorbereitung der Tagesordnung. Ebenso wird die Arbeit der Bibliothek und der Redaktion der Zeitschriften *European Journal of Glass Science and Technology* und *dgg journal* fachlich unterstützt.

Aufgrund der Mitgliedschaft in der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen "Otto von Guericke" e.V. (AiF) begleitet die HVG auch die Durchführung von Forschungsarbeiten an den externen Forschungseinrichtungen. Neben der Mitarbeit in den projektbegleitenden Arbeitsgruppen wird die Abhaltung von Arbeitsgruppensitzungen organisatorisch unterstützt.

HVG und DGG widmen sich traditionell in besonderem Maße der internationalen Zusammenarbeit. So gehört die DGG sowohl zu den Gründungsmitgliedern der International Commission on Glass (ICG) als auch der European Society of Glass Science and Technology (ESG). In beiden Organisationen sind Mitarbeiter der HVG in die Organisation und Arbeit der technischen Arbeitsgruppen eingebunden.

6.1 Arbeit in übergeordneten Organisationen

Durch die Mitgliedschaft der HVG bzw. DGG in übergeordneten Organisationen wie AiF, ICG oder ESG ist die Geschäftsführung auch in deren Gremien tätig. Der Geschäftsführer der HVG, Dr. U. ROGER, ist Mitglied in den folgenden Gremien:

- Mitglied des Council und des Steering Committee der ICG
- Mitglied des Council und des Steering Committee der ESG
- Mitglied des Wissenschaftlichen Rates der AiF
- Regional Editor von *Glass Technology* - *European Journal of Glass Science and Technology Part A*

6.2 Umweltschutz

Die Beratungstätigkeit im Bereich Umweltschutz umfasst neben der Mitwirkung an Genehmigungsverfahren auch die Beantwortung von Anfragen von Behörden und Verbänden. Mitarbeiter der HVG sind in den folgenden Gremien im Bereich Umweltschutz tätig:

BERGMANN:

- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14269 N "Untersuchungen zur Quarzfeinstaubemission von Glasschmelzöfen".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14791 N "Minderung gasförmiger Borverbindungen von Glasschmelzöfen".
- Mitglied im Fachausschuss VI "Umweltschutz" der DGG.
- Mitglied des Umweltausschusses des Bundesverbandes der Glasindustrie e. V. BV Glas.

GITZHOFFER:

- Koordination des Fachausschusses VI "Umweltschutz" der DGG
- Mitglied des TC 13 "Environment" der ICG
- Mitglied des Umweltausschusses des Bundesverbandes der Glasindustrie e. V. BV Glas
- Mitglied der Arbeitsgruppe "Messen von NO_x/SO₃" der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN
- Mitglied der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14269 N "Untersuchungen zur Quarzfeinstaubemission von Glasschmelzöfen"
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15193 N "Vermeidung von natriumhaltigen, aggressiven flüssigen Kondensaten bei der Abgasreinigung hinter Glasschmelzwanen"
- Mitglied der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14791 N "Minderung gasförmiger Borverbindungen von Glasschmelzöfen"

MÜLLER-SIMON:

- Mitglied der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14791 N "Minderung gasförmiger Borverbindungen von Glasschmelzöfen"

PETERMANN:

- Mitglied im Fachausschuss VI "Umweltschutz" der DGG

ROGER:

- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14269 N "Untersuchungen zur Quarzfeinstaubemission von Glasschmelzöfen".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14791 N "Minderung gasförmiger Borverbindungen von Glasschmelzöfen".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15193 N "Vermeidung von natriumhaltigen aggressiven flüssigen Kondensaten bei der Abgasreinigung hinter Glasschmelzwannen".

RÜHL:

- Mitglied im Fachausschuss VI "Umweltschutz" der DGG

6.3 Glastechnologie

Im Berichtsjahr wurden wieder über 200 Anfragen sowohl von HVG-Mitgliedern als auch von Glasherstellern (Hohlglas, Wirtschaftsglas, Faserglas) und Zulieferfirmen (Rohstoffe, Maschinen), die nicht der HVG als Mitglied angehören, sowie von Hochschulinstituten, Behörden und Privatpersonen beantwortet. Naturgemäß befasst sich ein großer Teil der Anfragen mit den Eigenschaften von Glas oder mit technologischen Problemstellungen. Viele Fragen lassen sich direkt im Gespräch beantworten. Gegebenenfalls werden die Anfragen an die Bibliothek der DGG oder an Experten in anderen Verbänden, Instituten oder Industriebetrieben weitergeleitet.

Werden im Zusammenhang mit Schadensfällen Gutachter gesucht, so können in der Regel geeignete Personen benannt werden. In diesem Zusammenhang sind auch Anfragen aus dem Kundenkreis der Glasindustrie zur Festigkeit von Glas zu sehen, bei denen meist mit der Angabe der einschlägigen Literatur weitergeholfen werden kann. Bei Anfragen aus der Architektur und dem Bauglasbereich kehrt das Thema Festigkeit immer wieder im Zusammenhang mit der Machbarkeit von Projekten.

Breiten Raum nehmen die Anfragen aus dem Hochschulbereich ein, meist im Zusammenhang mit der Erstellung von Studien- oder Diplomarbeiten. Solche Anfragen kommen nicht nur von

technisch-wissenschaftlichen Fakultäten, sondern auch aus dem Bereich Wirtschaft. Nach Herstellern spezieller Glasprodukte oder Spezialgläser wird ebenfalls regelmäßig gefragt.

Mitarbeiter der HVG sind im Bereich Glastechnologie in den folgenden Gremien tätig:

BAUER:

- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15015 N "Verbesserung des direkten Wärmeintrags in die Glasschmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten".

BERGMANN:

- Koordination des Fachausschusses IV "Glasmaschinentechnik und Formgebung" der DGG.
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14390 N "Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am Glastropfen".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14850 BG "Untersuchung der Wechselwirkung der bei der Glasformgebung eingesetzten Schmiermittel mit dem Formenmaterial und der Glasoberfläche sowie deren Einfluss auf den Wärmetransport".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15223 N "Nutzung der Verteilerrinnen von IS-Maschinen für die thermische Konditionierung von Glastropfen".

FLEISCHMANN:

- Koordination des im Fachausschusses II "Ofenbau und Wärmewirtschaft - Feuerfeste Baustoffe" der DGG
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben ZUTECH Nr. 181 ZN "Echtzeit-Lasersensoren zur Optimierung industrieller Verbrennungsprozesse".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15015 N "Verbesserung des direkten Wärmeintrags in die Glasschmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten".

MÜLLER-SIMON:

- Koordination des Fachausschusses III "Glasrohstoffe und Glasschmelze" der DGG
- Mitglied im Fachausschuss IV "Glasmaschinentechnik und Formgebung" der DGG
- Obmann des Unterausschusses "Sauerstoffaktivitätsmessung" des Fachausschusses III "Glasrohstoffe und Glasschmelze" der DGG
- Mitglied des TC 14 "Gases in Glass" der ICG
- Mitglied des TC 22 "Electrochemical Behaviour of Glass Melts" der ICG
- Mitglied im Unterausschuss "Glasrecycling" der Fachausschüsse III "Glasrohstoffe und Glasschmelze" und IV "Glasmaschinentechnik und Formgebung" der DGG
- Mitglied der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14390 N "Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am Glastropfen"
- Mitglied der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14850 BG "Untersuchung der Wechselwirkung der bei der Glasformgebung eingesetzten Schmiermittel mit dem Formenmaterial und der Glasoberfläche sowie deren Einfluss auf den Wärmetransport"

Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15223 N "Nutzung der Verteilerrinnen von IS-Maschinen für die thermische Konditionierung von Glastropfen"

ROGER:

- Mitglied im Unterausschuss "Glasrecycling" der Fachausschüsse III "Glasrohstoffe und Glasschmelze" und IV "Glasmaschinentechnik und Formgebung" der DGG
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14406 N "Rheologische Eigenschaften von Gemenge und Rauschmelze".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben ZUTECH Nr. 181 ZN " Echtzeit-Lasersensoren zur Optimierung industrieller Verbrennungsprozesse".
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr.

14390 N "Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am Glastropfen".

- Mitglied im projektbegleitenden Ausschuss zum IGF/FTG/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14414 N „Fügen von Glas und Metallbauteilen mittels Laserstrahlung“ (GLAME)
- Mitarbeit im Technischen Ausschuss der Forschungsgemeinschaft Technik und Glas e. V. (FTG)
- Mitarbeit in der Arbeitsgruppe des AGV „Zukunftsforschung: Techniker und Ingenieure für die deutsche Glasindustrie“
- Mitarbeit in der Arbeitsgruppe zur Gründung "Materialwissenschaft und Werkstofftechnik" (BV Mat Werk)
- Mitarbeit in der Arbeitsgruppe zur Gründung „Studententag Materialwissenschaft und Werkstofftechnik (SMW)“
- Mitglied der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14850 BG "Untersuchung der Wechselwirkung der bei der Glasformgebung eingesetzten Schmiermittel mit dem Formenmaterial und der Glasoberfläche sowie deren Einfluss auf den Wärmetransport"
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15015 N "Verbesserung des direkten Wärmeeintrags in die Glasschmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten"
- Mitglied in der projektbegleitenden Arbeitsgruppe zum IGF/AiF-Forschungsvorhaben Nr. 15223 N "Nutzung der Verteilerrinnen von IS-Maschinen für die thermische Konditionierung von Glastropfen"

RÜHL:

- Mitglied im Unterausschuss "Glasanalyse" des Fachausschusses I "Physik und Chemie des Glases" der DGG

SCHNEIDER:

- Mitglied im Unterausschuss "Glasanalyse" des Fachausschusses I "Physik und Chemie des Glases" der DGG

WESSEL:

- Mitglied im Unterausschuss "Glasanalyse" des Fachausschusses I "Physik und Chemie des Glases" der DGG

7. EIGENE FORSCHUNGSVORHABEN

Die HVG ist Mitglied der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen "Otto von Guericke" e. V. (AiF). Die AiF fördert mit Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie (BMWi) die vorwettbewerbliche industrielle Gemeinschaftsforschung (IGF). Die der HVG hierdurch zur Verfügung stehenden Mittel werden zum einen für Forschungsvorhaben verwendet, die bei der HVG durchgeführt werden. Diese Forschungsvorhaben sind in Abschnitt 7.1 zusammengestellt. Zum anderen werden Fördermittel, die die HVG über die AiF erhält, für die in Abschnitt 8. zusammengestellten an Hochschulen und anderen Forschungsinstituten durchgeführten Projekte aufgewendet. Im Berichtsjahr wurde außerdem vom Umweltbundesamt (UBA) ein Vorhaben gefördert, das von der HVG bearbeitet wurde, sowie ein durch das BMWi im Rahmen InnoNet gefördertes Projekt.

Neben den öffentlich geförderten Forschungsvorhaben werden bei der HVG auch Forschungsprojekte mit Eigenmitteln durchgeführt (Abschnitt 7.2). In Abschnitt 7.3 wird über Vorarbeiten zu geplanten Projekten berichtet.

7.1 Mit öffentlichen Mitteln geförderte Forschungsvorhaben

Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am Glastropfen (IGF/AiF-Nr. 14390 N)

Dieses Forschungsvorhaben wird gemeinsam vom Fraunhofer-Institut für Silicatforschung (ISC) in Würzburg und der HVG durchgeführt. Die Federführung hat das ISC. Ein Zwischenbericht ist in Kapitel 8 zu finden.

Echtzeit-Lasersensoren zur Optimierung industrieller Verbrennungsprozesse (IGF/AiF-FV Nr. 181 ZN/4)

Dieses Forschungsvorhaben wird im Rahmen des ZUTECH-Programms gefördert. Es wird gemeinschaftlich von Institut für Nichtmetallische Werkstoffe, TU Clausthal (Prof. Dr.-Ing. J. Deubener), dem Institut für Physik und Physikalische Technologien (IPPT), TU Clausthal, (Prof. W. Schade), dem Gas-Wärme-Institut (GWI), Essen (Dr. A. Scherello) und der Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen Glasindustrie (HVG), Offenbach (Dipl.-Ing. B. Fleischmann) durchgeführt. Die Federführung hat das Institut für Nichtmetallische Werkstoffe, TU Clausthal. Der Zwischenbericht findet sich in Kapitel 8.

Untersuchungen zur Quarzfeinstaubemission von Glasschmelzöfen - Messtechnik, Einflussgrößen und Minderungspotentiale (IGF/AiF-Nr. 14269 N)

Quarzfeinstaubemissionen, also kristallines SiO₂ in Form von Quarz und Cristobalit aus geführten Quellen können bis zu Abgastemperaturen von maximal 120 °C mit Zellulosenitrat- und bis zu 180 °C mit Zelluloseacetatfiltern als Abscheidemedium für Partikel mit einer Korngröße unterhalb von 4 µm abgeschieden werden. Neben diesen Membranfiltern eignen sich auch Tiefenfilter aus Papier zur Abscheidung des PM₄-Feinkornanteils. Die Porosität der genannten Filtermaterialien darf gewisse Schwellenwerte nicht unterschreiten, um vorgegebene Volumenströme innerhalb der Messapparatur aufrecht erhalten zu können. Zu große Porositäten reduzieren den Wirkungsgrad der Staubabscheidung. Die Fraktionierung erfolgt nach dem Strömungstrennverfahren mit einem Kaskadenimpaktor vom Typ Johnas II mit einer validierten PM₄-Düsenplatte. Die Veraschung der genannten Filter und die im Arbeitsschutz bewährten Analyseverfahren auf kristalline Kieselsäure z.B. mittels Röntgendiffraktometrie sind unproblematisch. Bei Abgastemperaturen oberhalb von 180 °C muss beim Einsatz der aufgeführten Filter eine Messanordnung eingesetzt werden, bei der die Abscheidung der PM₄-Fraktion außerhalb des Abgaskanals bei niedrigeren Temperaturen erfolgt.

Parallel zur Entwicklung der PM₄-Stufe für den Kaskadenimpaktor wurde das Abscheideverhalten eines temperaturbeständigen Edelfahlfaserfiltermaterials validiert und, nach Aufschluss in Königswasser und der Überführung der Probe auf ein Silberfilter, röntgenographisch mittels XRD-Analyse eine lineare Kalibrierfunktion nachgewiesen. Damit steht ein einfach handelbares Insitu-Messverfahren zur Verfügung.

Die Edelfahlfaserfilter sind allerdings mit dem Problem behaftet, dass sie bei den vorherrschenden Abgastemperaturen von bis zu 400 °C und den Abgasrandbedingungen in der Glasindustrie ohne Staubbeaufschlagung deutliche Gewichtszunahmen und Korrosionserscheinungen aufweisen und damit die Bestimmung einer Staubmasenkonzentration nicht erlauben. Anfängliche Ungereimtheiten bei Labor- und Feldversuchen hinsichtlich der Analysenergebnisse zwischen beaufschlagten Zellulosenitrat- und Edelfahlfaserfiltern konnten weitgehend aufgeklärt werden.

Klärungsbedarf besteht weiterhin bei der Ermittlung des PM4-Cristobalitanteils.

Die Konzentrationen an Quarzfeinstaub im Reingas von Glasschmelzwannen liegen zum Teil deutlich unterhalb des sich in der Diskussion befindenden Grenzwertes von 1 mg/m^3 , in vielen Fällen liegen die Konzentrationen unterhalb der analytischen Nachweis- oder Bestimmungsgrenzen.

Das Ziel des Forschungsvorhabens wurde erreicht.

Nähere Informationen über gitzhofer@hvg-dgg.de

Minderung gasförmiger Borverbindungen von Glasschmelzöfen (IGF/AiF-FV Nr. 14791 N)

Bei borhaltigen Gläsern muss man im Abgas neben den staubförmigen Borverbindungen auch mit einem gasförmigen Anteil rechnen. Bei alkaliarmen und alkalifreien Gläsern dominiert der gasförmige Boranteil. Die Abscheidung gasförmiger Borverbindungen lässt sich mit herkömmlichen Abgasreinigungstechniken in Form von Elektrofilteranlagen oder Gewebefiltern, jeweils mit vorgeschalteter Trockensorption, nur unzureichend realisieren.

Aufbauend auf einem im Jahr 2005 abgeschlossenen Forschungsvorhaben, in dem an 18 Glasschmelzöfen Untersuchungen zur Emission staub- und gasförmiger Borverbindungen durchgeführt wurden, werden in dem Folgevorhaben neben der Überprüfung der Leistungsfähigkeit vorhandener Sorptionsstufen mit speziellen Sorptionsmitteln, dem Einfluss einer zusätzlichen Wassereindüsung bzw. der Eindüsung alkalischer Lösungen insbesondere das Minderungspotential an gasförmigen Borverbindungen durch die Installation einer Hochtemperatursorptionsstufe untersucht. Hierzu wurde eine mobile Dosieranlage angeschafft und mit geeigneten Fördereinrichtungen ausgestattet, die das Eindüsen fein gemahlener Glasrohstoffe (z. B. Soda, Kalkstein, Dolomit, ...) in den heißen Abgasstrom hinter dem Oberofen erlaubt.

Die Aktivitäten werden durch thermochemische Berechnungen mit dem Programm "Factsage" im Vorfeld und während der Messungen begleitet. Danach können sich aus staubförmigen Borverbindungen im Abgas gasförmige Verbindungen beim Abkühlen bilden, was in einigen Fällen auch messtechnisch belegt werden konnte.

Als effektives Sorptionsmittel zur Heißsorption kristallisierten sich Soda und Natriumbicarbonat heraus. Mit Minderungsraten von mehr als 80 % ist es gelungen, eine sichtbare Abgasfahne zu vermeiden. Kalksteinmehl und Dolomit zeigten nur mäßige Minderungsraten, Sand oder Nephelin gar

vernachlässigbare Reduktionsraten. Sehr wirkungsvoll ist auch das Quenchen des Abgases mit Sodalösung, die bei Abgastemperaturen von etwa 700 °C zudosiert wird. Die Versuche wurden an einer konventionell beheizten E-Glaswanne mit rekuperativer Luftvorwärmung gewonnen.

Weitere Minderungsversuche mit Soda als Heißsorptionsmittel wurden an einer Oxy-Fuel-Wanne zur Produktion von E-Glas durchgeführt. Während im Ausgangszustand mit der vorhandenen Abgasreinigungstechnik lediglich 10 % Minderung an gasförmigen Borverbindungen nachweisbar waren, konnte durch die Heißsorption die Minderungsrate auf bis zu 98 % gesteigert werden.

Geplant sind weitere Forschungsaktivitäten im Abgas einer oxy-fuel-befeuerten Spezialglaswanne mit Gewebefilter, ausführliche thermochemische Berechnungen und Einschmelzversuche mit anfallendem Filterstaub.

Nähere Informationen über gitzhofer@hvg-dgg.de

Untersuchung der Wechselwirkung der bei der Glasformgebung eingesetzten Schmiermittel mit dem Formenmaterial und der Glasoberfläche sowie deren Einfluss auf den Wärmetransport (IGF/AiF-FV Nr. 14850 BG)

Dieses Forschungsvorhaben wird gemeinsam vom Institut für Keramik, Glas und Baustofftechnik (IKGB) der TU Bergakademie Freiberg (Prof. Dr. H. Hessenkemper) und der HVG unter der Federführung des IKGB bearbeitet. Ein Zwischenbericht ist in Kapitel 8 zu finden.

Verbesserung des direkten Wärmeeintrages in die Glasschmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten (IGF/AiF-Nr. 15015 N)

2. Forschungsstelle: Gas-Wärme-Institut (GWI), Essen, Dr. H. Hüppelshäuser,

Im Rahmen des Forschungsvorhabens „Verbesserung des direkten Wärmeeintrages in die Glasschmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten (Spektral 2)“ mit der IGF/AiF-Nr. 15015N wurden im Berichtsjahr mehrere Messungen mit dem Spektralradiometer von Seiten der HVG durchgeführt. Dabei wurden Messungen an einer Sauerstoff-Brennstoff-beheizten Wanne und einer Schweröl-befeuerten Wanne vorgenommen. Der Langzeittest für die Anwendung von Sekundärgas an einer Gas-befeuerten Wanne wurden durch Messungen und in Gesprächen mit dem Glashersteller vorbereitet. Ziel des Forschungsvorhabens ist es, den Energieeintrag optimal an die Bedürfnisse und Gegebenheiten im Wannenofen anzupassen.

sen und dabei den Ausstoss an NO_x mit Hilfe der primären Maßnahmen zu senken.

Von Seiten des GWI wurden für den Langzeiteinsatz des Sekundärgases entsprechende Berechnungen und Abschätzungen mit Hilfe der CFD-Modellierung durchgeführt, um die optimalen Betriebsparameter zu ermitteln und eine Gefährdung des Schmelzaggregates auszuschliessen. Die geometrischen Daten und entsprechende Betriebsparameter wurden von der HVG vorab ermittelt und dem GWI für die Berechnungen zur Verfügung gestellt.

Nähere Informationen über fleischmann@hvg-dgg.de

Bereitstellung aktueller Emissionsdaten für die Glas- und Mineralfaserindustrie (UBA-Förder-Kennzeichen: 206 42 300/02)

Auf europäischer Ebene ist im Jahr 2001 die Richtlinie 2001/81/EG (NEC-Richtlinie) verabschiedet worden, die nationale Emissionshöchst-mengen (National Emission Ceilings) für bestimmte Luftschadstoffe (Schwefeldioxid, Stickstoffoxide, Ammoniak sowie flüchtige organische Verbindungen ohne Methan) zum Jahr 2010 vorsieht. Die Bundesregierung hat ein "Nationales Programm zur Einhaltung der NEC-Richtlinie" mit konkreten Maßnahmen zur weiteren Verminderung der o. g. Luftschadstoffe vorgelegt, um die festgelegten Emissionsbegrenzungen bis 2010 zu erreichen.

Die HVG wurde vom Umweltbundesamt beauftragt, für alle relevanten Emissionskomponenten der Glas- und Mineralfaserindustrie branchenspezifisch Emissionsfaktoren in kg/t_{Glas} zu ermitteln. In dem Projekt wurden zusätzlich zu den oben aufgeführten Emissionskomponenten alle von der Glasindustrie emittierten relevanten Schadstoffe von dem Jahr 1990 beginnend recherchiert und unter anderem als Emissionsfaktoren in kg/t_{Glas} in Zeitreihen bis zum Jahr 2005 dokumentiert. Als Datenbasis dienten in erster Linie Ergebnisberichte über Emissions- und Kalibriermessungen sowie Untersuchungen, die im Rahmen von Forschungsaktivitäten der HVG auf dem Gebiet der Luftreinhalteung gewonnen wurden.

Der Schlussbericht enthält neben der Auswertung der dokumentierten Daten auch Prognosen bis zum Jahr 2020 in 5-Jahres-Schritten. Die Prognosen stützen sich auf die vorliegenden Messergebnisse und auf langjährige Erfahrungen der HVG aus dem Gebiet der Luftreinhalteung.

Die Komplexität der Glas- und Mineralfaserbranche hinsichtlich der eingesetzten Rohstoffe, der Art der Befuerung und der Luftvorwärmung bis hin des zum Einsatz kommenden Oxidations-

mediums spiegelt sich auch im Emissionsbild der betreffenden Anlagen wider. Anlagenkonzept, Schmelzaggregatgröße, Scherbenanteil oder Auslastung beeinflussen maßgeblich das Niveau der Konzentrationen einzelner Emissionskomponenten und damit auch die Emissionsfaktoren.

Mit der Installation von Abgasreinigungsanlagen vor mehr als 20 Jahren gingen die Emissionen der von der Filteranlage beeinflussbaren Emissionskomponenten drastisch zurück. Aber auch bei den Stickstoffoxiden gab es im Laufe der Jahre signifikante Reduzierungen. Vorwiegend durch feuerungstechnische Maßnahmen ist es gelungen, den jährlichen NO_x-Emissionsmassenstrom der deutschen Glasindustrie von 28,14 kt im Jahr 1990 auf 15,34 kt im Jahr 2005 zu reduzieren. Für 2010 werden 12,43 kt Stickstoffoxide, für 2020 etwa 10,61 kt prognostiziert.

Die Emissionshöchstmengen an Stickstoffoxiden der NEC-Richtlinie betragen für die gesamte Industrie in Deutschland 1051 kt.

Nähere Informationen über gitzhofer@hvg-dgg.de

Nutzung der Verteilerrinnen von IS-Maschinen für die thermische Konditionierung von Glas-tropfen (IGF/AiF-Nr. 15223 N)

Bei der Produktion von Behälterglas mit IS-Maschinen ist der Glasposten während der Übergabe von der Portionierung in die Vorform einer massiven thermischen Beeinflussung durch die Verteilerrinnen ausgesetzt. Dieser Bereich der Herstellungsmaschinen ist im Gegensatz zur Portionierung und zur Formgebung bisher nicht näher untersucht worden. Ziel des Forschungsvorhabens ist es, die thermische Entwicklung des Glastropfens nicht nur zu beschreiben, sondern den Einfluss der Verteilerrinnen auf die Oberflächentemperatur des Tropfens aktiv zu gestalten, um Formgebungsfehler gezielt zu verhindern.

Die Forschungsarbeiten stützen sich gleichermaßen auf die Messung und die Modellierung der Temperaturverteilung im Tropfen. Die Modellierung wird mit einer freien FEM-Software durchgeführt. Für die Temperaturmessung werden eine Wärmebildkamera, Pyrometer und ein Kalorimeter eingesetzt. Die gemessenen Temperaturen bzw. Wärmemengen werden über das FEM-Modell verknüpft. Bisher wurden parallel Temperaturen mit der Wärmebildkamera und einem Pyrometer in einer Braunglasproduktion gemessen. Anhand dieser Daten wurden die Stoffdaten für die Modellrechnung angepasst und mögliche Fehlerquellen sowohl bei den Messungen als auch bei den Modellrechnungen untersucht. Messung und Rechnung befinden sich in guter Übereinstimmung. Als nächster Schritt ist die geschlossene wärme-

technische Datenaufnahme an einer IS-Maschine zwischen Tropfenschnitt und Vorform geplant.

Nähere Informationen über mueller-simon@hvg-dgg.de

Hochauflösende Spektroskopie von Gläsern, Glasschmelzen und keramischen Werkstoffen mittels Laser induzierter Plasmen zur Untersuchung von Korrosions- und Verdampfungsvorgängen bei der Glasherstellung (IGF/AiF-Nr. 227 ZN)

Das Vorhaben „Hochauflösende Spektroskopie von Gläsern, Glasschmelzen und keramischen Werkstoffen mittels Laser induzierter Plasmen zur Untersuchung von Korrosions- und Verdampfungsvorgängen bei der Glasherstellung“ IGF/AiF-Nr. 227 ZN wird von der AiF im Rahmen des ZUTECH-Programms gefördert. Die Arbeiten werden von der HVG und dem DIFK in Bonn durchgeführt. Ziel des Forschungsprojektes ist es eine Methode und/oder Sonde zu entwickeln, die es erlaubt den Korrosionsfortschritt der feuerfesten Materialien während der Wannendreise in-Situ zu beobachten und qualitativ zu erfassen.

Im ersten Jahr des Forschungsvorhabens wurde von Seiten der HVG das Gerät für die „Laser Induced Breakdown Spectroscopy“ (LIBS) angeschafft, eine zweite Optik für Untersuchungen in der Glasindustrie mit entsprechenden Brennweiten von 4 bis 12 m in Auftrag gegeben (Berechnung, Konstruktion und Fertigung) sowie erste Tests mit dem Laser gefahren, um anschließend Hardwareprobleme im Rahmen der Gewährleistung zu beheben.

Beim DIFK in Bonn wurden Kalibrierproben erstellt, um für die quantitativen Messungen mit der LIBS die nötigen Kalibriermatrizen zur Verfügung zu haben. Erste feuerfeste Materialien wurden beschafft, untersucht und für die Tests mit der LIBS präpariert.

Nähere Informationen über fleischmann@hvg-dgg.de

Innovative Heiztechniken zur Energieeinsparung und Qualitätsverbesserung in der Glasindustrie (InnoGlas)

Im Rahmen des Förderprogramms „Förderung von innovativen Netzwerken“ (InnoNet) des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie (BMWi) nimmt die HVG am Forschungsvorhaben „InnoGlas – Innovative Heiztechniken zur Energieeinsparung und Qualitätsverbesserung in der Glasindustrie“ unter Federführung der Technische Universität Bergakademie Freiberg, Institut für Wärmetechnik und Thermodynamik, teil. Weitere Projektpartner sind das Institut für Keramik, Glas-

und Baustofftechnik an der TU Bergakademie Freiberg, der Lehrstuhl für Strömungsmechanik an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, das DBI-Gastechnologisches Institut GmbH, Freiberg. Außerdem sind mehrere Industriepartner (u.a. Saint-Gobain Oberland, Horn Glass Industries AG, Plößberg und UAS Messtechnik GmbH) am Forschungsvorhaben beteiligt. Ziel des Vorhabens ist es, die Porenbrennertechnologie auch für Prozesse zur Verfürgung zu stellen, bei denen die hohen Temperaturen und die aggressiven Umgebungsbedingungen entsprechende keramische Gehäusebauteile erfordern. Bisher ist auf Grund der metallischen Gehäusematerialien bei Temperaturen über 1000°C kein dauerhafter Einsatz möglich.

Nach der Entwicklung der entsprechenden Materialien bzw. Werkstoffkombinationen sollen im dritten Jahr zwei Feldtests in der Glasindustrie durchgeführt werden. Deren Betreuung, Auswertung und Durchführung zählt zu den Hauptaufgaben der HVG im Forschungsprojekt. Zur Zeit hilft die HVG bei der Beschaffung von Messdaten aus der industriellen Fertigung, von benötigten Literaturdaten, bei der Definition der Umgebungsbedingungen, bei der Abschätzung von Randbedingungen, Einsatzmöglichkeiten und Energiebilanzen einzelner Prozessschritte, um die Feldtests entsprechend vorzubereiten.

Nähere Informationen über fleischmann@hvg-dgg.de

7.2 Eigenfinanzierte Forschung

Bewertung der Ergebnisse aus Emissionsmessungen

Die Informationen und Erkenntnisse aus Emissionsmessungen dienen als unverzichtbare Datenbasis z.B. für Gespräche mit Behördenvertretern, wenn Klärungsbedarf bei der Ableitung von Emissionsbegrenzungen für Elektrowannen oder Oxy-Fuel-Wannen besteht. Der Erfahrungsschatz der HVG stellt ebenfalls eine herausragende Grundlage für Diskussionen dar, etwa bei Richtlinienarbeiten auf nationaler und europäischer Ebene sowie bei den Aktivitäten des TC 13 der ICG. Außerdem konnte die Datenbasis genutzt werden, um dem Umweltbundesamt qualitätsgesicherte Informationen bis zum Jahr 1990 zurück zur Verfügung zu stellen und Prognosen bis zum Jahr 2020 anzugeben (NEC-Richtlinie).

Bei der HVG wird stets versucht, die Ergebnisse von Emissionsmessungen in einen Gesamtzusammenhang zu stellen, um dadurch Abhängigkeiten der verschiedenen Emissionskomponenten von der Vielzahl der Betriebsparameter ableiten zu können. In vielen Fällen werden in Verbindung mit den Messungen nach § 28 BImSchG ergän-

zende Messungen mit dem Ziel durchgeführt, die Sorptionsstufen im Hinblick auf die benötigte Absorptionsmittelmenge zu optimieren. Dies bedeutet, dass in Abhängigkeit von den Betriebsbedingungen in der Absorptionsstufe und der Schmelzwanne diejenige Absorptionsmittelmenge ermittelt werden muss, die einerseits die Unterschreitung der Emissionsgrenzwerte sicher gewährleistet, andererseits zu einem minimalen Filterstaubaufkommen führt. Bei Altglasscherbeneinsatz kommt der Minimierung der Filterstaubmenge eine besonders große Bedeutung zu.

Als Absorptionsmedium bei den Massengläsern kommt nach wie vor in erster Linie Calciumhydroxid ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) zur Anwendung. Dieses Absorbens besitzt die besten Absorptionsraten gegenüber SO_2 , HCl und gasförmigem Selen bei Abgastemperaturen zwischen 350 und 400 °C; bei geringeren Abgastemperaturen gehen die Absorptionsraten dagegen deutlich zurück. Die Reaktivität gegenüber HF und SO_3 ist dagegen über den gesamten Temperaturbereich von 180 bis 400 °C fast unverändert hoch. In einzelnen Fällen werden auch leichte Soda oder Natriumbicarbonat als Sorptionsmittel eingesetzt - insbesondere wenn die Abscheidung von SO_2 im Vordergrund steht, HF als Emissionskomponente nur eine untergeordnete Rolle spielt und geringere Abgastemperaturen (kleiner 300 °C) vorliegen. Der möglichen Bildung von Natriumbisulfat ist im Hinblick auf die Einsatztemperatur und auf die Stöchiometrie entsprechende Beachtung zu schenken. Dies gilt auch für den Fall, dass eine Mischung von Calciumhydroxid und leichter Soda eingesetzt wird, um die Vorteile beider Sorptionsmittel miteinander zu verbinden und damit die Filterstaubmengen im Interesse einer vollständigen Filterstaubrückführung auch bei hohem Scherbenanteil zu minimieren.

Zur Abgasreinigung in der Spezialglasindustrie werden oft filternde Abscheider eingesetzt, deren staubförmige Emissionskomponenten nicht selten im Bereich der messtechnischen Nachweisgrenze liegen. In vielen Fällen kann auch auf den Einsatz von Sorptionsmitteln verzichtet werden. Beim Einsatz von Arsen muss ein besonderes Augenmerk auf das Temperaturregime der Filteranlage gelegt werden, damit gasförmige Verbindungen die Filteranlage nicht passieren und staubförmig abgeschieden werden können. SO_x -Emissionen spielen in der Spezialglasindustrie nur eine untergeordnete Rolle. Die Konzentrationen liegen meist im Bereich der Messunsicherheiten der angewandten Messverfahren. Bei Spezialglaswannen mit Kochsalzläuterung treten im Rohgas teilweise sehr hohe HCl-Gehalte auf. Bei entsprechender Dosierung und Auswahl des Sorptionsmittels ist auch an diesen Anlagen eine Unterschreitung des Emissionsgrenzwertes gewährleistet. Alle übrigen Anlagen der Spezialglasindustrie haben mit der

HCl-Emission keine Probleme. In der Regel ist die HF-Emission für die Spezialglasindustrie unproblematisch - insbesondere wegen der überwiegend eingesetzten sehr reinen Rohstoffe. Bestimmte Teilbereiche benötigen jedoch den Einsatz fluorhaltiger Rohstoffe. Dann müssen unter den vorgegebenen Abgasrandbedingungen und Filtertechnologien entsprechende Sorptionsmittel eingesetzt werden, um den Emissionsgrenzwert einzuhalten.

Die Glashütten bemühen sich nach wie vor die NO_x -Emissionen durch primäre Minderungsmaßnahmen weiter abzusenken. In der Behälterglasindustrie wird seit 14 Jahren eine SCR-Anlage mit Erfolg betrieben und eine normierte NO_x -Konzentration von 500 mg/m^3 sicher eingehalten. Alle anderen Hohlglashütten nutzen Primärmaßnahmen. Die NO_x -Konzentrationen der Behälterglasindustrie liegen im arithmetischen Mittel unterhalb von 900 mg/m^3 . Viele Anlagen unterschreiten heute schon den Grenzwert der TA-Luft von 800 mg/m^3 , der ab dem Jahr 2010 gültig ist, einige Anlagen liegen aber auch noch deutlich darüber. Mit entsprechendem Aufwand für primäre Minderstechnologien können insbesondere ölbeheizte U-Flammenwannen mit regenerativer Luftvorwärmung dem NO_x -Zielwert von 500 mg/m^3 nahe kommen. Auf resultierende CO-Konzentrationen muss geachtet werden.

Bei den Flachglaswannen werden ausschließlich regenerativ beheizte Querbrennerwannen zur Glasschmelze eingesetzt. Die Qualitätsanforderungen an das geschmolzene Glas sind gegenüber der Hohlglasindustrie deutlich höher. Selbstverständlich nutzen alle Betreiber unter Beachtung der Qualitätsanforderungen die bekannten Möglichkeiten der primären Maßnahmen zur NO_x -Reduzierung. Dennoch sind die eingesetzten primären Verfahren zur Reduzierung der Stickstoffoxidemissionen unterschiedlich. Bekannt ist, dass effektive Maßnahmen zur Reduzierung der NO_x -Emissionen durch aufwendige Wannenkonstruktionen mit geteilten Kammern begünstigt werden. Damit lassen sich an den einzelnen Brennerports exakte Brennstoff-Luft-Verhältnisse einstellen und über Zirkondioxidsonden zur O_2 -Messung in den zugehörigen Kammerköpfen kontrollieren und regeln. An Anlagen, die mit Schweröl bzw. einer Mischung aus Schweröl und Erdgas betrieben werden, lassen sich 800 mg/m^3 gesichert einhalten. Ob sich der in der TA-Luft genannte NO_x -Grenzwert von 800 mg/m^3 für Altanlagen im Jahr 2010 mit erdgasbeheizten Floatglaswannen erreichen lässt, ist derzeit noch offen. Insbesondere bei offenem Kammersystem und Standardbrenner- und Regelungssystemen kann die Installation sekundärer Minderungsmaßnahmen u. U. notwendig werden. Wannenkonstruktionen mit offenem Kammersystem engen den Spielraum zu

effektiven Primärmaßnahmen zur Stickstoffoxidreduzierung ein. Die Luftverteilung auf die einzelnen Brennerports ist konstruktionsbedingt vorgegeben, der Brennstoff muss entsprechend der Luftmenge angepasst werden. Regelungsmechanismen zur Luftaufteilung sind schwierig und lassen sich in geringem Umfang z.B. durch sog. Sperrluftanlagen im Kammerfuß realisieren.

Das so genannte 3 R-Verfahren wurde von Pilkington für sekundäre NO_x-Minderung von Floatglaswannen entwickelt. Es handelt sich im wesentlichen um ein Reburning-Verfahren, bei dem auf der abziehenden Abgasseite der Regenerativwanne Sekundärbrennstoff zugegeben wird. Der Brennstoffmehrerbrauch von 5 – 8 %, der mögliche Angriff der reduzierenden Atmosphäre auf das Feuerfestmaterial der Regeneratoren und die Auswirkungen auf den CO₂-Handel reduzieren die Anwendbarkeit in der Zukunft. Im Jahr 2007 war eine SCR-Anlage im Reingas sowie erdgasbefeuerten Floatwanne installiert.

Die Stickstoffoxide stellen im Wirtschaftsglasbereich, insbesondere wenn nitrathaltige Gemengesätze vorliegen, die größte Herausforderung dar. Ab Oktober 2010 müssen Neu- und Altanlagen 1000 mg/m³ einhalten. Lediglich Altanlagen mit einem Abgasvolumenstrom von weniger als 5000 m³/h dürfen 1,2 g/m³ emittieren.

Im Faserglasbereich und beim Wasserglas zeichnet sich ab, dass in den meisten Fällen die geforderten NO_x-Emissionsgrenzwerte eingehalten werden. Im Abgas von Wasserglaswannen werden teilweise SNCR-Anlagen eingesetzt.

In der Spezialglasindustrie fand eine weitgehende Umstellung von konventioneller Feuerungstechnik hin zur Oxy-Fuel-Feuerung statt. Mit der Umstellung auf Oxy-Fuel-Feuerung konnten die NO_x-Emissionen drastisch gesenkt werden. Durch ständige Optimierungsprozesse ist es außerdem gelungen, die installierten SNCR-Anlagen ohne Ammoniak-Eindüsung zu betreiben, um die geforderten Emissionsbegrenzungen einzuhalten. Im Spezialglasbereich ist seit 1989 im Abgas von konventionell befeuerten Schmelzwannen eine SCR-Anlage installiert. Zur Einhaltung des geforderten NO_x-Grenzwertes von 1.000 mg/m³ (Schmelzwannen mit Nitrateinsatz) muss der Katalysator mit einer Minderungsrate von 80 % betrieben werden.

In der Spezialglas- und Faserglasindustrie werden dem Gemenge sehr oft borhaltige Rohstoffe beigemischt. Die Abscheidung gasförmiger Borverbindungen ist mit herkömmlicher Abgasreinigungstechnologie unter Umständen schwierig. Dieser Thematik stellt sich die HVG momentan im Rahmen eines Forschungsvorhabens, bei dessen

Durchführung bisher sehr gute Minderungsraten erzielt werden konnten.

Weitere Informationen über gitzhofer@hvg-dgg.de

Verbesserung und Weiterentwicklung elektrochemischer Online-Messverfahren

In den vergangenen Jahren wurden in mehreren von der AiF geförderten Forschungsvorhaben Online-Sensoren zur Kontrolle des Glasschmelzprozesses entwickelt und deren Anwendbarkeit im industriellen Glasschmelzprozess untersucht. Obwohl immer wiederkehrende Anfragen nach wie vor einen großen Bedarf an Sensorik für den Glasschmelzprozess erkennen lassen, ist die Industrie beim Einsatz dieser Messtechnik zurückhaltend. Dies liegt zum überwiegenden Teil an den komplexen Zusammenhängen, die den industriellen Glasschmelzprozess bestimmen und den Aufbau einer einfachen Regelstrecke behindern. Gleichzeitig macht die zunehmende Belastung des Einzelnen im industriellen Alltag das Einarbeiten in eine unbekannte Technik nahezu unmöglich. Umgekehrt ist die Messanordnung nach wie vor eine Testanlage. Um hier zumindest langfristig eine Weiterentwicklung zu ermöglichen, bietet die HVG elektrochemische Sensoren auf Mietbasis an. Die Hilfestellung bei der Interpretation der Messergebnisse und der Aufbau von Regelmöglichkeiten ist dabei Teil der angebotenen Leistung und basiert auf den Forschungsarbeiten der HVG.

Im Berichtsjahr wurde über eine Mitgliedshütte Kontakt mit einem Messgerätehersteller in Süddeutschland aufgenommen, der Interesse an einer Übernahme der HVG-Sensormesstechnik hat. Bei einem Treffen wurden Möglichkeiten einer wirtschaftlicheren Gestaltung der Messanordnung diskutiert. Für die HVG ist es von großem Interesse, dass die im Rahmen früherer Forschungsprojekte gemachten Erfahrungen über ein kommerziell erhältliches Messsystem der Glasindustrie zugute kommen.

Weitere Informationen über mueller-simon@hvg-dgg.de

Aktivitäten im Bereich Formgebung

Im vergangenen Jahr wurden die Aktivitäten der HVG im Bereich Formgebung weitergeführt. Dabei wurde der Einsatz der Thermokamera im Bereich Fertigform und Deadplate optimiert. Im konkreten Fall konnte das zeitweise verstärkte Auftreten von Rissen auf eine zu stark eingestellte Bodenkühlung zurückgeführt werden. Die Ergebnisse der Versuche sind in die speziellen Aufgaben der IGF/AiF-Projekte 14390N und 14850BG eingeflossen.

Nähere Informationen über bergmann@hvg-dgg.de

Gefügeänderungen im AZS

Der HVG wurde im Jahr 2006 der Rest eines Palisadensteines zur Verfügung gestellt, der beim Abriss einer Floatglasschmelzwanne zur Seite gestellt wurde. Dieser Rest einer Seitenwandpalisade stammt aus dem Bereich des Hot-Spots einer Floatwanne auf Höhe der Spiegellinie.

Im Berichtsjahr 2007 wurde dieser Palisadenrest für verschiedene Untersuchungsmethoden präpariert und mit dem Lichtmikroskop sowie mit der Mikrosonde und dem Elektronenmikroskop von unterschiedlichen Labors untersucht. Die Ergebnisse wurden von der HVG (Dipl.-Ing. B. Fleischmann) zusammengetragen, ausgewertet und in zwei Vorträgen auf der UNITECR in Dresden und im Fachausschuss II/III über die Ergebnisse vorgestellt. Dabei wurde in der Diskussion beide Male angeregt, diese Untersuchungen zu vertiefen.

Nähere Informationen über fleischmann@hvg-dgg.de

Laserparameter für Glasuntersuchungen mit LIBS

Parallel zum Forschungsvorhaben GlasLIBS wurden mit Hilfe eines Diplomanden erste Untersuchungen gemacht, um die LIBS auch für die Bestimmung von Glasbestandteilen und die Zusammensetzung von Glasfehlern in naher Zukunft zu nutzen. Für quantitative Aussagen bis in den ppm-Bereich sind hierfür ähnlich wie bei der RFA ausgearbeitete Kalibriermatrizen nötig und die genaue Kenntnis zu Matrixeinflüssen und Querempfindlichkeiten.

Der erste Schritt in diese Richtung wurde im Berichtsjahr mit Hilfe einer Diplomarbeit bei der HVG getan, bei der Gläser mit wenigen aber bekannten sowie chemisch reinen Inhaltsstoffen erschmolzen wurden und anschließend stichprobenartig nasschemisch charakterisiert wurden. So konnten die Messungen mit der LIBS genutzt werden, um erste Hinweise zu bekommen, wie die Laserparameter optimal für Untersuchungen von Keramiken und Gläsern einzustellen sind und Erfahrungen gesammelt werden, wie die Kalibriermatrizen aufgebaut werden müssen. Im Rahmen der Diplomarbeit wurden neben Soda-Kalk-Silicatgläsern auch reines Silicatglas und Wasserglas untersucht.

Nähere Informationen über fleischmann@hvg-dgg.de

VIS-Spektroskopie

Im Rahmen von Dienstleistungen für die Glasindustrie, von Forschungsvorhaben und als Vergleichsmethode für die nasschemische Analyse von Glasbestandteilen wurden 39 Glasproben im Berichtsjahr spektroskopisch untersucht. Dabei können alle Ionenarten erfasst werden, die im nahen UV, im Sichtbaren und im Nahen IR Absorptionerscheinungen zeigen. Der Schwerpunkt der Untersuchungen mit dem Spektrometer liegt dabei auf der Bestimmung von Fe^{2+} und Cr^{3+} . Die Vorgehensweise dieser physikalischen Methode wurde im UA Glasanalyse von Herrn Fleischmann in einem Vortrag näher vorgestellt.

Nähere Informationen über fleischmann@hvg-dgg.de

7.3 Forschungsplanung

Ein einstufiger Formgebungsprozess für die Hohlglasproduktion

Die Heye International GmbH (Dr.-Ing. Michael Kellner) und das Institut für Glas, Keramik und Baustoffe der TU Bergakademie Freiberg (Prof. Heiko Hessenkemper) beteiligten sich im Juli 2006 erfolgreich an dem Ideenwettbewerb "Neue Technologien zum endformnahen Umformen komplexer Bauteile" der vom Projektträger für Produktion und Fertigungstechnologie (PFT) des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) in Karlsruhe veranstaltet wurde. Die Umsetzung des vorgestellten Projektes erfolgt jetzt unter dem Titel "Ein einstufiger Formgebungsprozess für die Hohlglasproduktion". Das Projekt zielt auf die Einführung einer neuen Technologie in der Formgebung der Behälterglasindustrie, die es ermöglicht, deutlich im Gewicht reduzierte Gläser mit gleichen oder verbesserten Funktionalitäten herzustellen. Das soll durch die Stabilisierung der Produktionsbedingungen in Kombination mit Methoden zur Festigkeitssteigerung von Gläsern geschehen. Die Struktur des Projektes ist durch drei Säulen gekennzeichnet: Die Weiterentwicklung von unterschiedlichen Modulen zur Stabilisierung der Produktionsprozesse (Rohstoffe, Gemengeaufbereitung, Schmelzwanne, Glaskonditionierung, Formgebung, rückgekoppelte Qualitätskontrolle, Informationsvernetzung und Automatisierung), Entwicklung von festigkeitsteigernden Maßnahmen und neuen Formgebungstechniken sowie der anschließenden Weiterqualifikation des Hüttenpersonals.

Die HVG ist aufgrund ihrer langjährigen Erfahrung im Bereich wärmetechnischer Messungen und der Festigkeitsanalyse im Behälterglasbereich als Unterauftragnehmer in dieses Projekt eingebunden. Schwerpunkt bildet die thermische Charakterisierung des Formgebungsprozesses mit ver-

schiedenen Messmethoden. Im Bereich der bruchmechanischen Charakterisierung wird durch den Einsatz von FEM-Berechnungen die Bruchspannung berechnet, die eine genauere Bewertung der Festigkeitseigenschaften zulässt. Weiter wird die HVG bei den Weiterbildungsmaßnahmen durch die Ausrichtung von Kursen für das Personal der Glashütten eingebunden.

Nähere Informationen über mueller-simon@hvg-dgg.de

Entwicklung galvanischer Schwefelzellen mit integriertem Sauerstoffabsorber für die Zinnschmelze und für das Schutzgas im Produktionsprozess der Floatglasherstellung

Glas wird heute überwiegend mit dem in den 50iger Jahren von der Firma Pilkington entwickelten Floatglasverfahren hergestellt. Obwohl dieses Verfahren heute den Stand der Technik darstellt, sind noch nicht alle technologischen Fragestellungen abschließend geklärt. Insbesondere kommt es immer wieder zu für den Floatglasprozess typischen Fehlern. Einer von diesen Fehlern sind die sogenannten Tin Drips, Eindrücke die durch Zinntropfen verursacht werden, die an Kühlern und kalten Deckenteilen kondensiert

sind und auf das noch verformbare Glasband heruntertropfen. Eine maßgebliche Größe für die Verdampfung des Zinns ist die Reaktion mit im Zinnbad gelöstem Schwefel, der durch einen Stoffaustausch zwischen Floatbad und Glasband eingetragen wird. Um eine kontinuierliche Kontrolle der Schwefelkonzentration sowohl im Zinnbad als auch in der Atmosphäre der Floatkammer zu ermöglichen sind am Institut für keramische Werkstoffe (IKW) der TU Bergakademie Freiberg schwefelsensitive galvanische Zellen auf der Basis von $(\text{LaF}_3)_{0.95}(\text{SrF}_2)_{0.05}$ -Ionenleitern mit sulfidischen Hilfselektroden entwickelt worden. Diese Zellen zeichnen sich durch eine schnelle Ansprechzeit aus. Für den praktischen Einsatz müssen jedoch die Eigenschaften der sulfidischen Hilfselektroden, insbesondere ihre Empfindlichkeit gegen Sauerstoff, verbessert werden. Das soll in einem AiF-Forschungsprojekt geschehen, das gemeinsam vom IKW und der HVG geplant wird. Ein entsprechender Antrag wurde zum Ende des Jahres bei der AiF zur Begutachtung eingereicht.

Nähere Informationen über mueller-simon@hvg-dgg.de

8. FORSCHUNGSFÖRDERUNG

Neben den eigenen, im Forschungsinstitut der HVG bearbeiteten Forschungsarbeiten und Untersuchungen werden von verschiedenen Instituten und Forschungsstellen im Bundesgebiet glas-technische Arbeiten durchgeführt. Für alle öffentlich geförderten Forschungsvorhaben erfolgt die Themenauswahl, die fachliche Beratung und Begleitung der Arbeiten sowie die Vermittlung der Ergebnisse in der Regel in den Fachausschüssen der DGG und in dafür eingerichteten, projektbegleitenden Arbeitsgruppen.

Die finanziellen Mittel werden über die Beiträge der HVG-Mitgliedshütten und durch Zuschüsse der öffentlichen Hand bereitgestellt. Die öffentlichen Mittel werden in der Regel über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen "Otto von Guericke" e. V. (AiF) vom Bundes-

minister für Wirtschaft und Technologie (BMWi) zur Verfügung gestellt.

Die Ergebnisse der Arbeiten werden bei Veranstaltungen der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft, in "European Journal of Glass Science and Technology" und dem "dgg-journal" vorgestellt. Hinzu kommen die Zwischenberichte in den Fachausschüssen der DGG. Aus technologischer Sicht besonders interessante Ergebnisse werden über die HVG-Mitteilungen bereits vor der endgültigen Veröffentlichung zugänglich gemacht (siehe hierzu auch Kapitel 4.1.). Im Folgenden sind die glaswissenschaftlichen und glastechnischen Arbeiten zusammengestellt, die an externen Forschungsstellen über die HVG/AiF mit Mitteln des BMWi im Rahmen der industriellen Gemeinschaftsförderung (IGF) gefördert werden.

Verfahren zur präzisen Viskositätsregelung am Glastropfen (IGF/AiF-FV Nr. 14390N)

2. Forschungsstelle:
Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen
Glasindustrie e. V. (HVG), Offenbach
PD Dr.-Ing. H. Müller-Simon

Ziele des Forschungsvorhabens waren die Entwicklung eines schnellen, berührungslosen und genauen Messverfahrens für die Tropfentemperatur mit Möglichkeit zur Messung der axialen und radialen Temperaturverteilung und die Entwicklung neuer Konzepte zur individuellen Temperaturregelung des Tropfens.

Zunächst wurde nach Ermittlung der Verfahrensparameter minimale und maximale Tropfenlängen und Tropfendurchmesser sowie Tropfengeschwindigkeiten ein geeignetes Pyrometer ausgewählt. Entsprechend des formulierten Weges zum Erreichen des Forschungsziels wurde ein speziell umgebauter Rohrofen als Referenzstrahler ausgewählt und beides auf einem Drehgestell montiert.

In Versuchen unter Industriebedingungen wurden beide Tropfen radial und axial untersucht. Damit konnten Temperaturverteilungen entlang der Tropfenachse und über einen großen Winkelbereich entlang des Tropfenumfangs ermittelt werden.

Ergebnisse der Versuche unter Industriebedingungen

Während der Umfangsmessungen wurden zwischen 2 Referenzpunkten im Anfangsbereich und

im Endbereich des Tropfens Temperaturdifferenzen im Bereich von 3 bis 9 K entlang der Tropfenlängsachse gemessen. Über den Umfangsbereich von 270 ° wurden Differenzen zwischen den einzelnen Messwinkeln von 0 bis 25 K ermittelt.

Weiterführende Versuche zur Abschattung des Tropfenfalls vor Zugluft zeigten nicht die nach den ersten Messungen erhofften Ergebnisse.

Die manuelle Änderung der Glassolltemperatur in der letzten Zone des Feederkanals vor der Speiserschüssel um 5 K führte zu 2 Beobachtungen: die Tropfenlänge änderte sich sehr schnell und eine Temperaturerhöhung war zunächst kaum messbar.

Messungen über mehrere Stunden an 3 Messpunkten eines Tropfens versuchten einen Zusammenhang mit den Prozessdaten des Speiserkanals zu geben; dies konnte bisher nicht erfolgreich nachgewiesen werden.

Die Ermittlung der Tropfentemperatur bei verschiedenen Temperaturen des Referenzstrahlers zeigte eine zu erwartende Absenkung der Anstiegszeit bei Erhöhung der Referenzstrahlertemperatur.

Viele verschiedene Tropfengewichte und damit Tropfengrößen führten zu ebenso vielen Tropfengeometrien. Damit verbunden sind teilweise extreme Schwankungen bezüglich der Tropfenlage im Sichtfeld des Pyrometers. Dies erschwert die Auswertung der Messdaten und deren Vergleichbarkeit außerordentlich.

Institut für Nichtmetallische Werkstoffe, TU Clausthal
Prof. Dr.-Ing. J. DEUBENER

Rheologische Eigenschaften von Gemenge und Rauschmelzen (IGF/AiF-FV Nr. 14406 N)

In Kooperation mit dem Institut für
Gesteinshüttenkunde, RWTH Aachen
Prof. Dr. R. Conradt

Der Gemengeschmelzprozess ist von entscheidender Bedeutung für den gesamten Glaschmelzprozess. In kurzer Zeit ist ein hoher Wär-

meumsatz gefordert. Nur eine höhere Abschmelzrate bei gleicher oder verbesserter Qualität des Endproduktes kann zu einer Verbesserung des Gemengeschmelzprozesses führen.

Für eine umfassende Charakterisierung des Gemengeschmelzprozesses ist die Verknüpfung zwischen lokalen und weiträumigen Vorgängen von größter Bedeutung. Die eingesetzten Methoden umfassen DTA-TG, DSC, Massenspektrometrie, thermooptische Methoden (Probengröße

bis zu 30 cm³) sowie mit verschiedenen Sensoren ausgestattete Schmelzöfen bis zum 10 kg-Bereich. Dadurch werden die wesentlichen Vorgänge (Wärmeaufnahme, Gasfreisetzung, Auflösung kristalliner Relikte, Wärmetransport) sicher erfasst. In Ergänzung zu Messungen im 200-g-Versuch wurde im Institut ein Ofen entwickelt und gebaut für eine Probenaufnahme bis 10 kg. In diesem Maßstab werden 5 kg Gemenge auf eine bei 1250 °C vorgeschmolzene Scherbenschmelze (7 kg) aufgelegt und unter einer 1450 °C heißen Strahlungsquelle (SiC-Heizelemente) gezielt aufgeschmolzen. Die verschiedenen Sensoren (Thermoelemente, elektrische Leitfähigkeit- und Temperaturleitfähigkeitssonde) sind über die gesamte Höhe des Gemenge Teppichs positioniert und erfassen online das Aufschmelzverhalten des Gemenges. Als neue Option wurde ein Strahlungsflussmeter erfolgreich erprobt. Dabei wurde der zeitliche Verlauf der Wärmestrahlungsdichte in aufschmelzende Gemenge von der Einlage bis zum Stadium der Rauhschmelze verfolgt.

Als weitere Neuentwicklung wurde die Rheologie aufschmelzender Gemenge untersucht. Dies geschah in enger Kooperation mit der TU Clausthal (im Rahmen des dort angesiedelten AiF-Projektes Nr. 14406 N), wobei diese die Aspekte im vorwiegend flüssigen Stadium, das GHI dagegen die Gegebenheiten im granularen und partiell aufgeschmolzenen Zustand, verfolgt hat. Eine entsprechende Hochtemperatur-Scherzelle wurde aufgebaut. Das Projekt ist sehr erfolgreich abgeschlossen worden. Ausgehend von den erzielten Forschungsergebnissen wurde ein neuer Projektantrag an die AiF gestellt, um die erzielten Ergebnisse zu vertiefen und auf eine entsprechende Praxisrelevanz umzusetzen.

Echtzeit-Lasersensoren zur Optimierung industrieller Verbrennungsprozesse (IGF/AiF-FV Nr. 181 ZN)

Weitere Forschungsstellen:

Institut für Physik und Physikalische Technologien (IPPT), TU Clausthal, Prof. W. Schade

TU Bergakademie Freiberg - Institut für Keramik, Glas- und Baustofftechnik, Prof. Dr. H. HESSENKEMPER

Untersuchung der Wechselwirkungen der bei der Glasformgebung eingesetzten Schmiermittel mit dem Formenmaterial und der Glasoberfläche sowie deren Einfluss auf den Wärmetransport (IGF/AiF-FV Nr. 14850 BG)

2. Forschungsstelle:
Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen

Gas-Wärme-Institut (GWI), Essen
Dr. H. Hüppelshäuser

Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen
Glasindustrie (HVG), Offenbach
Dr. U. Roger

Das Forschungsvorhaben „Echtzeit-Lasersensoren zur Optimierung industrieller Verbrennungsprozesse“, das im Rahmen des ZUTECH-Programms bei der AiF angesiedelt ist, wurde insgesamt um 1 Jahr kostenneutral verlängert und läuft nun bis Ende März 2008. Das Forschungsvorhaben wird in Zusammenarbeit mit dem GWI (Essen) und der TU Clausthal (Inst. für nichtmetallische Werkstoffe sowie Inst. für Physik und physikalische Technik) durchgeführt. Ziel des Vorhabens ist es, eine Sonde für die Online-Messung von Abgaskomponenten (CO, CO₂, NO_x, SO_x) im Kammerkopf für die Verbrennungsregelung zur Verfügung zu stellen.

Nachdem es im ersten Abschnitt des Forschungsvorhabens gelungen ist eine Messmethode zu definieren, die prinzipiell das Messen von Gasen im Kammerkopf erlaubt, liegt nun der Schwerpunkt der Arbeiten darin, dies in die Praxis umzusetzen und den Betriebsbedingungen einer Glasschmelzwanne anzupassen (Staub, Kondensate, Temperaturschwankungen bei sehr hohem Ausgangsniveau) und einen Langzeittest durchzuführen. Dazu wurden zur Vorbereitung sowohl entsprechende Tests am Versuchsofen des GWI unternommen, um die Temperaturbelastungen und ihre Auswirkungen auf den Sensor zu untersuchen, als auch erste Einsätze der Messsonde an Glasschmelzwannen vorgenommen. Bei den Testläufen am GWI-Versuchsofen und an den Glasschmelzwannen gab es wiederholt Probleme mit der Temperaturbelastung der Sonde und bei den kurzzeitigen Versuchen im Kammerkopf von Glaswannen mit Gemenge- und Scherbenfeinstaub sowie Kondensaten an gekühlten Stellen der Sonde, so dass eine verwertbare Messung bisher nicht zu Stande kam.

Glasindustrie e. V. (HVG), Offenbach
PD Dr.-Ing. H. Müller-Simon

Die Notwendigkeit der in der Behälterglasproduktion eingesetzten Formenschmiermittel wird damit begründet, dass tribologische Anforderungen für die Ladung des Tropfens erfüllt werden müssen (Reibungsminimierung), positive Einflüsse auf das

Formenmaterial vorhanden sind (Standzeit, Formenlebensdauer), höhere Temperaturen im Glasformgebungsprozess realisiert werden können, ohne dass die Erscheinung des Klebens auftritt (Produktivität, Oberflächeneigenschaften des Produktes) und eine gute Entformbarkeit des Glasbehälters aus der Form erreicht wird. Es ist bekannt, dass die Zyklen des Schmiermitteleinsatzes den Wärmetransport beeinflussen und dass aus arbeitshygienischen Gesichtspunkten (Luftqualität, Sauberkeit) die Formenschmierung kritisch einzuschätzen ist.

Innerhalb der Bearbeitung dieses Themas werden sowohl die „Glas-“, als auch die „Formenseite“ im Hinblick auf die Auswirkung des Schmiermitteleinsatzes untersucht. Die Arbeiten umfassen Laborversuche an einem Versuchsstand und industrielle Untersuchungen, die insbesondere die Vorteile bieten, dass die produzierten Behälter in Abhängigkeit des Schmierzyklus und des eingesetzten Schmiermittels geprüft (Festigkeit, Härte) sowie analysiert (chemische Zusammensetzung) werden können und dass Temperaturmessungen (Vorformoberfläche, Thermokamera, Pyrometer) innerhalb realer Produktionsbedingungen möglich sind. Der Versuchsstand ist insbesondere für die Simulation der Auswirkungen des Schmiermitteleinsatzes auf das Formenmaterial geeignet, denn nach der Beprobung des als Stempel ausgeführten Formenmaterials ist eine oberflächenintensive Analyse möglich. Eine Verwendung von IS-Maschinen-Formensätzen für systematische Untersuchungen ist zu kostenintensiv.

Im Versuchsstand wird das Schmiermittel KLEENMOLD 170 eingesetzt, da dieses Schmiermittel entsprechend einer Recherche unter den Anwendern (HVG-Mitgliedsfirmen) die häufigsten Nennungen aufwies. Die genaue chemische Zusammensetzung, das gilt nahezu für alle Schmiermittel (Additive), ist nicht zugänglich, wobei neben einem großen Anteil an Mineralöl auch Schwefel und Graphit (strukturwirksamer Schmierstoff) als Bestandteile zu nennen sind. Im Vergleich mit den Schmiermitteln KLEENMOLD 202 und GLASOL 350 wurde festgestellt, dass bei einer ähnlichen Zusammensetzung Differenzen im Schwefelgehalt vorliegen und auch Unterschiede im Aschegehalt (Immediatanalyse) zu verzeichnen sind. Beim Auftrag des Schmiermittels auf das heiße Formenwerkzeug tritt ein deutlicher Masseverlust auf.

Als Formenmaterial wurde sich auf einen Grauguss mit Lamellengraphit (GJL, R26, Gießerei und Glasformenbau Radeberg) verständigt. Mittels einer Oberflächenanalytik im Nanometerbereich (ca. 10 nm, XPS) soll untersucht werden, welche Auswirkungen der Schmiermitteleinsatz auf die Oberflächenchemie ausübt. Die bis jetzt vorliegenden Analysedaten deuten darauf hin, dass sich an der Werkstoffoberfläche eine Korrosions-

schichtschicht ausbildet, die mit zunehmender Anzahl von Glaskontakten „abgearbeitet“ wird und dementsprechend zyklisch neu aufzutragen ist. Bei Berücksichtigung des Eisen-Kohlenstoff-Diagramms (stabiles System) ist die Fragestellung relevant, inwieweit in Abhängigkeit der Temperatur und der Einsatzzeit eine Gefügeänderung des Formenmaterials auftritt. Eine Anfertigung von metallographischen Anschliffen an ausgemusterten Formen ist sinnvoll. Da neben GJL noch zwei weitere Ausbildungsformen des Graphits im Grauguss hergestellt werden können (GJS, GJV) ist zu vermuten, dass diese beiden Gussmaterialien mit ihren modifizierten Eigenschaften auch zunehmend Einsatzfelder bei der Formgebung heißer Glasschmelzen finden können, wobei die Auswahl für ein Formenmaterial generell einen Kompromiss darstellt.

Die Untersuchungen unter industriellen Bedingungen führten im Hinblick auf die durchgeführten Temperaturmessungen zu dem Ergebnis, dass sich in Abhängigkeit des eingesetzten Schmiermittels die Formoberflächentemperaturen im Verlauf eines Schmierzyklus um 1 bis 7 K erhöhen. Die Temperaturabsenkung durch die Schmierung wurde mit -2 bis -8 K ermittelt. Eine Auswirkung der Schmiermittelvariation auf die Werte der Pendelschlagfestigkeit und Berstfestigkeit der geprüften Glasbehälter konnte nicht festgestellt werden. Eine Korrelation der Festigkeitswerte mit den gemessenen Temperaturen ist nicht möglich. An den entnommenen Glasbehältern wurde weiterhin die Mikrohärtigkeit gemessen und der Randwinkel mittels der Methode des liegenden Tropfens ermittelt. Die Ergebnisse der Mikrohärtigkeitsmessungen differieren in sehr engen Grenzen, während sich die gemessenen Randwinkel und die daraus berechneten Oberflächenspannungen doch sichtlich voneinander unterscheiden. Da die Glasbehälter mit einer Vergütungsschicht versehen sind, wurden ergänzend zwei unvergütete Glasbehälter untersucht. In der Mikrohärtigkeit tritt ein Unterschied zwischen dem ersten Behälter unmittelbar nach der Schmierung und dem letzten Behälter vor der neuen Schmierung von zirka 5 Prozent auf. Die Oberflächenspannung vor der Schmierung ist deutlich größer als direkt nach der Schmierung. Die EDX-Analyse weist zudem Unterschiede in den Elementkonzentrationen aus. Basierend auf den beachtlichen Differenzen in den Grenzflächenspannungen sowie den erkennbaren Veränderungen in den Werten der Mikrohärtigkeit und der chemischen Zusammensetzung der Glasoberfläche kann formuliert werden, dass der Einsatz von Formenschmiermitteln die Oberflächenchemie der Gläser mit hoher Sicherheit umorganisiert. Die Glasoberfläche bildet sich bei der Formgebung des Glases, d. h. für die Eigenschaften der Glasoberfläche sind insbesondere chemische Reaktionen an der Oberfläche, die wiederum durch die Umgebungsatmosphäre beeinflusst werden, von Relevanz. Demzufolge sind die Eigenschaftsän-

derungen der Produkte im Zusammenhang mit den wechselnden atmosphärischen Verhältnissen durch den Schmierzyklus zu sehen.

Die These, dass die Formenschmierung eine Schutzschicht auf dem Formenmaterial erzeugt, ist unter Berücksichtigung der Ergebnisse der Oberflächenanalytik als schlüssig zu bewerten. Auf der „Glasseite“ konnten Veränderungen im Benetzungsverhalten und der Festigkeit sowie Differenzen in der chemischen Zusammensetzung der Glasoberfläche in Abhängigkeit des Schmier-

**Inst. f. Gesteinshüttenkunde, RWTH Aachen
Prof. Dr. R. CONRADT**

Zwischenbericht zum IGF/HVG/AiF-Forschungsvorhaben-Nr. 15193 N "Kondensate bei der Abgasreinigung"

Ziel des vorgeschlagenen Projektes ist es, die thermodynamischen und kinetischen Gegebenheiten im System $\text{Na}_2\text{O}-\text{H}_2\text{O}-\text{SO}_2-\text{CO}_2$ -haltiger Abgase im Kontakt mit alkalischen Sorbentien (NaHCO_3 , Na_2CO_3 , CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$) zu klären und durch Messungen an industriellen Anlagen zu verifizieren. Dadurch sollen Prozessbedingungen bei der großtechnischen Abgasreinigung in der Glasindustrie, die zur Bildung aggressiver Natriumsulfatflüsse führen, sicher erkannt und vermieden werden. Dazu soll eine möglichst vollständige thermodynamische Datenbasis des Systems $\text{Na}_2\text{O}-\text{H}_2\text{O}-\text{SO}_2-\text{CO}_2$ generiert werden, die auf die Belange von Abgasreinigungsanlagen zugeschnitten ist. Sie enthält insbesondere komplette Datensätze der Verbindungen $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ und NaHSO_4 und ihrer Mischungen im flüssigen und festen Zustand. Damit sind die Randbedingungen bestimmbar, die zur Bildung aggressiver Phasen im Abgas führen. Weiter werden Daten zur Kinetik der Kondensate der o.g. Phasen gewonnen. So kann eine Über- bzw. Untersättigung (Taupunktverschiebung), die in der Praxis aufgrund der Strömung des Abgases bzw. der Anwesenheit von Keimen und Adsorbentien zur örtlichen Verschleppung von Kondensationsphänomenen führt, beurteilt werden. Durch Konfrontation von thermodynamischen Berechnungen mit unmittelbar an industriellen Anlagen gewonnenen Daten wird die Übertragbarkeit der Ergebnisse in der Form der Definition kritischer bzw. geeigneter Prozessfenster demonstriert.

Aufgrund der widersprüchlichen und mangelnden Datenlage bezüglich der Natrium-sulfate, hier im besonderen Natriumhydrogensulfat (NaHSO_4) und Natriumpyrosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$), wurde eine ausführliche Aufarbeitung der vorhandenen Daten vorge-

mitteleinsatz detektiert werden. Eine Aussage dazu, inwieweit durch den Einsatz von Formenschmiermitteln mit bestimmter chemischer Zusammensetzung eine zielgerichtete Beeinflussung der Oberflächenschicht des Glases möglich ist, muss separaten Projekten vorbehalten bleiben, die systematisch die auftretenden Diffusionsvorgänge und Redoxreaktionen innerhalb der Heißformgebung von Glasschmelzen untersuchen.

nommen [1-11]. Es zeigte sich, dass die Angaben zum Schmelzpunkt des NaHSO_4 zwischen 178 und 315°C variieren. Die Angaben zum Schmelzpunkt des Natriumpyrosulfats hingegen sind einheitlich um 400°C angegeben. Sowohl zu Natriumhydrogensulfat, als auch zu Natriumpyrosulfat sind in den kommerziell zugänglichen Datenbanken und mit wenigen Ausnahmen in der Literatur keine weiteren Daten zu finden.

Zur Klärung der Datenlage des Natriumbisulfats und Natriumpyrosulfats wurden DTA/TG-Messungen mit einem angekoppelten Massenspektrometer (MS) vorgenommen. Anhand dieser Messungen konnte gezeigt werden, dass es bei 185°C zu einem mutmaßlichen bloßem Aufschmelzen mit direkt anschließender Zersetzung des NaHSO_4 kommt. Unsere Untersuchungen ergaben, dass – je nach Umgebungsatmosphäre – unmittelbar während des Aufschmelzens bzw. in einem kurzen Intervall nach dem Aufschmelzen ein Wasserverlust beobachtet wird. Die Reaktionen $\text{NaHSO}_4(\text{s}) \rightarrow \text{NaHSO}_4(\text{l})$ und $\text{NaHSO}_4(\text{l}) \rightarrow \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7(\text{s}) + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$ finden also je nach Randbedingungen gleichzeitig oder zeitlich versetzt statt mit einem dadurch bisher noch unbestimmten Existenzintervall für die flüssige Phase. Weitere Messungen bis 1000°C haben gezeigt, dass das Aufschmelzen des Natriumpyrosulfats bei 395°C stattfindet. Weiter kann anhand dieser Messungen beobachtet werden, dass das System zum einen vom Sauerstoffpartialdruck abhängig ist und zum anderen von der Kinetik beeinflusst wird. Die Abhängigkeiten können anhand der Freisetzung des im MS beobachteten Signals für SO_2 beobachtet werden. Dies entspricht einer Zersetzung $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{SO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2$. Die Freisetzung findet unter Inertgas-Atmosphäre bei knapp oberhalb von 200°C statt, wohingegen sie unter synthetischer Luft bei Messungen bis 300°C nicht beobachtet werden konnte. Bei Messungen mit schnelleren Aufheizraten bis 1000°C unter Inert-

gas-Atmosphäre konnte die Freisetzung erst bei 395°C beobachtet werden. Bei den Vorgängen in einer industriellen Abgasstrecke sind die beschriebenen Vorgänge natürlich in Richtung fallender Temperaturen zu lesen.

Zur Betrachtung der kinetischen Aspekte bei der Kondensation wurde am GHI eine Kondensationsstrecke entwickelt und in Betrieb genommen. Die Strecke umfasst einen zwei Zonen Ofen mit getrennt einstellbaren Heizbereichen. An den Ofen schließt sich eine aus Duran gefertigte Beobachtungsstrecke an, die es erlaubt einen Temperaturgradienten über dem Kondensationsbereich einzustellen, sowie die direkte Observation der Kondensate. Eine präzise und variable Einstellung des Temperaturgradienten ist Voraussetzung für die Untersuchungen der Kondensationsvorgänge. Sie erfolgt über Messungen und Berechnungen auf den Grundlagen zur Berechnung eines Wärmetauschers. Zusätzlich wird das Verhalten des simulierten Abgases im Ofen und in dem Kondensationsbereich mit Hilfe des Programms COMSOL simuliert.

bachtungsstrecke an, die es erlaubt einen Temperaturgradienten über dem Kondensationsbereich einzustellen, sowie die direkte Observation der Kondensate. Eine präzise und variable Einstellung des Temperaturgradienten ist Voraussetzung für die Untersuchungen der Kondensationsvorgänge. Sie erfolgt über Messungen und Berechnungen auf den Grundlagen zur Berechnung eines Wärmetauschers. Zusätzlich wird das Verhalten des simulierten Abgases im Ofen und in dem Kondensationsbereich mit Hilfe des Programms COMSOL simuliert.

A. Anhang: WEITERE FORSCHUNGSTÄTIGKEIT AUF DEM GLASSEKTOR

Die mit der HVG kooperierenden Institute führen neben den von der AiF geförderten Forschungsvorhaben eine Vielzahl weiterer Untersuchungen im Glasbereich durch. Diese Projekte werden zum Teil in enger Zusammenarbeit mit HVG-Mitglieds-

hütten durchgeführt und die Ergebnisse in den DGG-Fachausschüssen vorgetragen. Um das Bild der Forschungsaktivitäten im Glasbereich zu vervollständigen, sind diese Forschungsvorhaben im Folgenden zusammengestellt.

**Inst. f. Gesteinshüttenkunde, RWTH Aachen
Prof. Dr.rer.nat. R. CONRADT**

Modellierung und Bestimmung der chemischen Beständigkeit von Glas

Ein Forschungsschwerpunkt am Institut für Gesteinshüttenkunde (GHI) befasst sich mit dem Thema der chemischen Beständigkeit von Glas im Kontakt mit wässrigen Lösungen. Neben der Untersuchung der hydrolytischen Beständigkeit multikomponentenhaltiger Glasfamilien (CMAS, NABS, KPS, NACS in Kurzschreibweise $C = CaO$ etc.) wird besonders die Spezifikation der wässrigen Lösung betrachtet und der Einfluss von komplexen organischen Medien (Polycarbonsäuren etc.) miteinbezogen. Die Hintergründe für diese Forschungsarbeiten sind mannigfaltig, die Wechselwirkung zwischen Spülmitteln und typischen Haushaltsgläsern ist ein Beispiel. In einem laufenden Forschungsprojekt wird die Glaskorrosion in der Geschirrspülmaschine untersucht. Ein Untersuchungsschwerpunkt bildet dabei, den Einfluss von verschiedenen Geschirrspülreinigern auf die Korrosion zu charakterisieren. Der Zusammenhang zwischen Zusammensetzung und Korrosionsbeständigkeit technischer Gläser (Mineralfasern, hochresistente Gläser, optische Gläser) ist ein weiteres Beispiel für Untersuchungen der hydrolytischen Beständigkeit am GHI. Parallel zu den experimentellen Untersuchungen wird ein computergestütztes Modell zur Berechnung des Korrosionsverhaltens von Gläsern eingesetzt.

Effizienz der Energienutzung bei der Glasmelze (Eigenforschung)

Die effiziente Nutzung von Energie in der Glasindustrie spielt angesichts immer strenger werdender gesetzlicher Auflagen eine nach wie vor sehr wichtige Rolle. Dabei tritt zunehmend die Frage nach dem Limit des technisch sowie theoretisch überhaupt Machbaren auf. Konventionelle Energiebilanzen stützen sich praktisch ausschließlich auf den 1. Hauptsatz der Thermodynamik ab. Für einen Prozess, bei dem Wärmeübertragung in endlicher, technisch sinnvoll kurzer Zeit realisiert werden muss, führt dies aber zu keinen sinnvollen Aussagen bezüglich der Grenzen und Optima der

Effizienz. Es wurde ein so genanntes null-dimensionales Modell entwickelt, das die Prinzipien des zweiten Hauptsatzes der Thermodynamik und der Wärmeübertragung als Funktion der Durchsatzrate berücksichtigt und eine neuartige Beurteilung der theoretischen Grenzen bei der Energienutzung erlaubt. Dabei wurde eine wissenschaftlich fundierte und zugleich auch Nichtfachleuten kommunizierbare Formel entwickelt, die es einzelnen Betrieben gestattet, die Effizienz der eigenen Betriebsweise als Funktion von Glasart, Feuerungsart, Wannenart und -alter, Qualitätsanforderung und marktbedingter Auslastung zu beurteilen.

Gemengeschmelze

Der Gemengeschmelzprozess ist von entscheidender Bedeutung für den gesamten Glasmelzprozess. In kurzer Zeit ist ein hoher Wärmeumsatz gefordert. Nur eine höhere Abschmelzrate bei gleicher oder verbesserter Qualität des Endproduktes kann zu einer Verbesserung des Gemengeschmelzprozesses führen.

Für eine umfassende Charakterisierung des Gemengeschmelzprozesses sind die Verknüpfungen zwischen lokalen und weiträumigen Vorgängen von größter Bedeutung. Die eingesetzten Methoden umfassen DTA-TG, DSC, Massenspektrometrie, thermooptische Methoden (Probengröße bis zu 30 cm^3) sowie mit verschiedenen Sensoren ausgestattete Schmelzöfen bis zum 10 kg-Bereich. Dadurch werden die wesentlichen Vorgänge (Wärmeaufnahme, Gasfreisetzung, Auflösung kristalliner Relikte, Wärmetransport) sicher erfasst. In Ergänzung zu Messungen im 200-g-Versuch wurde im Institut einen Ofen entwickelt und gebaut für einen Probenaufnahme bis 10 kg. In diesem Maßstab werden 5 kg Gemenge auf eine bei 1250 °C vorgeschmolzene Scherbenmelze (7 kg) aufgelegt und unter einer 1450 °C heißen Strahlungsquelle (SiC-Heizelemente) gezielt aufgeschmolzen. Die verschiedenen Sensoren (Thermoelemente, elektrische Leitfähigkeit- und Temperaturleitfähigkeitssonde)

sind über die gesamte Höhe des Gemengeteppichs positioniert und erfassen online das Aufschmelzverhalten des Gemenges. Als neue Option wurde ein Strahlenflussmeter erfolgreich erprobt. Dabei wurde der zeitliche Verlauf der Wärmestrahlungsdichte in aufschmelzende Gemenge von der Einlage bis zum Stadium der Rauschmelze verfolgt.

Als weitere Neuentwicklung wurde die Rheologie aufschmelzender Gemenge untersucht. Dies geschah in enger Kooperation mit der TU Clausthal (im Rahmen des dort angesiedelten AiF-Projektes Nr. 14406 N), wobei diese die Aspekte im vorwiegend flüssigen Stadium, das GHI dagegen die Gegebenheiten im granularen und partiell aufgeschmolzenen Zustand verfolgt hat. Eine entsprechende Hochtemperatur-Scherzelle wurde aufgebaut. Das Projekt ist sehr erfolgreich abgeschlossen worden. Ausgehend von den erzielten Forschungsergebnissen wurde ein neuer Projektantrag an die AiF gestellt, um die erzielten Ergebnisse zu vertiefen und auf eine entsprechende Praxisrelevanz umzusetzen.

Entwicklung von kristallisierenden Glasloten für planare Hochtemperatur-Brennstoffzellen sowie für laserindiziertes Löten

Glas- und Glaskeramiklote wurden für planare Hochtemperatur-Brennstoffzellen entwickelt. Die Anforderung an das Glaslot war: hoher thermischer Ausdehnungskoeffizient ($11.0-13.0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), hoher elektrischer Widerstand (mehr als $2 \text{ k}\Omega/\text{cm}^2$), gute thermochemikalische Kompatibilität mit den übrigen Werkstoffen der Brennstoffzelle und Langzeitstabilität in H_2 - und H_2O - Atmosphäre bei 800°C für mehr als 40,000 Stunden. Als Ergebnisse werden der kristalline Phasenbestand, der Benetzungswinkel, die Fügeigenschaften, das Gefüge, die Reaktionsmechanismen in der Zwischenschicht, sowie die Langzeitstabilität des thermischen Ausdehnungskoeffizienten, des Mineralphasenbestandes, der Haftung und der Stabilität gegen Verdampfung diskutiert. Die Zusammensetzung der Gläser wurde anhand der konstitutionellen Komponenten berechnet. Gläser aus dem System $\text{BaO-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (B-C-A-S) haben einen höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als Gläser aus dem System $\text{MgO-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$. Im Vordergrund der Untersuchungen standen die sehr komplexen chemischen Wechselwirkungen zwischen Glaslot und Stahl. Im Rahmen eines BMFT-Verbundforschungsvorhabens sind wir an der Entwicklung von Glasloten beteiligt, die einen Fügeprozess durch laserinduziertes Löten ermöglichen sollen.

Oberflächen / Beschichtungen

In Ergänzung zu dem Fügen der Hochtemperatur Brennstoffzelle haben wir unser Arbeitsgebiet um

Beschichtungen erheblich ausgebaut. Es umfasst den ganzen Bereich von rein Glas-basierten Schichten über Metall-Glas Schichten bis zu Metallschichten. Sie bieten neue Möglichkeiten Oberflächen von Metallen oder Keramiken gezielt in Ihren Eigenschaften wie Korrosionsbeständigkeit, Wärmeleitfähigkeit oder Widerstand zu verändern. Dabei spielen glasmatrixbasierte Verbundsysteme eine entscheidende Rolle.

Politur optischer Gläser

Die Wirtschaftlichkeit des Polierprozesses wurde bisher vor allem durch eine Optimierung mechanischer Parameter verbessert. Die am Lehrstuhl durchgeführten Arbeiten zielen gleichzeitig auch auf eine Optimierung der chemischen Parameter ab.

Bei der Untersuchung der Wirkmechanismen werden als chemische Einflüsse besonders die chemische Beständigkeit der Gläser und die Wechselwirkungen an und in der Oberflächzone der Gläser in Betracht gezogen. Die Zusammensetzung der Polierflüssigkeit, die festen Phasen (Polierkorn, Abrieb, Präzipitate) in der Poliersuspension sowie das Löslichkeitsverhalten und die kolloidchemische Stabilität der Polierlösung werden analysiert. Zur verbesserten Erfassung der Mechanismen der verschiedenen Systembereiche der Politur werden Korrosionsexperimente in Form von Polierversuchen unter Variation der Chemie der Polierlösung entsprechend einer festgelegten Testmatrix sowie Untersuchungen zur Charakterisierung der Oberflächenchemie des Glases durchgeführt. Dies erfolgt durch die Charakterisierung des Oberflächenzustandes mittels (z. T. extern durchgeführten Methoden) XPS und SNMS, sowie durch AAS, HPLC und Potentiometrie.

Parallel hierzu wird die hydrolytische Beständigkeit der Gläser modelliert, so dass Aussagen zum pH-Einfluss sowie zum Alter der Lösung (Sättigungseffekte) während des Prozesses auf das Polierergebnis möglich sind.

Im Rahmen eines vorhergehenden AiF-Forschungsvorhabens wurde das Zeta-Potential von Poliersuspensionen untersucht. Ziel war es, das Agglomerationsverhalten von Feststoffen in der Poliersuspension (Polierkorn, Abrieb, Präzipitate) zu charakterisieren. Durch die verwendeten Messmethoden war es möglich, die Größenverteilung von Primär- und Agglomeratpartikeln bis weit unterhalb der Grenzen einer Lasergranulometrie zu bestimmen. Insbesondere war es möglich, durch eine parallele Messung von Ultraschalldämpfung und Elektroakustik zwischen so genannten harten und weichen Agglomeraten zu unterscheiden. Unter harten Agglomeraten verstehen wir dabei die Primärkörner und unter wei-

chen Agglomeraten eine fraktale Zusammenballung von Partikeln.

Die in dem oben genannten AiF-Projekt Nr. 13582 N erarbeiteten Ergebnisse werden unmittelbar in dem zurzeit laufenden AiF-Anschlussprojekt Nr. 14741 N „Prozesskontrolle bei der Politur optischer Gläser“ weiter genutzt. Hierbei stehen insbesondere anwendungsorientierte Fragestellungen zur Prozessoptimierung der optischen Industrie im Vordergrund. Ziel ist es Schlüsselobservable zu erarbeiten, die eine online-Verfolgung der Poliersuspension hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung ermöglicht. Ein wesentliches Ziel ist dabei die in-situ Messung des Zetapotentials. Aufgrund der sehr erfolgreichen Arbeiten der letzten Jahre, wurde ein weiterer AiF-Antrag im Bereich der Politur von optischen Linsen gestellt. Forschungsschwerpunkt in diesem Projekt ist der Einfluss des Polierpads auf die Politur.

Thermochemie des Glases, der Glasschmelze und der flüchtigen Spezies bei Gemenge- und Glasschmelze

Zur Bestimmung von Glasbildungswärmen (der Enthalpiedifferenz zwischen Glas und kristallinem Referenzzustand), Mischungswärmen (z. B. der Reaktionswärme bei der Gemengeschemelze) einschließlich partieller Wärmen, rein thermische Wärmen (z.B. der benötigten Wärmemenge zum reinen Aufheizen von Glas oder von Gemengekomponenten bei der Glasschmelze) stehen am Institut für Gesteinshüttenkunde diverse Kalorimeter (Einwurf-, Lösungs- und dynamische Kalorimeter) zum Teil bis 1500 °C zur Verfügung.

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin Leiter: Dr.rer.nat. W. A. SCHILLER

Über das Sintern von LTCC

Der globale Trend zur Miniaturisierung und Funktionserweiterung mikroelektronischer Baugruppen und Systeme erfordert deutliche Fortschritte bei der Aufbau- und Verbindungstechnik (Packaging). Eines der gegenwärtig innovativsten Packaging-Konzepte basiert auf der Low Temperature Co-fired Ceramics (LTCC)-Multilayer-Technik. Der überwiegende Teil kommerzieller LTCC-Werkstoffe gehört zum Typ der glaskeramischen Composite (Glass Ceramic Composites, GCC). Obwohl LTCC-Werkstoffe vom GCC-Typ bereits seit mehreren Jahren in Großserie produziert werden (EPCOS, BOSCH u. a.), sind die komplexen festkörper-physikalischen und -chemischen Vorgänge

Zur Untersuchung von thermochemischen Aktivitäten einzelner oxidischer Komponenten in der Glasschmelze, als Grundlage jedes Korrosions- und Emissionsvorganges, stehen diverse Messzellen mit ionenselektiven Fest-stoffelektrolyten (z.B. für Sauerstoff, Natrium, Silber oder Calcium) in Ofeneinrichtungen bis zu einer Temperatur von 1250°C zur Verfügung.

Der Stoffübergang von Glasschmelzen verschiedener Typen aufgrund von Verdampfung, reaktiver Verdampfung und Blasenbildung wird als Funktion von Temperatur, Druck und Expositionszeit untersucht. Nach der Mitführungsmethode, unter zum Teil reaktiven Atmosphären, werden die Reaktionsprodukte aufgefangen und analysiert. Blasen- und Schaumbildung können in Abhängigkeit von Druck, Temperatur und Atmosphäre online in einem speziellen Ofen mit Abschreckvorrichtung bis max. 1600°C beobachtet, aufgezeichnet und Proben präpariert werden.

Mit einer speziellen Kopplung von Normaldruck - DTA/TG bis 1600 °C mit einem Quadrupol-Massenspektrometer (Messbereich bis 1024 AMU) können Gewichtsänderungen und effundierende Gasspezies bei der Glas- und Gemengeschemelze zur Korrelation gebracht werden.

Die Arbeiten werden unterstützt durch die hausinterne Entwicklung thermodynamischer Modelle und Algorithmen. Es wurde eine auf kommerzieller Software lauffähige Synthese des hauseigenen konstitutionellen Modells und des quasi-chemischen Modells für Systeme mit bis zu 20 Oxidkomponenten etabliert.

beim Sintern noch nicht vollständig verstanden. Es fehlen auch praxisnahe Sintermodelle auf Basis messtechnisch zugänglicher Kennwerte zur quantitativen Beschreibung bzw. Berechnung des Schwindungsverhaltens als Funktion von Temperatur, Zeit und Druck.

Im Rahmen eines DFG-Vorhabens, gemeinsam mit der TU Clausthal (J. Deubener), wurde unter Leitung von R. Müller versucht, erste Ansätze zur kinetischen Modellierung der Sinterung von LTCC-Werkstoffen zu entwickeln. Hinsichtlich der zu beachtenden Komplexität von simultan ablaufenden und miteinander wechselwirkenden Prozessen (z.B. der Einfluss partieller Auflösungs Vorgänge auf die Viskosität der Flüssigphase) sollten

dabei möglichst einfache Modellierungsansätze ausgewählt und getestet werden. Die bisherigen Ansätze basieren auf den klassischen Sintermodellen von *Frenkel* sowie von *Mackenzie und Shuttleworth* und berücksichtigen weder die Partikelgrößenverteilung des Komposit-Pulvers noch die effektive Viskosität der glasig-kristallinen Flüssigphase (Suspension). Laufende Arbeiten sollen den Effekt von Auflösungsprozessen der kristallinen Dispersphase auf das Sinter- und Kristallisationsverhalten aufklären. Um den Einfluss der verschiedenen Teilprozesse auf die Schwindung zu verstehen, wurden zwei verschieden vereinfachte Modell-Stoffsysteme untersucht, die in Tabelle 1 zusammengestellt sind.

Die bisherigen Untersuchungen konzentrierten sich auf den Einfluss des Volumenanteils der kristallinen Dispersphase. Die Schwindungskurven für das Modell-Stoffsystem I in Abhängigkeit von Φ wurden experimentell bestimmt und nach [1] gefittet. Die Modellierung bezieht dabei die experimentell bestimmte effektive Scherviskosität mit ein. Mit Erhöhung von Φ nimmt die Viskosität η_{rel} stark und nichtlinear zu, die Schwindungsrate entsprechend ab und die Dichtbrandtemperaturen werden zu deutlich höheren Temperaturen verschoben (um bis zu 170 K). Die Anpassung der Schwindungskurven gelang unter der Annahme, dass die für die Schwindung wirksame Volumenviskosität während des Sinterns mit dem Anwachsen der benetzten Oberfläche der Dispersphase von der Glasviskosität auf η_{eff} anwächst. Das Sintermodell lässt sich bis $\Phi < 0,4$ gut anwenden und erklärt auch die beobachtete Verringerung der maximal erreichbaren Schwindung. Diese Ergebnisse sind in [1] ausführlich dargestellt.

Die Schwindungs- und die DTA- Kurven für den Modell-Werkstoff II (mit $\Phi = 0,25$) zeigen, dass die Sinterkinetik durch die Wollastonit-Kristallisation und die Phasengrenzreaktion zwischen Glas-schmelze und Korund gesteuert wird. Wesentlich dabei sind die Korund-Auflösung in der Glas-schmelze und die Bildung von Anorthit als Reaktionsprodukt. Beides führt zunächst zur Erhöhung der Glasviskosität (und somit auch der effektiven Viskosität). Durch Anreicherung von B_2O_3 in der Restglasphase während des Spätstadiums der Sinterung wird schließlich „gegengesteuert“, und die Sinterung führt zu einem dichten Gefüge mit einem Restporengehalt unter 3%.

Zusammenfassend lässt sich bereits aus den vorliegenden Ergebnissen ableiten, dass die Untersuchung der Kristallisations- und Reaktionsvorgänge beim Sintern der glaskeramischen Komposite (GCC) zur Optimierung ihres Phasenbestandes und damit zur Verbesserung der Eigenschaften dieser LTCC-Werkstoffe beitragen werden. Die kinetische Simulation des Sinterns unter Be-

rücksichtigung dieser komplexen Vorgänge ist Gegenstand der noch laufenden Projektarbeit.

Tabelle 1: LTCC-Modell-Stoffsysteme vom GCC-Typ. Zusammensetzung: $(1-\Phi)$ Glas + Φ Kristallphase (mit Volumenbruch $\Phi = 0 - 0,45$), Partikelgrößenverteilung (für Glas und kristallinen Stoff jeweils gleich) $d_{50} = 3 \mu m$

	Stoffsystem I („nichtreaktiv“)	Stoffsystem II („reaktiv“)
Glas [Mol.-%]	12 BaO-9 Al ₂ O ₃ -15 B ₂ O ₃ - 64 SiO ₂	38 CaO-5 Al ₂ O ₃ -7 B ₂ O ₃ - 50 SiO ₂
Kristallphase	Korund	Korund
Kristallisation *	keine	Wollastonit
Korund-Auflösung *	nahezu keine	relativ stark
Phasen-neubildung *	keine	Anorthit

* im typischen LTCC-Sinterintervall: 20 min < 900°C

Literatur:

[1] R. Müller, M. Eberstein, S. Reinsch, W. A. Schiller: Eur. J. Glass Sci. Technol. B, 2007, 48 (3) 259-266

Sensorkontrolliertes Entbindern

Die Herstellung von Hochleistungskeramiken erfolgt in der Regel aus synthetischen, nichtplastischen Rohstoffen (Pulvern). Zur keramischen Formgebung dieser Pulver ist deshalb eine nachträgliche Plastifizierung zwingend notwendig. Das erfolgt durch Zugabe von organischen Hilfsstoffen. Art und Menge der Hilfsstoffe sind von den Pulvereigenschaften und vom jeweiligen Formgebungsverfahren abhängig. Nach der Formgebung müssen die organischen Hilfsstoffe vollständig aus den Grünkörpern entfernt werden. Diesen Prozessschritt nennt man Entbindern, und es erfolgt zumeist durch langsame thermische Beheizung der Grünkörper in definierter Atmosphäre. Das Entbindern ist vielfach geschwindigkeitslimitierend für die Keramikherstellung insgesamt, da zur Vermeidung von Gefügefehlern im Grünkörper durch zu hohe Gasabgaberraten üblicherweise Heizraten unterhalb 3 K/min verwendet werden müssen. Eine Optimierung dieses Prozesses durch eine gasabgabekontrollierte Regelung der Entbinderung birgt ein hohes Potential zur Einsparung von Energie und Zeit. Ferner wird durch ein dementsprechend gesteuertes Heizregime ein so schonendes thermisches Entbindern erreicht, welches Gefügeschädigungen durch zu hohe

Entbinderungsraten vermeidet und so wesentlich zur Herstellung defektfreier keramischer Bauteile beiträgt.

Im Rahmen eines AiF -Vorhabens (Leiter: M.Gaber) mit der DKG wurde in enger Kooperation mit kleinen und mittelständischen Unternehmen der Einsatz von Gassensoren zur gasabgabekontrollierten Regelung eines speziellen Entbinderungssofens untersucht. Im kleineren Maßstab konnte mit Hilfe einer Thermowaage gezeigt werden, dass bei der Steuerung des Heizprogramms durch die registrierten Masseverlusten deutliche Prozesszeitverkürzungen (über 50 %) möglich sind. Das konnte dadurch erreicht werden, weil während „unkritischer“ Prozessphasen deutlich höhere Heizraten gefahren werden konnten. Die Signale der gleichzeitig an den Gasstrom gekoppelten verschiedenen Gassensoren korrelierten dabei gut mit den registrierten Masseverlusten. Zum Einsatz kamen dabei sowohl Kohlenwasserstoff- als auch CO₂ -Sensoren, wobei letzteren jedoch ein Oxidations-Katalysator vorgeschaltet werden musste.

Während eine in situ-Masseverlustmessung in Industrieöfen mit vielfältigen Schwierigkeiten verbunden ist, erscheint der Einsatz von Gassensoren zur Regelung des Entbinderungsprozesses technisch einfacher lösbar und ist nach unseren Untersuchungsergebnissen Erfolg versprechend.

Ausführlicher wird über unsere Ergebnisse zum sensor kontrollierten Entbindern von keramischen Grünkörpern im Jahresbericht 2007 der BAM und auf dem 14. Keramiktag der BAM im Mai 2008 berichtet.

Qualifizierung und Optimierung von Lichtwellenleitern aus Kieselglas für Laser-Hochleistungsanwendungen

Angesichts zunehmender Anwendungsfelder für laserbasierte Bearbeitungstechniken (z. B. Materialbearbeitung, Medizin) steigt die Nachfrage nach Glasfasern zum Transport hoher Lichtleistungen (Hochleistungsfasern). Die Übertragungsleistung herkömmlicher Fasern wurde durch Auswahl geeigneter Werkstoffe für den Faserkern (spezielle hochreine SiO₂-Gläser) und den Mantel (z.B.: F-dotierte SiO₂-Gläser) sowie durch Vergrößerung der Faserdurchmesser erhöht. Dennoch ist das Leistungsvermögen komplexer optischer Systeme hinsichtlich Strahlqualität und Transmissionsvermögens durch die Glasfasern heute noch limitiert. Neben geometrischen Parametern und dem Absorptionsverhalten ist die Laserzerstörungsschwelle der Fasern dafür entscheidend.

Das von M. Eberstein und dem Berliner Faserhersteller FiberTech GmbH initiierte Projekt hatte die Erarbeitung von belastbaren Grenzwerten für die

Laser-Zerstörungsfestigkeit von Hochleistungsfasern zum Ziel. Es sollten zunächst materialstrukturelle Einflüsse auf die Laserzerstörungsschwelle untersucht werden, da beim Faserziehen die SiO₂-Schmelze der Preform sehr schnell auf Raumtemperatur abgekühlt wird und der Einfluss der fiktiven Temperatur auf die Zerstörungsschwelle der resultierenden Glasfasern nicht bekannt ist. Um definierte Temperatureffekte zu untersuchen, wurden Proben aus dem Preform-Material genommen, definierten Temperaturbehandlungen unterworfen und die Laserzerstörungsschwelle bestimmt. Für diese Untersuchungen wurde im Rahmen des Projektes ein Messplatz zur Bestimmung der laserinduzierten Zerstörungsschwelle (ISO 11254-1) aufgebaut. Die Messungen wurden im BAM-Fachbereich „Oberflächentechnologien“ (J. Krüger) durchgeführt. Im zweiten Projektteil wurden von FiberTech Fasern unter variierenden Bedingungen hergestellt und anschließend ihre Laserzerstörungsschwelle bestimmt.

Temperaturbehandelte Kompaktproben des Faserpreform-Materials Suprasil F300 (Heraeus, Hanau) weisen bei Einzelpulsbeaufschlagung eine höhere Zerstörungsschwelle auf als unbehandelte Proben. Die Zerstörungsschwelle steigt mit der Behandlungstemperatur zwischen 1100 °C und 1500 °C an. Für den Laserbeschuss von zylindrischen Kompaktproben mit unterschiedlicher Politur und Wärmevergeschichte mit Pulsen von 15 ns Dauer und 1064 nm Wellenlänge können laserinduzierte Zerstörungsschwellen zwischen 220 und 350 J/cm² bei 1-on-1-Messungen beobachtet werden. Die untersuchten Faserproben (Kernmaterial mit Kompaktproben identisch) weisen mit einer Ausnahme alle zumindest eine Zerstörungsschwelle von 65 J/cm² (532 nm) bzw. 210 J/cm² (1064 nm) auf. Die Faserart mit der höchsten Zerstörungsschwelle weist Werte von 175 J/cm² (532 nm) bzw. 570 J/cm² (1064 nm) auf. Die letztgenannten Kennwerte der Fasern sind deutlich höher als die höchsten Zerstörungsschwellen entsprechender Preform-Produkte.

Mikrostrukturierung von Glas durch Heißprägen von beschichteten Glaswafern (Aktenzeichen 245 ZBR)

Das Fraunhofer Institut für Werkzeugmaschinen und Umformtechnik Chemnitz und das Otto-Schott-Institut für Glaschemie der Universität Jena forschen im Rahmen der industriellen Gemeinschaftsforschung der AIF im Auftrag der Europäischen Forschungsgemeinschaft für dünne Schichten (EFDS) und der Hüttentechnischen Vereinigung der Glasindustrie (HVG) zur Mikrostrukturierung von Glas durch Heißprägen von beschichteten Glaswafern (Aktenzeichen 245 ZBR). Unterstützt wird das Projekt durch die Mitgliedsfirmen der beiden Forschungsvereinigungen sowie durch mehrere Anwender mikrostrukturierter Gläser aus dem Bereich der Mikrofluidik.

Ziel der Forschungsarbeiten ist die Herstellung von Kavitäten unterschiedlicher Geometrien und Abmessungen im mm- und μm -Bereich in anorganischen Gläsern durch die Heißformgebung. Die Anwendungen überstreichen dabei die Mikrofluidik, die Optoelektronik, das Packaging bis hin zur Solartechnik. Andere Strukturierungsverfahren von Glas zum Einbringen von Mikrostrukturen (Ätzen, Spanen, Strahlabtragen) sind entweder sehr teuer, geometrie- bzw. glasartbeschränkt oder schädigen das Glas in der Nähe der Bearbeitungsstelle. Dies macht die Heißformgebung zu einem ökonomisch sehr interessanten Verfahren, vor allem bei der Herstellung größerer Stückzahlen.

Im Gegensatz zum Blankpressen muss bei hohen Aspektverhältnissen und Strukturbreiten im μm -Bereich unter isothermen Prozessbedingungen abgeformt werden, wobei die alleinige Beschichtung der Formwerkzeuge zur Verhinderung von Klebeerscheinungen zwischen Glas und Werkzeug bisher wenig erfolgreich war. Abweichend von dieser Vorgehensweise wird hier versucht, mittels einer Beschichtung des Glases, nicht des Werkzeugs, eine Entkopplung der Viskosität im Volumen und des Klebeverhaltens an der Oberfläche zu erzielen. Eine dünne, haftfeste Schicht auf dem Glas dient als Trennung von Substrat und Werkzeug. Diese muss in gewissen Grenzen duktil sowie mechanisch und chemisch stabil sein. Prinzipiell eignen sich dafür dünne Metallschichten, amorpher Kohlenstoff oder keramische Schichten.

Die Vorteile der Glasbeschichtung liegen auf der Hand: Bei jedem Umformvorgang herrschen identische Anfangsbedingungen und es tritt kein Schichtverschleiß auf. Die Beschichtung von Flachglas mit dünnen duktilen Schichten ist Stand der Technik und auch die Anforderungen an die Beschichtung sind sehr viel einfacher als an eine Werkzeugbeschichtung. Außerdem ist durch diese Technologie eine breitere Auswahl an Werkzeugwerkstoffen möglich.

Die ersten Ergebnisse zur Untersuchung der Schichtstabilität und Eignung der Beschichtungen zur Minimierung bzw. Aufhebung der Haftkräfte und Klebeneigung am Glas sind äußerst vielversprechend. Es erschließt sich ein stark erweiterter Temperaturbereich für die Heißformgebung von Glas, was eine Umformung bei niedrigeren Viskositäten erlaubt. Somit lassen sich mit diesem Verfahren auch Gläser mit einer ausgeprägten Klebeneigung, wie beispielsweise Borsilicatglas, mittels der Heißformgebung strukturieren.

Verbesserung des direkten Wärmeeintrages in die Glasschmelze durch Optimierung der Verbrennungsparameter bei unterschiedlichen Befeuerungsarten (Spektral 2), (AiF-FV Nr. 15015 N)

Dr.-Ing. A. GIESE

Ziel dieses Forschungsvorhabens ist es, einerseits die Ergebnisse des Vorgängerprojektes SPEKTRAL (ZUTECH-Nr. 80 ZN) an einer produzierenden Glasschmelzwanne umzusetzen und andererseits die spektrale Wärmeübertragung für andere Befeuerungsarten (Öl, Sauerstoff, ...) zu untersuchen und an die Erfordernisse der Glasschmelze anzupassen.

In Abstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss soll vorrangig die langfristige Erprobung der Sekundärgaszuführung an einer produzierenden Glasschmelzwanne behandelt werden. Hierzu führte das GWI im Jahr 2007 eine Vielzahl von Simulationsrechnungen durch, deren Ergebnisse zur Ermittlung einer optimalen Position der Sekundärgaszufuhr dienen. Dabei musste beachtet werden, dass die Strömungsverhältnisse in der Wanne relativ unbeeinflusst bleiben sowie das Glasbad und das Gewölbe nicht überhitzt werden. Im Bild 1 sind einige Variationen der Sekundärgaszufuhr dargestellt.

Die Umsetzung der Sekundärgaszufuhr ist für Anfang 2008, abhängig von der Produktion beim Projektpartner, geplant. Im Anschluss sind analoge Untersuchungen für eine ölbefeuerte Glasschmelzwanne vorgesehen.

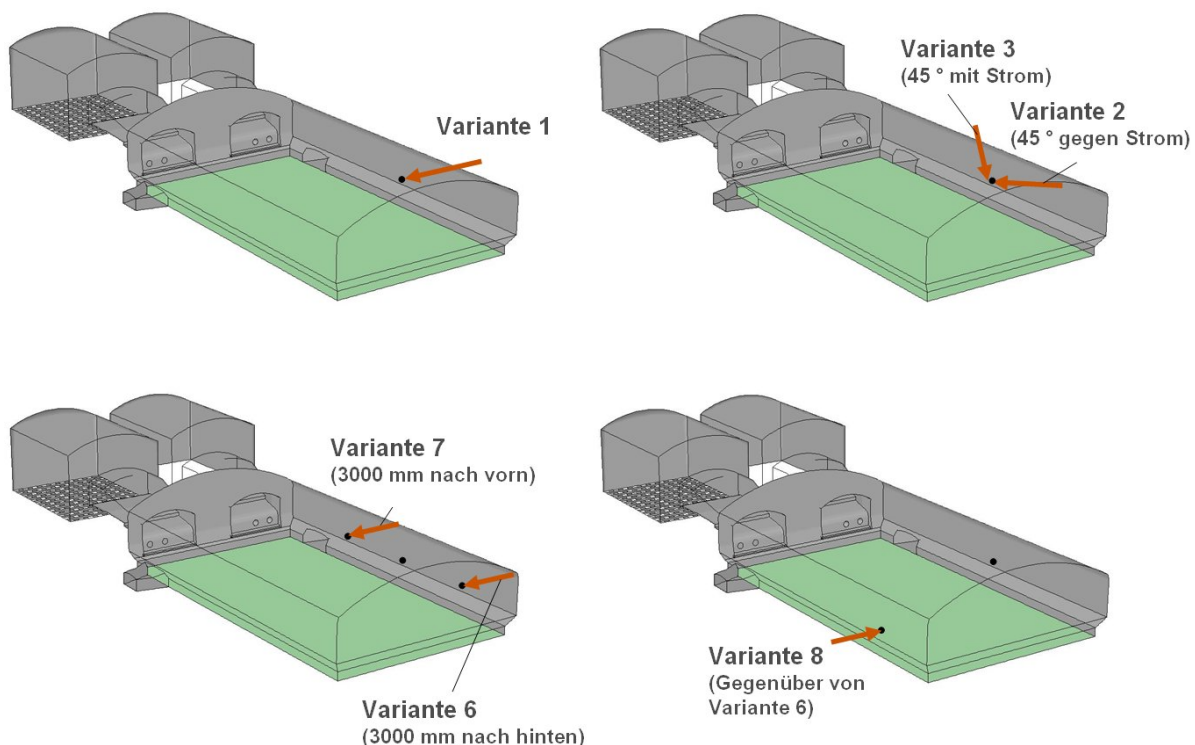


Bild 1. Variation der Sekundärgaszuführung

Energieeinsparung und NO_x-Minderung an regenerativ befeuerten Glasschmelzwannen durch verdünnte Verbrennung – „Verdünnte Verbrennung“ (AiF-Nr.: 14755 N)

Im Rahmen dieses von der AiF geförderten Forschungsprojektes wird das Prinzip der verdünnten Verbrennung an regenerativ befeuerten Glasschmelzwannen angewandt und seine Vorteile bei der NO_x-Minderung untersucht. Dazu werden verschiedene interne und externe Abgasrezirkulationskonzepte auf ihre Tauglichkeit hin betrachtet. Die experimentelle und numerische Untersuchung des IST-Zustandes zweier produzierender Glasschmelzwannen und einer handelsüblichen Brennerlanze am GWI-Versuchsofen standen im Vordergrund der ersten Arbeitsschritte. Durch die Auswahl geeigneter Modellkombinationen (Turbulenz und Verbrennung) konnten die Strömungs-

und Wärmeübertragungsvorgänge im Oberofen gut wiedergegeben werden. Im Anschluss daran erfolgte die Auslegung und Analyse der Abgasrezirkulationskonzepte am Rechner. Als viel versprechende Variante hat sich hierbei die Zumischung von Abgas in den Luftstrom herausgestellt. Diese Variante wurde am GWI-Versuchsofen umgesetzt. Die guten NO_x-Minderungseigenschaften konnten bestätigt werden. Im unteren Bild sind die dimensionslosen berechneten und gemessenen NO_x-Emissionen für eine Flammeneinstellung dargestellt. Die NO_x-Emissionen konnten bis zu 45 % reduziert werden. Im letzten Arbeitsschritt ist die Übertragung dieses Konzeptes auf die produzierenden Wannen am Rechner geplant. Bei Erfolg versprechenden Ergebnissen ist die Beantragung eines Nachfolgevorhabens geplant, welches die Umsetzung an produzierenden Wannen vorsieht.

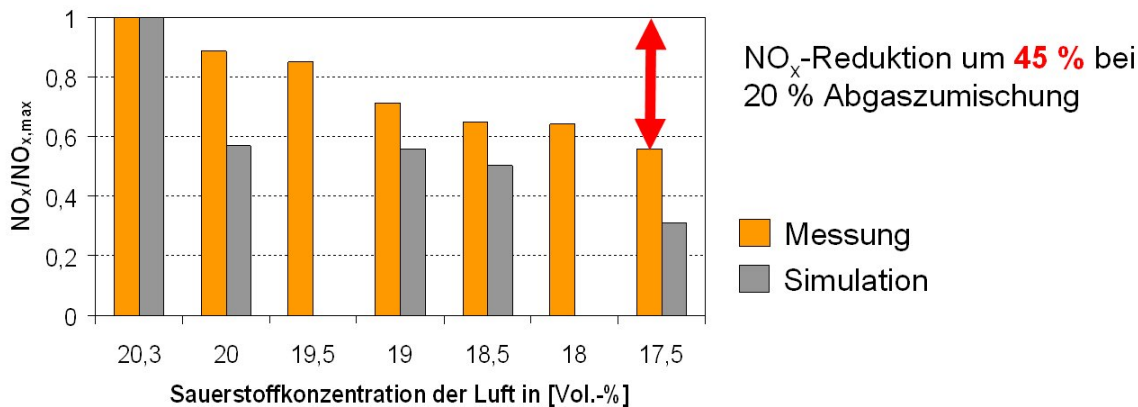


Bild 1. Vergleich der berechneten und gemessenen NO_x-Emissionen für eine externe Abgasrezirkulation.

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg Prof. Dr. P. GUMBSCH

Heißformgebung von optischen Linsen aus Chalkogenid-Gläsern

In der Sensor- und Sicherheitstechnik gewinnen optische Systeme für Wärmestrahlung im mittleren Infrarot (Wellenlängenbereich 1,5–20 µm) zunehmend an Bedeutung, und die Nachfrage z.B. nach Nachtsichtgeräten in Automobilen steigt stetig an. Die benötigten optischen Komponenten für solche Systeme werden bisher meist aus kristallinen optischen Materialien wie z.B. Germanium oder Zinkselenid durch Schleifen und Polieren bearbeitet. Linsenflächen mit asphärischen Konturen, wie sie für kompakte Kameras benötigt

werden, können bei einigen optischen Materialien durch Diamantdrehen in teurer Einzelstückfertigung angearbeitet werden.

Für die Serienproduktion von optischen IR-Komponenten bietet sich der Einsatz von Chalkogenid-Gläsern an. Durch thermoplastische Umformung können aus solchen Gläsern auch komplizierte Linsengeometrien in Replikattechnik geformt werden. Bislang sind allerdings noch keine Heißformgebungsverfahren und Formenmaterialien verfügbar, mit denen Komponenten aus Chalkogenid-Gläsern hinreichend präzise heißgepresst werden können, so dass die optischen Funktionsflächen

nicht noch spanabtragend nachbearbeitet (poliert) werden müssen.

Für die Verfahrensentwicklung zur Präzisionsformung von Linsen aus Chalkogenid-Gläsern (Ge-As-Se) durch einen kostengünstigen Heißformprozess wurden im Fraunhofer IWM systematische experimentelle Untersuchungen durchgeführt. In Pressversuchen unter definierter Atmosphäre wurden die Wechselwirkungen verschiedener Chalkogenid-Gläser mit unterschiedlichsten Formenwerkstoffen und Formenbeschichtungen analysiert und schließlich Formenbeschichtungen entwickelt, mit denen ein deutlich verbessertes Standzeitverhalten gegenüber unbeschichteten Formen erreicht wird.

Für die Durchführung von Pressversuchen wurde eine neue Heißpressapparatur aufgebaut, mit der unter Schutzgas, an Luft und unter Hochvakuum gepresst werden kann. Damit wurden Untersuchungen zum Einfluss von Prozessparametern (Temperatur-Kraft-Zeit-Verläufe), Glas-Rohteilgeometrien und thermischen Eigenschaften verschiedener Formenmaterialien auf Konturgenauigkeit und Oberflächengüte durchgeführt und Prozessfenster ermittelt. Um die im Umformprozess auftretenden Schrumpfungen von Linsen vorauszuberechnen, wurde ein numerisches Finite-Elemente Simulationsmodell erstellt und angewendet. Die Verfahrensführung wurde anhand von Linsen mit verschiedenen Konturen (konkav, konvex) aus mehreren Chalkogenid-Glasarten verifiziert. Für die Linsen im Durchmesserbereich bis 12 mm wurde eine reproduzierbare Konturgenauigkeit von 0.1 µm erreicht. Die erhaltenen Radien der Linsenflächen zeigen eine gute Übereinstimmung mit den numerisch berechneten Werten.

Arbeitsgruppe: Anorganisch Nichtmetallische Materialien, Fachbereich Physik, Martin-Luther-Universität Halle – Wittenberg
Prof. Dr.-Ing. H. ROGGENDORF

Untersuchungen an Alkalisilicatsolen sowie daraus hergestellten Brandschutzmaterialien

Alkalisilicatsole sind als Wasserglas bekannt und werden durch Auflösen binärer Alkalisilicatgläser oder durch Dispergieren silicatischer Kolloide in Alkalilaugen hergestellt. Ein großer Teil des SiO₂ ist von Form von Kolloiden in den Solen enthalten. Beim Dispergieren silicatischer Kolloide wird eine anfängliche Partikelgröße vorgegeben. Durch Lösungsvorgänge ändert sich die Partikelgrößenverteilung in Richtung eines metastabilen Gleichgewichtszustandes.

Die Forschungsarbeiten wurden mit Mitteln des BMWA durch den Projektträger VDI/VDE-IT (Berlin) unterstützt.

Lötprozesse zum Fügen von Optikelementen aus Glas mit Metall

Lötprozesse und Schichtmaterialien für die Fügung von Metallen mit Gläsern wurden untersucht und entwickelt. Diese Schichtmaterialien sind bezüglich ihrer mechanischen und chemischen Eigenschaften an die Lot- und Substratmaterialien sowie die Prozessbedingungen angepasst und tragen zu einer verbesserten Haftung in der Glas-Metall Grenzfläche bei. Einen Schwerpunkt bildeten fraktographische Analysen sowie Festigkeitsuntersuchungen an Lötungen, die beispielsweise in mikrooptischen Komponenten zum Einsatz kommen. Die durchgeführten Schadensanalysen lieferten wertvolle Hinweise auf festigkeitsrelevante Prozessparameter, wie z.B. Oberflächengüte des Glases, räumliches und zeitliches Profil des Energieeintrags beim Löten, Haftung und Benetzungsverhalten des Lotmaterials. Dadurch konnte eine anwendungsspezifische Anpassung von Lötsschichten und -prozessen durchgeführt werden. Die Prozesse wurden im Hinblick auf eine möglichst geringe Schädigung des Glases sowie gute Haftung des Lots optimiert. Unterstützt wurden die Untersuchungen und Prozessoptimierungen zum einen durch numerische FEM-Simulationen der Spannungs- und Temperaturprofile, zum anderen durch Qualifizierung einzelner Prozessschritte bzgl. ihres potenziellen Schädigungseintrags.

Beim Trocknen von wässrigen Alkalisilicatsolen entstehen feste röntgenamorphe Materialien, die noch beträchtliche H₂O - Gehalte haben. Solche Materialien bilden die Basis einiger Brandschutzgläser. Die Struktur der Materialien ist von ihrem Wassergehalt abhängig. Beim Erhitzen der Materialien lassen sich strukturelle Übergänge vom Kolloidglas zum Gel zum Sol nachweisen.

Aktuelle Untersuchungen befassen sich mit folgenden Themen:

- Kinetik der Gleichgewichtseinstellung in silicatischen Solen und damit verbundene Eigenschaftsänderungen.
- Einsatz alternativer Rohstoffe zur Herstellung von Wasserglas.
- Einsatz mehrerer thermoanalytischer Methoden zur Charakterisierung von Phasenübergängen in getrocknetem Wasserglas.

Korrosion von Gläsern

Technische Alkalisilicatgläser werden als Ausgangsmaterial für die Herstellung von Alkalisilicatlösungen (Wasserglas) benutzt. Der Herstellungsprozess kann als extreme Glaskorrosion betrachtet werden. Die Korrosion der Gläser wird daher untersucht, um den technischen Prozess der Wasserglasherstellung besser zu verstehen und zu überprüfen ob gängige Vorstellungen zur Glaskorrosion auch auf gut lösliche Gläser übertragbar sind.

Folgende Gläser wurden korrodiert:

- Natriumsilicatgläser der Zusammensetzung $x\text{Na}_2\text{O} \cdot (1-x)\text{SiO}_2$ ($0 \leq x \leq 0,4$).
- Mischalkaligläser der Zusammensetzungsreihe $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ – $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$.

Als Korrosionsmedien wurden eingesetzt:

- Alkalilaugen mit variierter Konzentration,
- H_2O sowie
- Salzlösungen (z. T. mit variierter Konzentration).

Im Mittelpunkt der neueren Arbeiten stand die pH-Abhängigkeit der Korrosionskinetik von Natriumsilicatgläsern. Da in statischen Korrosionsversuchen der pH-Wert durch Aufkonzentration von Alkalien deutlich verändert wird, wurden dynamische Korrosionsversuche angewendet, in denen das Korrosionsmedium mit konstantem Fluss durch den Probenbehälter gepumpt wird. Dadurch stellt sich nach kurzer Zeit auch ohne Einsatz von Pufferlösungen ein konstanter pH-Wert ein.

In weiteren Versuchen wird das Korrosionsverhalten von Schlackengläsern untersucht, was für das Verständnis ihres Verhaltens als Bindemittel wichtig ist.

Modifizierung von Natronkalkgläsern durch Fremdionen und Nanopartikel

Dr. M. Dubiel

Im Rahmen dieser Thematik werden Untersuchungen zum Einbau von Fremdionen in Gläser sowie in einigen Fällen deren nachfolgende Reduktion und Bildung von Metallnanopartikeln in der Glasmatrix und die Charakterisierung der daraus resultierenden Eigenschaften durchgeführt. Als Methoden zur Synthese der Spezies kommen der Ionenaustausch über Nitratschmelzen, die Ionenimplantation und die Ionen- bzw. Laserbestrahlung einschließlich von entsprechenden thermischen Behandlungen zur Anwendung. Von Interesse sind die spezifischen optischen, mechanischen und elektrischen Eigenschaften der modifizierten Glassysteme. Neben diesen Eigenschaften werden Untersuchungen zur Struktur mit Hilfe der Röntgenabsorptionsspektroskopie, Röntgenkleinwinkelstreuung und der Elektronen-mikroskopie durchgeführt, um eine gezielte Einstellung der makroskopischen Parameter zu ermöglichen. Derzeitige Schwerpunkte der Untersuchungen sind:

- Analyse und Modellierung der Diffusion und Reduktion von Silberionen sowie der Elementarmechanismen der Bildung kristalliner Metallpartikel in Gläsern
- Kombination von elektronenmikroskopischen Verfahren, der Röntgenabsorptionsspektroskopie, der Röntgenkleinwinkelstreuung und der optischen Spektroskopie zur Identifizierung von mono- und bimetalischen Ag-Au-Partikelsystemen
- Charakterisierung der Valenzzustände von Fe- und Ti-Ionen sowie deren struktureller Umgebung in Verbindung mit Relaxationsprozessen in der Glasmatrix.

Charakterisierung der Innenoberflächen von Glaskapillaren

Mit Hinblick auf die Verziehbarkeit zu Mikrokapillaren wurden Untersuchungen der Innenoberflächen von Glaskapillaren verschiedener Gläser durchgeführt. Betrachtet wurden Gläser die an Luft auf unbestimmte Zeit, als auch solche, die mehrere Tage in Wasser bei Raumtemperatur und erhöhter Temperatur gelagert wurden. Bei den gezielt behandelten Gläsern wurden Korrosionserscheinungen festgestellt, die deutlich stärker waren als bei jenen, die an Luft gelagert wurden. Die Schädigungsphänomene (z. B. Kristallisationen, Diffusionshöfe, tropfenförmige Erhebungen) waren jedoch die gleichen. Nach der Lagerung an Luft ist vor allem die Inhomogenität bemerkenswert: mit dem REM wurden an verschiedenen Stellen sehr unterschiedliche Grade der Veränderung detektiert. Es wird vermutet, dass diese Effekte Auswirkung auf die Oberflächenspannung und damit auf das Verhalten beim Verziehen haben

Kristallisation von dotiertem Bariumhexaferrit in starken magnetischen Feldern

Aufbauend auf vorangegangenen Untersuchungen zur Kristallisation von undotiertem Bariumhexaferrit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) in schnellgeköhlten Gläsern der Zusammensetzung 40 BaO – 33 B_2O_3 – 27 Fe_2O_3 (Mol-%) wurden Untersuchungen zur Kristallisation von $\text{Co}^{2+}/\text{Ti}^{4+}$ - dotiertem Bariumhexaferrit ($\text{BaFe}_{10,76}\text{Co}_{0,62}\text{Ti}_{0,62}\text{O}_{19}$) in starken magnetischen Gleichfeldern (> 1 T) durchgeführt. Dazu wurde ein cryogenfreier Hochfeldmagnet (cryogenic limited, max. 5 T) mit einsetzbarem Hochtemperaturofen (Xerion) genutzt. Die Forschung soll Erkenntnisse darüber liefern ob mittels starker magnetischer Gleichfelder Einfluss auf die Kristal-

lisation von Bariumhexaferrit bzw. den Einbau paramagnetischer Ionen in dessen Gitter genommen werden kann. Zu diesem Zweck werden bei den mittels Thermoanalyse (STA 409 PC Netzsch) gefundenen Reaktionstemperaturen Temperungen mit und ohne äußeres Feld durchgeführt. Die Proben werden hinsichtlich möglicher Entmischungs-, Kristallisations- und Oberflächeneffekte (REM, AFM, Lichtmikroskopie) untersucht. Es erfolgen Analysen an den durch die Kristallisation im Magnetfeld gewonnenen Submikro – Pulvern zur Bestimmung der statischen magnetischen Eigenschaften (VSM), ihrer Kristallstruktur (XRD) sowie der chemischen Zusammensetzung (ICP, Nasschemie). Bisherige Ergebnisse zeigen, dass das äußere magnetische Feld sowohl einen Einfluss auf die Keimbildung als auch auf das Wachstum der Kristallphasen hat, was unter anderem eine Änderung der statischen magnetischen Eigenschaften (insbesondere der Sättigungsmagnetisierung) bewirkt.

- [1] Bernd Hamann; Uwe Schadewald; Yvonne Ludwig; Werner Ertel-Ingrisch; Alban Pothérat , Kristallisation von Bariumhexaferrit in starken magnetischen Gleichfeldern : Abschlussbericht der Nachwuchsforschergruppe Electromagnetic Processing of Materials (EPM), Techn. Univ. (Ilmenau), 2007
- [2] U. Schadewald, B. Halbedel, H. Romanus, D. Hülsenberg, New Results of the Crystallization Behaviour of Hexagonal Barium Ferrites from a Glassy Matrix, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 2006, 37, No. 11

Otto-Schott-Institut, Jena Prof. Dr. C. RÜSSEL

Glaslote

Glaslote, insbesondere kristallisierende Glaslote werden am Institut im Firmenauftrag für die verschiedensten Anwendungen entwickelt. Zumeist stehen hier Hochtemperaturanwendungen, z. B. der in Elektrotechnik oder im Anlagenbau im Vordergrund. Oftmals sollen Metalle miteinander oder

mit Keramiken verbunden werden. Hierbei ist die primäre Aufgabenstellung den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des kristallisierten Glases an die zu fügenden Komponenten anzupassen. Gleichzeitig muss die Kristallwachstumsgeschwindigkeit so eingestellt werden, dass während des Fügeprozesses ein Sintern der Glaspartikel möglich ist bevor Kristallisation erfolgt. Nach

Beendigung des Verdichtungsprozesses soll dann Kristallisation eintreten, indem Phasen mit entsprechenden Ausdehnungskoeffizienten gebildet werden. Oftmals ist die Glaszusammensetzung auch dahingehend zu modifizieren, dass eine optimale Anbindung des Glases an die zu fügenen Komponenten erfolgt.

Schwerpunkt der Arbeiten sind alkalifreie Gläser, oftmals in Erdalkali Alumosilicatsystemen mit zahlreichen weiteren Komponenten zur Einstellung der Keimbildungsrate und Kristallisationsgeschwindigkeit.

Nanokristalline Glaskeramiken

Die Ausscheidung von Kristallphasen mit mittleren Partikelgrößen im Bereich von 5 bis 100 nm und gleichzeitig enger Partikelgrößenverteilung ermöglicht eine Vielzahl von neuen Anwendungen.

Neben der Herstellung von Nanopartikeln enger Kristallitgrößenverteilung durch Kristallisation und nachfolgender Auflösung der Glasmatrix aus Boratgläsern, werden vor allem Untersuchungen zu optisch transparenten Glaskeramiken durchgeführt. Hierbei stehen gegenwärtig folgende Systeme im Vordergrund:

- Im Rahmen grundlegender Untersuchungen wurden CaF_2 und BaF_2 aus Gläsern im System $\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ (+ CaF_2 , CaO oder BaF_2) kristallisiert. Bei entsprechenden Kristallisationsbedingungen bewegen sich die mittleren Kristallitgrößen im nm-Bereich von 8 – 20 nm. Hierbei zeigte sich, dass die Temperbedingungen (Temperatur, Haltezeit) kaum Einfluss auf die Kristallitgrößen haben. Allerdings kann die Kristallitgröße durch die chemische Zusammensetzung stark beeinflusst werden.
- $(\text{Pb}, \text{Cd})\text{F}_2$, dotiert mit YbF_3 und anderen Seltenerdenfluoriden hergestellt. Sie werden gegenwärtig auf ihre Eignung als Up – Conversion Gläser getestet und auch diesbezüglich optimiert. Auch hier befinden sich nach optimierten Kristallisationsbedingungen die mittleren Kristallitgrößen im nm-Bereich.
- In_2O_3 aus Gläsern der Zusammensetzung $\text{Na}_2\text{O}/\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{In}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$. Neben den Temperbedingungen kann das Kristallisationsverhalten durch den Al_2O_3 -Gehalt entscheidend beeinflusst werden. Die Glaskeramiken zeigen starke und steuerbare Absorption im infraroten Spektralbereich. Die Kristallitgrößen liegen im Bereich von 5 bis 40 nm.

- Kristallisation von Eukryptit aus Lithiumalumosilicatgläsern

Hierbei steht das grundlegende Kristallisationsverhalten, die Bildung von Diffusionsbarrieren um die wachsenden Kristalle, sowie die Veränderung der chemischen Zusammensetzung der Kristalle im Laufe des Kristallisationsprozesses im Vordergrund.

Elektrochemie in Glasschmelzen

Die durchgeführten Arbeiten konzentrieren sich im Wesentlichen auf drei Methoden, Potentialmessungen zur Bestimmung der Sauerstoffaktivität, die Square-Wave-Voltammetrie und die Impedanzspektroskopie. Mit Hilfe voltammetrischer Methoden lassen sich die Thermodynamik von Redoxgleichgewichten in Glasschmelzen bestimmen. Daneben können Diffusionskoeffizienten sowie die Gesamtkonzentration der jeweiligen polyvalenten Elemente direkt in der Schmelze in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt werden.

Die am häufigsten angewandte Methode ist die Square-Wave-Voltammetrie, eine schnelle voltammetrische Pulsmethode. Hier werden bei hoher Temperatur drei Elektroden in die Schmelze eingetaucht: als Arbeitselektrode wird ein Platindraht und als Referenzelektrode eine ZrO_2 -Sonde eingesetzt. Der gesamte Verlauf der Stromspannungskurve wird rechnerisch simuliert, wobei ein gewisser, auf die Zersetzung der Glasschmelze zurückzuführender Grundstrom berücksichtigt wird.

Bezüglich der Thermodynamik und Diffusion polyvalenter Elemente stehen derzeit folgende Arbeiten im Vordergrund:

Thermodynamik und Diffusion von Kupfer in Silicatschmelzen unterschiedlichster Zusammensetzung. Hierbei wird die Glaszusammensetzung systematisch variiert und der Einfluss von der Alkali-, Calcium-, Magnesium- und Aluminiumkonzentration erfasst. Das System $\text{Cu}^+/\text{Cu}^{2+}$ verhält sich völlig anders als beispielsweise das $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ - oder das $\text{Sn}^{2+}/\text{Sn}^{4+}$ -System. So wird das Gleichgewicht mit steigender Alkalikonzentration zur oxidierten Seite, d. h. zu Cu^{2+} hin verschoben. Aus der Abhängigkeit von Diffusion und Thermodynamik von der Zusammensetzung können zudem Aussagen zum Einbau von Kupfer in die Schmelze und zur Struktur der Schmelze gemacht werden.

Eine genaue Analyse des elektrochemischen Verhaltens polyvalenter Ionen wird mit Hilfe der potentialabhängigen Impedanzspektroskopie vorgenommen. Hier werden Impedanzspektren in einem weiten Frequenzbereich (10^{-2} bis 10^6 s^{-1}) bei verschiedensten überlagerten Gleichspannungen

gen aufgenommen. Die erhaltenen Spektren werden mit Hilfe einfacher Ersatzschaltbilder simuliert und die Potentialabhängigkeit der einzelnen Impedanzelemente betrachtet. Hierdurch lassen sich Standardpotentiale, Diffusionskoeffizienten berechnen, aber auch Adsorptions- und Resorptionsvorgänge an der Elektrode erkennen. Insbesondere im Fall von Zinn konnte gezeigt werden, dass Adsorptionsvorgänge eine erhebliche Rolle spielen.

Glaskeramik durch gerichtete Kristallisation von Glas

Bei Metallen und Polymeren sind heute gerichtete Werkstoffe als Stand der Technik anzusehen und bieten in vielen Anwendungsbereichen beachtliche Vorteile. Im Gegensatz hierzu sind polykristalline gerichtete Nichtmetallisch-Anorganische Werkstoffe bisher kaum beachtet worden. Die gegenwärtigen Arbeiten konzentrieren sich auf die Herstellung gerichteter Glaskeramiken durch mechanische Deformation und unter dem Einfluss von elektrischen Feldern.

Die mechanische Deformation wird sowohl bei hohen Viskositäten im Bereich der Keimbildung als auch bei relativ niedrigen Viskositäten im Bereich der Kristallisationstemperatur durchgeführt. Die Deformation erfolgt vorrangig durch Strangpressen. Die derzeit im Vordergrund stehenden Systeme sind Gläser, die die Ausscheidung von Calciumapatit und Calciummetaphosphat ermöglichen. Eine unmittelbare Voraussetzung zur Ausrichtung der Kristalle ist das Auftreten nicht-Newtonschen Fließverhaltens. Die mechanischen Eigenschaften der gerichteten Glaskeramiken sind deutlich besser als die der ungerichteten. Beispielsweise lässt sich die Festigkeit von Lithiumdisilicat, Apatit- und Glimmer-Glaskeramik mehr als verdoppeln. Erstaunlich ist, dass hierbei die mechanische Bearbeitbarkeit nicht entscheidend verschlechtert wird. Diese unterscheidet sich parallel und senkrecht zur Strangpressrichtung nur unwesentlich.

In weiteren Untersuchungen werden Glasschmelzen unter Einwirkung eines elektrischen Feldes kristallisiert. Derzeit stehen Zusammensetzungen, die die Bildung von Mullit, Fresnoit und Lithiumdisilicat erlauben, im Vordergrund. Durch dieses Verfahren lassen sich sehr hohe Ausrichtungsgrade erzielen. Es ist nahezu universell verwendbar. Die Schmelze wird mit Elektroden kontaktiert und eine Gleichspannung von 1-2 V zwischen den Elektroden aufgelegt. Zunächst wird durch die Elektrolyse eine Änderung in der Schmelzzusammensetzung hervorgerufen. Diese führt an der Kathode zu einem starken Abfall der Viskosität. Dies ermöglicht eine lokalisierte Keimbildung an der Kathode. Die anschließend von der Kathode weglaufende Kristallisationsfront führt zu

Glaskeramiken mit sehr hohem Ausrichtungsgrad. Gegenwärtig sind die Arbeiten auf gerichtete Mullitglaskeramiken konzentriert.

Gegenwärtig steht die Charakterisierung gerichteter Glaskeramik mit dem Rasterelektronenmikroskop und EBSD sowie eines Laser Scanning Mikroskops mit automatischer Bildauswertung im Vordergrund.

Biogläser und -glaskeramiken

Resorbierbare poröse Phosphat-Invertgläser und -glaskeramiken wurden hinsichtlich ihres biologischen Verhaltens, ihres Löslichkeitsverhaltens und ihrer mechanischen Eigenschaften untersucht und weiterentwickelt. Die Untersuchungen belegen die ausgezeichnete Verträglichkeit der getesteten Materialien, zeigten aber auch, dass die mechanische Festigkeit der porösen Implantate unter Beibehaltung der Resorbierbarkeit erhöht werden sollte. Hierzu wurden poröse Implantatkörper innerhalb der Poren mit resorbierbaren Polymeren beschichtet. Gegenwärtig stehen hierbei Arbeiten an biologischen resorbierbaren Kompositen im Vordergrund. Hierzu werden partikelverstärkte Polymermatrix-Komposite hergestellt und hinsichtlich ihrer biologischen und mechanischen Eigenschaften untersucht. Weiterhin wurde eine Faserziehapparatur, die das Ziehen von Phosphatglasfasern erlaubt, aufgebaut. Gegenwärtig werden resorbierbare Gläser zu Fasern gezogen und in biologisch abbaubare Polymere eingebettet. Die Zusammensetzungen werden hierbei so gewählt, dass die faserverstärkten Polymermatrixkomposite vergleichbare Auflösungsraten für beide Komponenten, d.h. Polymer und Glasfaser, haben. Als zusätzliche Komponente kann beispielsweise Calciumcarbonat in das Komposit eingebaut werden. Die mechanischen und biologischen Eigenschaften der Komposite wurden untersucht.

Sie zeigen E-Moduli vergleichbar mit dem von Knochen sowie eine hohe Bruchzähigkeit.

Weiterhin werden Arbeiten zu Gläsern auf $\text{Na}_2\text{O}/\text{CaO}/\text{B}_2\text{O}_3$ -Basis und ihrer Wechselwirkung in simulierter Körperflüssigkeit durchgeführt. Hierbei zeigte sich, dass auch hier Bioaktivität, u. a. auch die Bildung festanhaltender Apatitschichten zu beobachten ist. Schließlich werden auch kristalline Phosphate in die Untersuchungen mit einbezogen.

Anorganische fotochrome Materialien nach dem Sol-Gel-Verfahren

Anorganische fotochrome Beschichtungen, die nach dem Sol-Gel-Verfahren hergestellt werden, dienen der Funktionalisierung von Glasoberflächen. Für solche in der Regel nur 1 μm dicke

Schichten sind besondere Lösungsansätze nötig, um das durch (kurzwelliges) Licht induzierte Schaltverhalten hinsichtlich Eindunkeltiefe und Aufhellgeschwindigkeit zu optimieren als auch weitere, für eine spätere Anwendung möglicherweise wichtige Eigenschaften der Schichten zu verbessern, ohne die fotochromen Eigenschaften dabei zu beeinträchtigen.

Träger des fotochromen Effektes sind chemisch fehlgeordnete CuBr-Nanokristalle. Die Sole wurden aus Tetramethoxysilan (TMOS), dem zur Viskositätssteigerung (3-Glycidoxipropyl)-Trimethoxysilan (GTMOS) zugesetzt wurde, hergestellt. Es hat sich gezeigt, dass neben HBr, das auch zur Erzeugung der CuBr-Kristalle notwendig ist, die Verwendung von HCOOH vorteilhaft ist. Als Koaktivator für die fotoaktiven Nanokristalle diente in Analogie zu entsprechenden Oxidgläsern Cd^{2+} . Da der Einsatz von Cadmiumverbindungen aber problematisch ist und einer späteren Anwendung derartiger Schichten möglicherweise entgegen steht, wurde versucht, Cd^{2+} schrittweise durch Zn^{2+} zu ersetzen, die beide gleiche strukturelle Funktionen in den CuBr-Nanokristallen haben sollten.

Tatsächlich gelang es auf diese Weise die spontane Bildung von CdBr_2 -Kristallen bereits während der Trocknung der Gel-Schichten zu verringern oder ganz zu verhindern. Es konnte gezeigt werden, dass mit steigenden Zn^{2+} -Anteilen (gegenüber Cd^{2+}) in der Synthese die Abscheidung der fotoaktiven CuBr: M^{2+} -Nanokristalle zu höheren Temperaturen der Wärmebehandlung (ca. 200 °C gegenüber etwa 120 °C) verschoben wird. Dadurch lässt sich die Bildung und das Wachstum der fotoaktiven Kristalle besser steuern, was eine Voraussetzung für die Erzeugung von Schichten mit hoch fehlgeordneten (Eindunkeltiefe), kleinen (Aufhellgeschwindigkeit) CuBr: M^{2+} -Nanokristallen ist. Die hergestellten fotochromen Schichten dunkeln zwar prinzipiell tief genug ein (Transmission nach 10 min Bestrahlung: 50 ... 30%), die Aufhellung verläuft aber sehr langsam und dauert durchaus bis zu 60 h. Allerdings bewirkt der bereits erwähnte teilweise Ersatz von Cd^{2+} durch Zn^{2+} insbesondere dann, wenn etwa die Hälfte des Cd^{2+} durch Zn^{2+} ersetzt ist, eine deutliche Erhöhung der Aufhellgeschwindigkeit. So konnten Schichten hergestellt werden, die nach etwa 6 h zur Hälfte und in etwa 12 h komplett aufgehellt sind, wobei die Eindunkeltiefe sogar noch gesteigert werden konnte. Das ist eine deutliche Erhöhung der Aufhellgeschwindigkeit, auf der für weitere Entwicklungen aufgebaut werden kann.

Spektroskopische Untersuchungen an Gläsern bei hohen Temperaturen

Mit Hilfe der Hochtemperaturspektroskopie werden sowohl des Absorptions- als auch das opti-

sche Emissionsverhalten von in verschiedene Grundgläser eingebauten polyvalenten Elementen (färbende Ionen) untersucht. Der Schwerpunkt ist dabei die Untersuchung der Temperatur- und Zeitabhängigkeit von Redoxreaktionen zwischen zwei polyvalenten Elementen im Temperaturbereich oberhalb des T_g der Gläser. Dafür sind Grundgläser mit unterschiedlicher Aktivierungsenergie des viskosen Fließens im Transformationsbereich ausgewählt worden. Im Mittelpunkt stehen derzeit Untersuchungen an mit ($\text{Mn}^{2+/3+} + \text{Cr}^{3+/6+}$) bzw. mit ($\text{Cu}^{+2+} + \text{As}^{3+/5+}$) dotierten Gläsern. Bei mit der zuerst genannten Kombination an polyvalenten Elementen dotierten Gläsern konnte erstmalig eine Redoxrelaxation in Gläsern nachgewiesen werden. Inzwischen ist es auch gelungen ein analoges Verhalten für die mit Cu/As dotierten Gläser nachzuweisen. Während im ersten Fall die zeit- und temperaturabhängige Veränderung sowohl von Mn^{3+} als auch von Cr^{6+} gut experimentell verfolgbar ist und beide Ionen zudem (relativ) große molare Extinktionkoeffizienten haben, kann im Fall der Cu/As-dotierten Gläser nur die relativ intensitätsschwache Cu^{2+} -Absorption ausgewertet werden, was hohe Anforderungen an die Versuchsanordnung stellt.

Die Arbeiten zur optischen Emission von $16\text{Na}_2\text{O}-10\text{CaO}-74\text{SiO}_2$ -Glasschmelzen, die mit $\text{Fe}^{2+/3+}$ - bzw. $\text{Cr}^{3+/6+}$ -Ionen unterschiedlicher Konzentration dotiert wurden, konnten erfolgreich fortgesetzt werden. Wegen der an der Grenze zwischen vis- und NIR-Bereich liegenden Fe^{2+} -Absorptionsbanden lassen sich die eisenhaltigen Gläser deutlich besser mit dieser Methode charakterisieren als chromhaltige Gläser. Wesentliche Fortschritte konnten durch die weitere Verbesserung der Versuchsanordnung erzielt werden, so dass eine hohe Reproduzierbarkeit der Messungen erreicht wurde, was angesichts der vielen Einflussparameter, wie zum Beispiel Temperatur und (horizontale wie vertikale) Temperaturverteilung der Glasschmelze, kein triviales Problem war.

Verhalten von Schwermetallsulfiden in Glasschmelzen

Prof. Dr. D. STACHEL

Aus vorhergehenden Untersuchungen zum Verhalten von Metallen in Glasschmelzen ist bekannt, dass Sulfide als Intermediate beim Auflösungsprozess als separate Phasen in den Metallrelikten auftreten können, insbesondere Kupfersulfid und Nickelsulfid. Geprüft wurden: Cu_2S und PbS , welche aus den Elementen unter Luftabschluss in der Hitze präpariert wurden. Sie waren jeweils phasenrein. Ergänzend dazu kam FeS_2 als Pyritmineral zum Einsatz. Zu prüfen war, ob sich diese Sulfide in der Weißglasschmelze einfach auflösen oder ob chemische Reaktionen, die zur stofflichen Veränderung führen, eine Rolle im Auflösungs-

prozess spielen. Es wurde gefunden, dass sich das PbS glatt in der Schmelze ohne Färbungen oder Rückstände innerhalb kurzer Zeit auflöst. Das FeS₂ hinterlässt braune Schlieren und Zonen, die offensichtlich durch das Braunglaschromophor gefärbt sind. Nur bei längeren Expositionszeiten von mehr als 4 Stunden ist völlige Auflösung zu verzeichnen. Das Cu₂S wird teilweise in Kupfer umgewandelt, wobei sich Glasblasen (SO₂) bilden. In der Umgebung des Einschlusses ist das Glas stark gefärbt. Das metallische Kupfer ist praktisch kaum in der Glasschmelze auflösbar.

Untersuchungen zur Erzeugung eines Schwarzemails für Autoscheiben ohne färbende Schwermetalle

Prof. Dr. D. STACHEL

Autoscheiben besitzen einen breiten Rand, welcher in unterschiedlicher Dichte mit Schwarzemail bedruckt ist. Als Farbkörper findet zumeist Kupferchromit Anwendung. Dieses ist aber ein ernsthaftes Hindernis für das Flachglasrecycling, weil es sehr stark färbend wirkt und damit die erlaubte Menge des eingesetzten bedruckten Recyclingglases limitiert. Organische Pigmente können nicht mit dem Email eingebrannt werden, weil sie nicht genügend temperaturstabil sind. Daher wurden unterschiedliche potentielle, möglichst die Glasschmelze nicht färbende Pigmente auf ihre Eignung für diesen Zweck geprüft, z.B. unterschiedliche Ruße, Siliciumpulver, Kombinationen von Kohlenstoff und Magnetit sowie Graphit zusammen mit Molybdänpulver. Diese Experimente wurden als Handversuche im Labormaßstab auf Flachglasplättchen durchgeführt. Ergänzende Untersuchungen zum Fritteglas und seinem Fließverhalten mit und ohne Pigmentzusatz unter dem Erhitzungsmikroskop zeigten, dass ein Ersatz des bisherigen Schwarzpigments im Sinne eines erweiterten Glasrecyclings möglich ist.

Untersuchungen zum stofflichen Recycling von LAS-Glaskeramikabfällen

Prof. Dr. D. STACHEL

Glaskeramikabfälle gewinnen bezüglich des Glasrecyclings immer mehr an Bedeutung. Die negative Seite ist, dass diese bisher nicht genügend sicher vom Scherben Glas getrennt werden können. Wichtig wäre vor allem die separate Sammlung dieser Spezies und eine Art der stofflichen Verwertung, bei der sich das Sammeln lohnt. Es konnte gezeigt werden, dass es prinzipiell möglich ist, nach entsprechender Mahlung, Vorbehandlung und Temperung Schäumprodukte mit weitestgehend offenen Poren zu erhalten, welche sich u.a. für Filterprozesse, aber auch als Trägermaterial für die Hochtemperaturkatalyse eignen. Schäumprodukte mit vorwiegend geschlos-

sener Porigkeit konnten ebenfalls erzeugt werden. Geprüft wurden im Labormaßstab (je ca. 30 Gramm Glaskeramikpulver) Blähverfahren mit und ohne Zusätze, Sinterverfahren und Leaching der getemperten Produkte. Dabei erwiesen sich die beiden ersten Verfahren als die besten, jedoch war die Homogenität der erhaltenen Proben noch nicht befriedigend.

Untersuchungen zur Struktur von Gläsern

Prof. Dr. D. STACHEL

Die Untersuchungen zur Struktur von Gläsern umfassen derzeit folgende Schwerpunkte:

- Untersuchungen zur intermediären Struktur von Phosphatgläsern mittels spektroskopischer und Beugungsmethoden (Schwingungsspektroskopie, UV-VIS-Spektroskopie, NMR, Röntgen- und Neutronenbeugung), Zusammenhang mit Temperatur-Zeit-Bedingungen
- Präparation und Untersuchung von binären Ultraphosphatgläsern
- Präparation und Strukturuntersuchung von kristallinen Ultraphosphaten
- Arbeiten zur weiterführenden Struktursystematik von Ultraphosphaten
- Präparation und Untersuchung von Glaskeramiken mit speziellen Kristallphasen
- Untersuchungen zur Wechselwirkung von oxidischen und nichtoxidischen Einschlüssen mit der Glasschmelze
- Untersuchungen zu „Wasser“ in Ultraphosphat- und anderen Gläsern
- Untersuchungen an Modellglasschmelzen

Die neuesten Untersuchungen befassen sich mit hoch manganhaltigen Gläsern auf der Basis von Boraten und Phosphaten. Bei den Boratgläsern ist das Kristallisationsverhalten komplex: es gelang, aus den Gläsern durch unterschiedliche Tempereregimes Kristallphasen auszuscheiden, wo das Mangan eine höhere Wertigkeitsstufe als +2 zeigt: LaMnO₃, Mn₃O₄ und LiMn₂O₄. Bei längerem Tempern bilden sich eher die entsprechenden Strontium- und Mangan(II)borate. Es konnte bisher nicht geklärt werden, ob sich die höheren Oxidationsstufen erst im Zuge der Kristallisation bilden oder bereits in der Glasmatrix vorhanden sind. Dazu laufen derzeit noch Untersuchungen.

Aufbau einer Mikro-DTA

Prof. Dr. D. STACHEL

Die thermische Analyse kleinster Proben ist schwierig, weil der minimale Wärmeumsatz neben der Gerätefunktion im Normalfall nicht sicher gemessen werden kann. Daher wurde versucht, das Thermoelemente-Paar selbst als Probenauf-

nahme zu verwenden, wobei die Perlen zu einem Probeteller umgeformt wurden. Dieser Messsensor kann leicht ausgetauscht und gereinigt werden und passt in die routinemäßig verwendete DTA-Apparatur, welche normalerweise mit Probenmassen von 100...300 mg arbeitet. Die Kalibrierung erfolgte mittels NaCl und anderer Salze. Dabei zeigte sich, dass auswertbare Messsignale von Proben im μg -Bereich erhalten werden können. In der nächsten Zeit soll untersucht werden, ob z.B. die Rekristallisation von dünnen Funktionsschichten registriert werden kann- man muss dazu aber diese Schicht von der Unterlage entfernen und in Pulverform messen.

Charakterisierung von Gläsern mittels Dynamischer Multi-Simultaner Thermoanalyse (DMS-TA)

Prof. Dr. D. STACHEL

Der am Otto-Schott-Institut existierende DMS-TA-Laboraufbau zur thermischen Charakterisierung kompakter Proben der Größen ca. 2x2 mm bis 4x4 mm Durchmesser und Längen von ca. 20 mm bis 60 mm wurde um eine weitere Messoption erweitert. Nun kann simultan an kompakten Proben (Gläser, Keramiken, Glaskeramiken, keramische Grünmassen) folgendes gemessen werden: DTA, Dilatometrie, Ultraschall-Durchgang und elektrischer Leitwert. Die Messoption eines Leitwertes ist eine qualitative Methode, bei der lediglich die Anwesenheit und relative Anzahl von Ladungsträgern registriert werden. In Glaskeramiksystemen, wo es nicht mehr möglich ist, mit den üblichen Methoden (DTA, Dilatometrie) den Tg zu bestimmen, kann durch die Mobilisation der Ladungsträger oberhalb Tg und Vergleich zu den Ergebnissen der anderen Messoptionen der Tg-Bereich wenigstens eingegrenzt werden. Zu beachten sind aber die unterschiedlichen Beweglichkeiten von z.B. Li^+ und Na^+ , die sich in unterschiedlichen Temperaturbereichen bemerkbar machen.

Untersuchungen an kontinuierlich erzeugten Glasschäumen

Prof. Dr. D. STACHEL

Kontinuierlich erzeugte Glasschäume zeigen sehr unterschiedliche Gefüge und demzufolge auch sehr unterschiedliche Eigenschaften. Ausgangsprodukt für solche Glasschäume ist Scherben Glas, aber auch spezielle Zusammensetzungen für Glasfasern in Form von Pellets. Ziel der hier vorgestellten Untersuchungen ist zum einen die Charakterisierung der Schaumgefüge, zum anderen die Charakterisierung der daraus durch einen einfachen Mahlprozess erhaltbaren Pulver. Abhängig von den Prozessparametern Temperatur, Durchsatz und Schäummittelzugabe kann man

Schäume mit vorwiegend geschlossenen, mit vorwiegend offenen oder auch mit gemischten Porigkeiten erhalten. Die offenporigen Gefüge können Dichten von etwa $0,1 \text{ g cm}^{-3}$ erreichen. Die Gefüge bestehen aus den Blasenlamellen und unterschiedlich dick ausgeprägten Bereichen zwischen jeweils mehreren Blasen. Diese „kompakten“ Bereiche können, abhängig von den Schäumparametern, wiederum blasig sein. Aus diesen Gefügen kann man daher 2 Arten von Pulverteilchen erhalten: weitestgehend flache Plättchen und sog. „Zwickelteilchen“, die eine irreguläre Form aufweisen und deren Oberflächen-Volumen-Verhältnis recht groß im Vergleich zu den flachen Plättchen ist, umso mehr, je blasenreicher dieses Glas gebildet wurde. Die flachen, plättchenförmigen Teilchen können Dicken von Nanometerdimensionen erreichen und können so ganz einfach als Partikel bis in diese Dimensionen herunter gemahlen werden. Die „Zwickelteilchen“ finden sich in den gröberen Sieb- bzw. Schlammfraktionen. Es ergeben sich unterschiedlichste Anwendungen für diese neuartigen Pulver aus Glas, wobei man durch geeignete Dotierungen und Zugaben die Lässigkeit von Komponenten in Wasser zusätzlich durch die Partikelarten und -dimensionen steuern kann.

Photoinduzierte Redox-Reaktionen polyvalenter Ionen in verschiedenen Gläsern

HDoz Dr. D. EHRT

Es wurden die Mechanismen der Photoionisation polyvalenter Elemente in Wechselwirkung mit der Matrix in Gläsern mit hoher intrinsischer UV-Transmission (Fluoride, Phosphate, Borosilicate) untersucht. Es wurden grundlegende neue Erkenntnisse gewonnen und gezielt sowohl UV-strahlungsresistente als UV-sensitive Materialien für praktische Anwendungen entwickelt.

Es wurden Fluorid-, Phosphat-, Silicat- und Borosilicatgläser (Modellgläser für praktische Relevanz) mit hoher intrinsischer UV-Transmission mit Komponenten von d- und f-Ionen dotiert, mit UV-Licht (Lampen und Laser) unterschiedlicher Intensität bestrahlt und die Kinetik der Defektbildung und Rückbildung untersucht.

Die Oxide dieser Ionen sind teils als Photochrome bekannt, teils werden sie als hoch brechende Komponenten in optischen Gläsern, z.B. für Mikrolinsen in Kameras, oder in Schichten verwendet. Die Dotierungen besitzen alle starke Absorptionsbanden im DUV-Bereich ($<300 \text{ nm}$), die durch erlaubte Elektronenübergänge hervorgerufen werden. Die in den Ausgangsgläsern vorliegenden polyvalenten Spezies wurden mit verschiedenen spektroskopischen Methoden (Optische Absorption, Photolumineszenz, ESR) unter Nutzung von Simulationsprogrammen charakterisiert.

Gläser für Anwendungen in der Photonik

HDoz Dr. D. EHRT

Die im OSI in einer Pt-ATA Laborschmelzanlage hergestellten Yb-FP-Gläser mit sehr hoher Qualität (Brechzahlhomogenität $\Delta n < 2 \times 10^{-6}$) wurden und werden als aktives Lasermaterial in der POLARIS-Anlage im Institut für Optik und Quantenelektronik der Universität Jena genutzt. Die Yb-FP-Gläser erwiesen sich als besonders geeignet zur Erzeugung kurzer Pulse im fs-Bereich (10^{-15} s) und als aktives Hochleistungsverstärkermaterial zur Erreichung von Pulsleistungen im Petawatt-Bereich (10^{15} Watt).

Zur Entwicklung und Optimierung dieser Materialien waren detaillierte Kenntnisse über die Lokalstruktur und die nichtlinearen optischen Eigenschaften notwendig. Außerdem wurden hohe Anforderungen an die technologischen Verfahren der Probenherstellung, -bearbeitung und -qualitätsprüfung gestellt, die nun auch für andere Projekte genutzt werden können.

Fluoreszenzverhalten von Gläsern im visuellen Spektralbereich

HDoz Dr. D. EHRT

Die Photolumineszenz ist eine sehr sensitive Eigenschaft von Materialien, die sowohl zur Strukturaufklärung als auch als Messsignal in der Analytik genutzt wird.

Sie hängt im Wesentlichen von den fluoreszierenden Spezies, die sich in der Glasmatrix befinden, und den Wechselwirkungen zwischen diesen mit der umgebenden Glasmatrix ab.

Als fluoreszierende Spezies (Fluorophore) in Gläsern wurden hauptsächlich Seltenerdionen mit f-f- und f-d-Elektronenübergängen und Übergangsmetallionen untersucht. Die statische Photolumineszenz wurde in Form der Anregungs- und Emissionsspektren im UV-VIS-NIR-Bereich in unterschiedlichen Glasmatrices von praktischer Bedeutung (Silicate, Borate, Borosilicate, Phosphate, Fluoride) mit einem kommerziellen Spektrometer untersucht.

Die Gläser wurden in hoher Reinheit und optischer Qualität im Labor hergestellt und umfassend charakterisiert. Zur Untersuchung der dynamischen Fluoreszenz (TRF = Time Resolved Fluoreszenz) als weitere struktursensitive Größe wurde ein Messplatz aufgebaut. Mit den Messungen und Modellierungen konnte eine Vielzahl neuer Erkenntnisse über Struktur-Eigenschaftsbeziehungen und die Lokalstruktur von Gläsern gewonnen, die für Anwendungen in dem stark

wachsenden Gebiet der Photonik bereits genutzt werden.

Es wurden bereits verschiedene Fluoreszenzstandardgläser (mit hoher Strahlenresistenz) nach speziellen Kundenwünschen entwickelt und eingesetzt. Zum Beispiel, Er^{3+} -Fluoridgläser mit Emission im grünen Bereich für die Eichung von Fluoreszenzmikroskopen von CARL ZEISS; Mn^{2+} -Gläser mit langlebiger roter Fluoreszenz als Standardgläser für die Fluoreszenzanalytik auf dem Gebiet der molekularen Biotechnologie, Standardgläser zur Justierung von Laser-Apparaturen.

Fluoreszierende Gläser und Glaskeramiken im $\text{ZnO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ System

HDoz Dr. D. EHRT

Es wurden undotierte und dotierte Gläser im Zusammensetzungsbereich (in Mol%) 35-50 ZnO – 10-15 Al_2O_3 – 40-55 SiO_2 mit hochreinen Rohstoffen im Labormaßstab hergestellt und untersucht. Gläser mit hohem SiO_2 -Gehalt entmischen in eine SiO_2 -reiche Tropfen- und eine $\text{ZnO-Al}_2\text{O}_3$ -reiche Matrixphase. Die dotierten Ionen reichern sich in der Matrixphase an. Die Dotierungskonzentration betrug 1×10^{19} und 1×10^{21} Ionen pro cm^3 Glas (ca. 0.1 und 10 Ma%).

Beim Übergang zu einer Glaskeramik ändert das Photolumineszenzverhalten ebenfalls. Die Änderung ist von zahlreichen Parametern abhängig, wie Lokalstruktur, Verteilung im Volumen, Kristallgröße, Brechzahlunterschieden usw.

Als Kristallphasen traten Willemit, Zn_2SiO_4 , Gahnit, ZnAl_2O_4 , und SiO_2 -Mischkristalle auf. Die dotierten Ionen reicherten sich, je nach Größe, in der Glas- oder Kristallphase an. In optimierten Glaskeramiken konnte die Fluoreszenzintensität beträchtlich gesteigert werden.

Die Gläser und Glaskeramiken besitzen interessante chemische und physikalische Eigenschaften: $T_g \sim 700^\circ\text{C}$, $\text{TEC} \sim 4 \text{ ppm/K}$, hohe chemische Beständigkeit.

Hochtemperatureigenschaften optischer Systeme

HDoz Dr. D. EHRT

Im Rahmen eines BMBF-Verbundprojektes (MIKA – Materialien für Innovative Kommunikation im Automobil und Automation) mit den Partnern SCHOTT AG (Koordinator), ETP Universität Hannover und U.L.M. PHOTONICS werden im Teilprojekt OSI die optischen, thermischen und elektrischen Eigenschaften von Zinksilicatgläsern und Schmelzen untersucht. Ziel ist die Entwicklung von optischen Glasfasern für spezielle Daten-

übertragungen. Es wurden die Glasbildung, das Keimbildungs- und Kristallisationsverhalten sowie die optischen Parameter in Abhängigkeit von der Zusammensetzung untersucht. Mittels Impedanzmessungen (Tabletten- und Doppeltiegelmethode) wurden die elektrischen Eigenschaften von 100 bis 1500°C ermittelt, modelliert und die Aktivierungsenergien für verschiedene Temperaturbereiche bestimmt.

Parallel zu den elektrischen Messungen wurden das Viskositätsverhalten von Tg bis 1500°C gemessen und modelliert, sowie die Aktivierungsenergien für charakteristische Temperaturbereiche ermittelt und mit denen der elektrischen Leitfähigkeiten verglichen.

Es wurden der SiO₂- und der ZnO-Gehalt variiert, sowie der Einfluss der Alkalioxide (Li, Na, K), von SrO und BaO, von Al₂O₃, sowie von La₂O₃, ZrO₂, Nb₂O₅ und Ta₂O₅ untersucht.

Die Brechzahlen konnten zwischen 1,56 und 1,66 variiert werden. Brechzahlerhöhend wirken die Oxide von Zn, Ba, Sr, La, Zr, Nb und Ta. Sie beeinflussen jedoch auch maßgeblich das Kristallisations- und Viskositätsverhalten sowie die elektrische Leitfähigkeit der Gläser und Schmelzen.

Generell nehmen die Unterschiede in Abhängigkeit von der Zusammensetzung hinsichtlich Leitfähigkeit und Viskosität mit steigender Temperatur ab. Starke Änderungen treten hauptsächlich im Transformationsbereich auf. Hier wurden Aktivierungsenergien für die elektrische Leitfähigkeit von 0,8 bis 2,5 eV ermittelt. Sie steigen mit der Zahl verschiedener Ladungsträger an, die sich offenbar gegenseitig beim Ladungstransport behindern.

Technische Universität, Kaiserslautern, Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik, Prof. Dr.-Ing. P. L. GEIß

Teiltransparente tragende Verbundbauteile aus Stahl und Glas „3TVB“ (IGF/AiF-Nr. 15058 N)

In Kooperation mit der FH München, Prof. Dr.-Ing. Ömer Bucak

Der aktuelle Trend in der Architektur wird durch äußerst filigrane, schlanke und leicht wirkende Konstruktionen bestimmt. Gerade durch den Einsatz des Baustoffes Glas, kann dies optimal verwirklicht werden. Aufgrund des hohen Versagensrisikos von Glas wurde dieser Werkstoff bis vor kurzem meist nur als „ausfachendes“ Element ohne Aussteifungs- bzw. Tragwirkung für die Konstruktion eingesetzt. Die tragenden Funktionen übernehmen meist die klassischen Werkstoffe wie Stahl, Holz oder Beton. Die Befestigung von Glas an der tragenden Unterkonstruktion erfolgt in der Regel mittels diverser mechanischer Verbindungsmittel (Klemmleisten, gebohrte Punkthalter). Aufgrund der Sprödigkeit und hohen Kerbempfindlichkeit von Glas sind mechanische Befestigungsmittel zum Fügen jedoch weniger gut geeignet.

Für tragende Klebungen im Glasbau werden derzeit weltweit lediglich Klebungen mit Silikon eingesetzt. Hiefür liegen nationale und auf europäischer Ebene eingeführte Regelungen vor. Da diese Richtlinien jedoch die Verwendung von sili-

konbasierten Kleb-Dichtstoffen explizit vorschreiben, ist damit die Realisierung von Verbundträgern bzw. Rahmenecken (schubsteife Verbindung!) nur bedingt möglich – hier sind Klebungen mit schubsteifen strukturellen Klebstoffen erforderlich.

Ziel der Forschungsarbeit ist die Anwendbarkeit von strukturellen Klebverbindungen auf große, teiltransparente Verbundbauteile, wie sie im Bereich des Bauwesens wünschenswert sind, z. B. Stützen (Höhen von ca. 3 bis 5 m), Träger (Spannweiten von 5 bis 10 m) und Rahmenecken. Über ihre Teiltransparenz hinaus sollen diese geklebten Verbundbauteile im Bauwesen übliche Lasten tragen. Die Klebung spielt hierbei die entscheidende Rolle, um die einzelnen Teile des Verbundbauteils zur gemeinsamen Lastübertragung zu befähigen. Im Hinblick auf die Standsicherheit und Dauerhaftigkeit der Verbindung sind Untersuchungen bezüglich Alterung, Relaxationsverhalten bzw. Kriecheigenschaften unter ständiger Last sowie bezüglich des Temperaturverhaltens von elementarer Bedeutung und werden im Projektverlauf untersucht.

Verbesserung der Alterungsbeständigkeit von Glasklebungen durch prozessintegrierte umweltverträgliche Oberflächenbehandlungsverfahren „Proglazing“ (IGF/AiF-Nr. 14776 BG/1)

In Kooperation mit Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung, Jena

Glas ist aufgrund seiner geringen Dichte ein idealer Leichtbauwerkstoff und bietet somit ein hohes Energieeinsparungspotential. Allerdings lassen sich Gläser mit sich selbst oder mit anderen Materialien nur schwer ohne Schädigung des Glaswerkstoffes verbinden. Eine Alternative zu traditionellen Fügetechniken bietet die Klebtechnik als ein wärmearmes und vor allem flächiges Fügeverfahren. Dadurch können Kerben vermieden werden, die zu Rissen und zum Versagen der Glasbauteile führen können.

Als problematisch zeigt sich jedoch die bis heute nicht zufriedenstellend gelöste Frage der Langzeitbeständigkeit von Glasklebungen gegenüber der Einwirkung feuchter Medien, Wärme und UV-Strahlung, welche unter anderem zu physikochemischen Veränderungen in der Grenzschicht zwischen der Fügeoberfläche und dem Klebstoff (Desorption), sowie zu Glaskorrosion im Bereich der Klebflächen führen können.

Lehrstuhl für Pulvertechnologie von Glas und Keramik, Universität des Saarlandes Prof. Dr. R. CLASEN

Untersuchungen zur Herstellung feiner Strukturen aus Kieselglaspulver mittels elektrophoretischer Abscheidung

A. NOLD

Die pulvertechnologische Herstellung von Gläsern bietet die Möglichkeit, eine Formgebung bereits bei Raumtemperatur durchzuführen. Bei der abschließenden Sinterung werden die gleichen Eigenschaften wie bei geschmolzenem Glas erreicht. Für die Herstellung von komplex geformten Bauteilen oder für Vorserienteile spielt die Entwicklungszeit eine immer wichtigere Rolle. Bevor diese Produkte serienreif sind, werden viele Prototypen hergestellt, um diese zu beurteilen. Um diesen Zweck gerecht zu werden, wurden einige Rapidprototyping (RP) Methoden entwickelt, die vor allem einer schnellen Formherstellung gerecht wurden. Wenn es nur auf die Form ankommt, so reichen die meisten gängigen RP-Verfahren aus. Bei der Herstellung von Kleinserien oder Unikaten muss zusätzlich zu den Anforderungen an die Form auch ausreichende Oberflächengüte und vor allem genügende Festigkeit vorliegen. Um eine hohe Endfestigkeit nach dem thermischen

Als Stand der Technik kann zur Realisierung alterungsbeständiger Glasklebungen der Auftrag haftvermittelnder Substanzen genannt werden, der jedoch an den Anwender hohe Anforderungen bezüglich der Einhaltung von Prozessparametern bei der Applikation stellt. Zur Lösung der vorher genannten Probleme sollen neue physikalische Vorbehandlungsverfahren auf der Basis der Atmosphärenplasmabehandlung in Verbindung mit Prozessgasen zur definierten Aufbringung haftvermittelnder Schichten hinsichtlich ihrer Wirkungsweise erforscht und für die Fertigung qualifiziert werden. Das Ziel ist dabei die Bereitstellung umweltfreundlicher, kostengünstiger und prozesssicher durchführbarer Oberflächenvorbehandlungsverfahren zur Herstellung langzeitbeständiger Glasklebungen. Zur Erreichung dieses Zieles werden in dem hier vorgestellten Forschungsprojekt die physikalischen und oberflächenchemischen Wirkungen dieses Verfahrens bezüglich der klebtechnischen Eigenschaften der Glasoberflächen untersucht sowie für den industriellen Einsatz das optimale Prozessfenster und die Grenzen dieses Verfahrens in Kombination mit repräsentativen Glassorten und typischen Glasklebstoffen ermittelt

Behandeln zu erreichen, muss bereits die Form eine möglichst hohe Dichte besitzen. Elektrophorese ist ein nasschemisches Verfahren, bei dem geladene Partikel im elektrischen Feld wandern und sich an einer der Elektroden abscheiden. Die Abscheidung kann entweder direkt auf eine Elektrode oder auf eine Membran erfolgen. Die Kompaktierung der Partikel durch das elektrische Feld führt zu einer Abscheidung mit hoher Grunddichte. Weder keramische noch glasartige Mikrostrukturen lassen sich auf Grund ihrer hohen Oberflächenspannung schmelztechnologisch herstellen, daher ist die elektrophoretische Abscheidung solcher Strukturen aus wässrigen Suspensionen aus Nanopulver ein innovatives und kostengünstiges Verfahren.

Die Elektrophorese findet normalerweise unter Verwendung großflächiger Elektroden statt, solche sind jedoch für lokale Abscheidungen ungeeignet. Für diese Untersuchungen wurden Elektroden entwickelt, die auf dem Koaxialkabelprinzip aufbauen. Um die optimale Elektrodenform zu finden, wurden zusätzlich Simulationen mittels Finite-Elemente-Methode durchgeführt. Das nanoskalige SiO₂-Pulver wurde zu einer wässrigen Suspension dispergiert, um daraus Grünkörper

abzuscheiden. Bei dem untersuchten Verfahren entsteht der Grünkörper durch das Bewegen zweier gegenüber angeordneter Koaxialelektroden. Die Führung der Elektroden planparallel zu der Membranebene wird von einer CAM-Einheit übernommen. Eine der Elektroden befindet sich in der Suspensionskammer und eine in der Kammer mit Ausgleichsflüssigkeit. Auf diese Weise wurden bereits einfache Strukturen, wie Linien, Winkel und Kreise hergestellt. Dadurch wurde anhand der Kieselglassuspensionen gezeigt, dass die Elektrophorese als RP-Verfahren geeignet ist.

Beschichtung von Glassubstraten mittels Dip-Coating und Lasersinterung

M. CASPER

Die Beschichtung von Glas eröffnet einfache Möglichkeiten, die Eigenschaften zu verändern. Für dünne Schichten (Dicke $< 10 \mu\text{m}$) gibt es schon eine Vielzahl von Verfahren, die industriell eingesetzt werden. Bei mechanischer Belastung sind jedoch dickere Schichten ($10 \dots 500 \mu\text{m}$) vorteilhaft, um den Einfluss von Verschleiß zu mindern. Hier bieten Pulverschichten aus Nanopulvern eine Möglichkeit, die zur Verdichtung notwendige Prozesstemperatur ohne zusätzliche Flussmittel zu verringern.

An dem Modellsystem Kalk-Natron-Glassubstrat und Kieselglasschicht mit einer anschließenden selektiven Sinterung mit Hilfe eines CO_2 -Lasers soll gezeigt werden, wie dickere Schichten hergestellt werden können.

Durch den Einsatz von nanoskaligem SiO_2 kann die Sintertemperatur der Pulverschicht soweit abgesenkt werden, so dass das Substrat durch die Wärmebehandlung mit dem Laser nicht geschädigt wird. Die fast vollständige Absorption der Laserstrahlung mit einer Wellenlänge von $10,6 \mu\text{m}$ durch die SiO_2 -Grünschicht erlaubt den Einsatz eines mit einer Leistung von 100 Watt relativ schwachen CO_2 -Lasers.

Für die Beschichtungsqualität ist sowohl die verwendete Suspension als auch die Vorbehandlung der Substrate maßgeblich. Weitere wichtige Parameter sind die Stabilisierung der Suspension und die Einstellung der Viskosität. Letztere beeinflusst die Schichtdicke maßgeblich. Des Weiteren muss die Blasenfreiheit der Suspension gewährleistet sein.

Fernziel ist das mehrmalige Durchlaufen der Beschichtungsrouten und des Sinterprozesses zur

Herstellung von Mehrlagenschichtsystemen bis hin zur Entwicklung eines innovativen Rapid-Prototyping-Prozesses durch Verknüpfung des Dip-Coating Prinzips und der selektiven Lasersinterung.

Laserbearbeitung von Glas und Glasgrüнкörpern

C. RIVINIUS

Sowohl Grünkörper aus nanoskaligem Kieselglaspulver als auch Flachglassubstrate, wie z.B. Floatglas, lassen sich mit Hilfe eines CO_2 -Lasers durch Laserablation strukturieren. Aufgrund der nahezu vollständigen Absorption der Infrarotstrahlung im Bereich der Wellenlänge von $10,6 \mu\text{m}$ durch SiO_2 lassen sich bereits mit relativ schwachen Laserleistungen bis 100 Watt Strukturen in die Glas- oder Grünkörperoberfläche einbringen.

Neben hohen Fertigungsgeschwindigkeiten ermöglicht der Einsatz der Lasertechnologie eine Strukturierung ohne direkten Werkzeugkontakt. Dies ist besonders bei der Verarbeitung von Grünkörpern wichtig, da eine Verunreinigung der Grünkörperoberfläche durch Werkzeugkontakt zur Kristallisation während des auf die Strukturierung nachfolgenden Sintervorgangs führen kann.

Sowohl der Einfluss der Geschwindigkeit, mit welcher der Laserstrahl über die Glaskörperoberfläche geführt wird, als auch der Einfluss der Laserleistung wurden untersucht. Außerdem konnte gezeigt werden, dass sich die Partikelgrößenverteilung der Grünkörper, abgesehen von ihrem Einfluss auf den Sinterschrumpf, auch auf die mögliche Auflösung der Strukturen auswirkt: Aufgrund der schlechten Wärmeableitung während des Strukturierungsprozesses, die durch die nanoskaligen Porendurchmesser bedingt wird, lassen sich in Grünkörpern feinere Strukturen einbringen als in porenfreie Glaskörper.

Bei der Strukturierung von Flachglas muss beachtet werden, dass die Temperaturwechselbeständigkeit im Vergleich zum Grünkörper deutlich reduziert ist. Daher treten bei der Bearbeitung von Kalknatronglas im Randbereich der Strukturen Risse auf, welche bei der Borosilicatglasbearbeitung ausbleiben. Inwieweit die Laserparameter angepasst werden können, um das Auftreten von Rissen bei Kalknatronglas zu vermeiden, muss noch untersucht werden.

Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen Glasindustrie e.V.
Siemensstraße 45, 63071 Offenbach
Tel. +69 9758610, FAX +69 97586199, Mail info@hvg-dgg.de
Website www.hvg-dgg.de