

SZKŁO BADANIA	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-71
	Szkło	6803-06
	Metody badań	
	Pomiar średniego współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej	Grupa katalogowa 0810

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pomiar średniego współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej szkła (α). Norma obejmuje ogólne zasady pomiaru za pomocą dylatometru, metodę pomiaru za pomocą termometru wagowego oraz pomiar metodą elastooptyczną.

Normy przedmiotowe określają metodę, która powinna obowiązywać przy sprawdzeniu właściwości masy szklanej, z której są wykonywane wyroby będące przedmiotem normy.

1.2. Określenia. Średni współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej (α) jest to stosunek zmiany długości próbki do długości początkowej i zakresu temperatur, w którym nastąpiła ta zmiana. Współczynnik ten wyraża się w K^{-1} wzorem (1)

$$\alpha_{t_1-t_2} = \frac{l_2 - l_1}{l_1(t_2 - t_1)} \quad (1)$$

w którym:

- t_1 - dolna temperatura zakresu pomiarowego, K ($^{\circ}C$),
- t_2 - górna temperatura zakresu pomiarowego, K ($^{\circ}C$),
- l_1 - długość próbki przy temperaturze t_1 , mm,
- l_2 - długość próbki przy temperaturze t_2 , mm.

2. METODY BADAŃ

2.1. Ogólne zasady pomiaru średniego współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej (α) za pomocą dylatometrów różnicowych

2.1.1. Zasada metody. Pomiar polega na zarejestrowaniu zmian długości próbki szkła przy wzroście temperatury z określoną stałą prędkością, a następnie obliczeniu wg wzoru (1) średniego współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej (α) dla dowolnego zakresu temperatur.

2.1.2. Aparatura i sprzęt

- a) Przyrząd pomiarowy do określenia długości początkowej próbki z dokładnością do 0,05 mm.
- b) Polaryskop.
- c) Dylatometr.

2.1.3. Zasady przygotowania próbki. Do wykonania pomiaru należy przygotować 3 jednorodne próbki szkła. Próbki powinny być dokładnie odprężone. Jakość odprężenia sprawdzać wg PN-67/S-13065. Geometryczne wymiary próbek zależą od rodzaju stosowanego dylatometru. Zaleca się, aby wymiary próbek mieściły się w niżej podanych granicach:

długość 50 ÷ 70 mm,

średnica 4 ÷ 8 mm.

Pomiar długości powinien być wykonany z dokładnością do 0,05 mm.

2.1.4. Zasady wykonywania pomiaru. Pomiar wykonuje się na dylatometrze, dowolnej konstrukcji, zapewniającym dokładność oznaczania 5-krotnie większą niż dopuszczalne odchyłki wartości współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej. Próbka do pomiaru powinna być przygotowana zgodnie z 2.1.3. Rozkład temperatury w piecu powinien zabezpieczać jednakową temperaturę wzdłuż długości próbki. Dopuszczalne odchylenie $\pm 2,5^{\circ}C$. Wzrost temperatury powinien być równomierny. Prędkość wzrostu temperatury powinna być stała dla całego zakresu pomiarowego, w granicach 1 ÷ 3 K/min, przy czym dla próbek o większej średnicy należy stosować mniejszą prędkość.

2.1.5. Obliczenie wyników. Średni współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej dla danego zakresu temperatur oblicza się wg wzoru z uwzględnieniem rozszerzalności wzorca (np. szkła kwarcowego). W tym przypadku wzór obliczeniowy przyjmuje postać:

$$\alpha_{t_1-t_2} = \frac{\Delta l}{l_1(t_2 - t_1)} + \alpha_{wz} \quad (2)$$

w którym:

α_{wz} = średni współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej wzorca dla zakresu temperatur $t_2 - t_1$, K^{-1} ,

t_1 - dolna temperatura zakresu pomiarowego, $^{\circ}C$,

t_2 - górna temperatura zakresu pomiarowego, $^{\circ}C$,

l_1 - długość próbki przy temperaturze t_1 , mm,

Δl - przyrost długości w zakresie temperatur $t_2 - t_1$, mm.

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Przemysłu Szkła i Ceramiki dnia 28 kwietnia 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1972 r.
(Mon. Pol. nr 36/1971 poz. 237)

2.1.6. Liczba pomiarów. Należy wykonać 2 pomiary na 2 próbkach.

2.1.7. Różnice między pomiarami. Dopuszczalne różnice między wynikami poszczególnych pomiarów nie powinny wynosić więcej niż 2-krotna dokładność przyrządu. W przypadku otrzymania rozbieżnych wyników, pomiar należy powtórzyć na nowo przygotowanych próbkach.

2.1.8. Wynik. Wynikiem pomiaru jest średnia arytmetyczna 2 pomiarów zgodnych z 2.1.7.

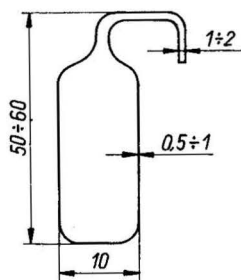
2.2. Pomiar za pomocą termometru wagowego

2.2.1. Zasada oznaczania polega na pośrednim pomiarze rozszerzalności z wagowego oznaczania ilości rtęci wylewającej się z ampułki wykonanej z badanego szkła przy ogrzaniu jej od 0°C do 100°C .

2.2.2. Aparatura, sprzęt i odczynniki

- Ampułka z badanego szkła.
- Waga analityczna.
- Eksykator.
- Naczynie ze śniegiem lub lodem.
- Łaźnia wodna.
- Rtęć cz. d. a.
- Naczynko wagowe.

2.2.3. Przygotowanie próbek. Z badanego szkła wykonuje się 2 ampułki pojemności 4 ± 7 ml i wymiarach w mm podanych w przybliżeniu na rys. 1.



BN-71/6803-06-1

Rys. 1

2.2.4. Wykonanie pomiaru. Suchą i czystą ampułkę, wykonaną wg 2.2.3 zważyć na wadze analitycznej (P_1). Ampułkę napełnić rtęcią (za pomocą pompy próżniowej lub przez kolejne ogrzewanie i chłodzenie). Po napełnieniu przetrzymać przez 40 min w naczyniu z topniejącym lodem lub śniegiem (0°C), uważając przy tym, aby koniec szyjki ampułki był zanurzony w rtęci. Następnie ampułkę przenieść do eksykatora, podstawiając pod szyjkę ampułki związane uprzednio naczynko wagowe. Po 40 min przetrzymania w eksykatorze zważyć ampułkę z rtęcią oraz rtęć, która wylała się z szyjki ampułki do naczynka wagowego, określając łączną ilość jako P_2 . Masę rtęci, która napełniła ampułkę przy 0°C - P_0 oznacza się jako różnicę $P_2 - P_1$.

Następnie ampułkę z rtęcią umieszcza się w łaźni wodnej (100°C) i przetrzymuje tak długo, aż z szyjki ampułki przestaną padać krople rtęci do podstawionego naczynia wagowego. Ampułkę studzi się przez 40 min w eksykatorze i wagi (P_3). Masę rtęci, która napełniła ampułkę przy 100°C - P_{100} oznacza się jako różnicę $P_3 - P_1$.

Należy stosować przepisy bhp dotyczące pracy z rtęcią.

2.2.5. Obliczanie wyników. Współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej badanego szkła oblicza się w K^{-1} wg wzoru (3)

$$\alpha_0 - 100^{\circ}\text{C} = \frac{P_{100} (1 + 3 \alpha_{\text{Hg}} - \Delta t) - P_0}{3P_0 - \Delta t} \quad (3)$$

w którym:

- P_0 - masa rtęci mieszcząca się w ampułce przy 0°C ,
- P_{100} - masa rtęci mieszcząca się w ampułce przy 100°C ,
- Δt - różnica temperatur ($100 \text{ K} = 100^{\circ}\text{C}$),
- α_{Hg} - współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej rtęci,

$$3 \alpha_{\text{Hg}} = 1824,5 \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1} \quad (\text{dla zakresu } 0-100^{\circ}\text{C}).$$

2.2.6. Liczba pomiarów. Należy wykonać co najmniej 2 oznaczenia na tej samej ampułce, przyjmując P_1 przy drugim oznaczeniu z poprzedniego pomiaru. Wyniki pomiarów nie powinny różnić się o więcej niż 3% w stosunku do wartości wyniku mniejszego. W przypadku większej różnicy należy wykonać 2 kolejne oznaczenia na drugiej ampułce.

2.2.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną 2 pomiarów zgodnych z 2.2.6.

2.3. Metoda elastooptyczna

2.3.1. Zasada pomiaru. Metoda elastooptyczna może być stosowana przy wytwarzaniu i doborze szkielek (jednego rodzaju), przeznaczonych do wykonywania złączy, a głównie stosuje się ją do kontroli produkcji.

Metoda elastooptyczna jest to porównawcza metoda zmienności (odchyleń) współczynnika rozszerzalności danego rodzaju szkła, pozwalająca na określenie różnicy między wartością współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej szkła badanego i standardowego (znając jednak wartość współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej szkła standardowego można obliczyć wartość współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej szkła badanego). Skład chemiczny oraz zależność lepkości od temperatury szkła badanego i szkła standardowego muszą być zgodne z wymaganiami na dany rodzaj szkła. Pomiar polega na określeniu w temperaturze pokojowej różnicy dróg optycznych spolaryzowanych promieni światła powstałej na linii połączenia 2 próbek szkła, różniących się wartością współczynnika rozszerzalności cieplnej. Metoda ta pozwala na określenie różnic mniejszych niż przy oznaczaniach dylatometrycznych.

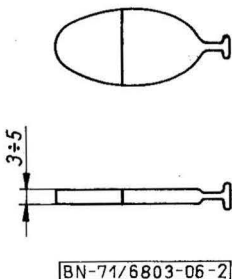
2.3.2. Aparatura i sprzęt

- Szklarski palnik tlenowo-gazowy.
- Szczypce szklarskie.
- Przyrząd pomiarowy o dokładności 0,01 mm.
- Piec elektryczny do odprężenia próbek szkła.
- Laboratoryjna szlifierko-polerka.
- Polaryskop zapewniający możliwość wykrywania różnicy dróg optycznych o wartości 10 nm.
- Szklane standardowe - zależne od rodzaju badanego szkła.
- Atestowany komplet płytek-wzorców różnicy dróg optycznych (różnice między poszczególnymi wzorcami 20 nm).

2.3.3. Przygotowanie próbek. Z badanego szkła formuje się w gazowatlenowym płomieniu palnika najpierw kulkę, a następnie za pomocą szczypiec płytkę o wymiarach (w przybliżeniu) 15 x 10 x 5 mm. Taką samą płytkę wykonuje się ze szkła standardowego. Płytki muszą być jednorodne, nie mogą mieć smug, pęcherzy oraz wtopień ciał obcych.

Jedną krawędź płytki ze szkła badanego i płytki ze szkła standardowego rozgrzewa się w płomieniu palnika do stanu plastycznego i łączy ze sobą przez docisk rozgrzanych krawędzi. Linia złącza musi być prosta, nie może mieć pęcherzy ani wtopień ciał obcych. Należy zaznaczyć, która płytka jest wykonana ze szkła standardowego przez pozostawienie i spłaszczenie pręcika, z którego formuje się próbkę. Czas formowania i łączenia płytek w próbkę powinien być możliwie krótki. Wykonaną próbkę należy umieścić w piecu o temperaturze około 100°C i odprężyć wg warunków odprężenia ustalonych dla danego rodzaju szkła. Prędkość chłodzenia nie może być większa niż 3°C/min. Po ostudzeniu próbek, ich powierzchnię szlifuje się i poleruje. Polerowana powierzchnia musi być prostopadła do powierzchni złącza. Grubość próbki może wahać się w granicach 3 ÷ 5 mm. Różnica grubości jednej próbki nie powinna przekraczać ±0,05 mm.

Wygląd próbki pokazano na rys. 2.

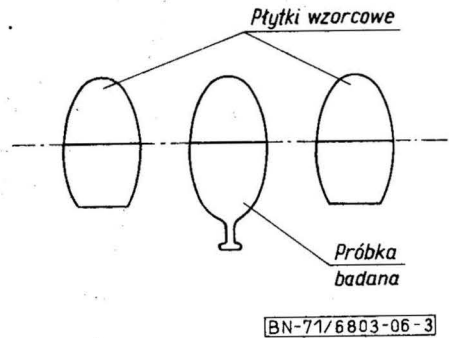


BN-71/6803-06-2

Rys. 2

2.3.4. Wykonanie pomiaru. W polu widzenia polaryskopu umieszcza się między dwoma kolejnymi wzorcami (np. 30 i 50 nm) badaną próbkę. Płytki ustawia się w ten sposób, aby złącza tworzyły jedną linię, przy czym obserwowane zabarwienia były najbardziej intensywne i równomiernie

rozłożone (rys. 3). Obserwację należy prowadzić zgodnie z PN-67/S-13065.



BN-71/6803-06-3

Rys. 3

Jeżeli barwa w próbce badanej jest identyczna z barwą w jednej z płytek wzorcowych, to przyjmuje się wartość różnicy dróg odpowiadającą tej płytce wzorcowej. Jeżeli natomiast barwa w próbce badanej jest pośrednia między barwami w porównywanych płytkach wzorcowych, jako wartość różnicy dróg optycznych przyjmuje się średnią wartość porównywanych płytek wzorcowych. Różnica dróg optycznych wywołana przez naprężenia ściskające oznacza zmniejszenie wartości współczynnika liniowej rozszerzalności szkła badanego w stosunku do szkła standardowego i oznaczona jest znakiem (-) i odwrotnie, różnica dróg optycznych wywołana przez naprężenia rozciągające oznacza zwiększenie współczynnika liniowej rozszerzalności szkła badanego i oznaczona jest znakiem (+).

W celu określenia znaku należy posługiwać się płytkami wzorcowymi, które mają oznaczoną tę płytkę, gdzie różnica dróg optycznych wywołana jest naprężeniami ściskającymi (-).

2.3.5. Obliczanie wyników. Określona wzrokowo jednostkową różnicę dróg optycznych Γ należy odnieść do jednostki grubości (1 cm) wg wzoru (w nm/cm)

$$\Gamma = \frac{\Delta\lambda}{d} \quad (4)$$

w którym:

$\Delta\lambda$ - określona różnica dróg optycznych, nm,

d - grubość, cm.

Uwzględniając, zgodnie z PN-67/S-13065 wzór na wielkość naprężeń (P) przy określonej różnicy dróg optycznych, oblicza się różnicę wartości współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej szkła standardowego i badanego wg wzoru (5)

$$\Delta\alpha = \frac{\Delta\lambda (1-\mu) (E_1 + E_2)}{B \cdot d \cdot E_1 \cdot E_2 \cdot \Delta t} \quad (5)$$

w którym:

B - stała elastooptyczna dla danego rodzaju szkła, $\text{cm}^2 \cdot \text{kg}$,

d - grubość próbki, cm,

μ - liczba Poissona,

E_1 i E_2 - moduł Younga, kG/cm^2 ,

Δt - różnica temperatur między temperaturą transformacji danego rodzaju szkła a temperaturą pokojową.

Średni współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej badanego szkła (α_{sr}) obliczyć w K^{-1} ze wzoru (6)

$$\alpha_{sr} = \alpha_{sl} \pm \Delta\alpha \quad (6)$$

w którym α_{sl} - współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej szkła standardowego.

Dopuszcza się wyrażanie różnic wartości współczynników rozszerzalności w jednostkach dwójtomności wg wzoru (4).

Stałe elastooptyczne (B) dla różnych rodzajów szkielek można przyjąć z PN-67/S-13065 lub innych źródeł.

Przykład:

$$d = 0,37 \text{ cm},$$

$$\Delta\lambda = 30 \text{ nm} = 30 \cdot 10^{-7} \text{ cm},$$

$$B = 3,2 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{kG},$$

$$\mu = 0,25,$$

$$E = 6,5 \cdot 10^5 \text{ kG/cm}^2,$$

$$\Delta t = 480^\circ\text{C}.$$

Według wzoru (4) oblicza się dwójtomność

$$\Gamma = \frac{30}{0,37} = 81 \text{ nm/cm}$$

Chcąc obliczyć różnicę wartości współczynników rozszerzalności ($\Delta\alpha$) stosujemy wzór (5)

$$\Delta\alpha = \frac{30 \cdot 10^{-7} (1-0,25) (6,5 \cdot 10^5 + 6,5 \cdot 10^5)}{3,2 \cdot 10^{-7} \cdot 0,37 \cdot 6,5 \cdot 10^5 \cdot 6,5 \cdot 10^5 \cdot 480} =$$

$$= 1,2 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$$

2.3.6. Liczba pomiarów. Należy wykonać co najmniej 2 równoległe pomiary. Oznaczenia $\Delta\lambda$ nie powinny różnić się między sobą o więcej niż 20 nm.

2.3.7. Wynik. Jako wynik końcowy podaje się średnią arytmetyczną oznaczeń dwójtomności Γ lub $\Delta\alpha$ poszczególnych oznaczeń.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-62/C-13125:

a) rozszerzono o pomiar dylatometrem,

b) usunięto metody podwójnej nici.

Dotychczas obowiązująca PN-62/C-13125 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1972 r.

3. Normy związane

PN-67/S-13065 Szkło i wyroby szklane. Pomiar naprężeń

4. Autorzy projektu normy - mgr inż. K. Szwejdą - Instytut Szkła i Ceramiki.

5. Wydanie 2 - stan aktualny: czerwiec 1985 r., poprawiono błędy.