

SZKŁO BADANIA	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Szkło Metody badań	6803-02
	Pomiar elektrycznej oporności właściwej objętościowej w podwyższonych temperaturach	Zamiast BN-63/6803-02
		Grupa katalogowa 0819

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pomiar elektrycznej oporności właściwej objętościowej szkła (ρ_v) w zakresie temperatur od 120°C do $(t_g - 50)^\circ\text{C}$ oraz dewitryfikatów w zakresie od 120°C do 600°C i oznaczenie temperatury t_{k100} .

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Metoda pomiaru powinna być stosowana w kontroli szkieł i dewitryfikatów. Metoda nie może być stosowana do szkieł ulegających krystalizacji w warunkach badania, szkła piankowego oraz włókien szklanych.

1.3. Określenia

1.3.1. elektryczna oporność właściwa objętościowa materiału (ρ_v) — opór elektryczny próbki o przekroju 1 cm² i długości 1 cm. Jednostką elektrycznej oporności właściwej jest $\Omega \cdot \text{cm}$.

1.3.2. temperatura t_{k100} — temperatura, w której elektryczna oporność właściwa objętościowa szkła lub dewitryfikatu wynosi 10⁸ $\Omega \cdot \text{cm}$ (100 M $\Omega \cdot \text{cm}$) (pojęcie stosowane w technologii szkła).

1.3.3. temperatura przemiany (t_g) — temperatura odpowiadająca lepkości 10^{13,4} dPa·s.

2. METODA POMIARU

2.1. Zasada metody. Metoda polega na oznaczaniu oporu elektrycznego (R_v) próbki w zależności od temperatury, wyliczeniu elektrycznej oporności właściwej (ρ_v) i sporządzeniu wykresu zależności logarytmu tej oporności ($\lg \rho_v$) od odwrotności temperatury bezwzględnej ($1/T$).

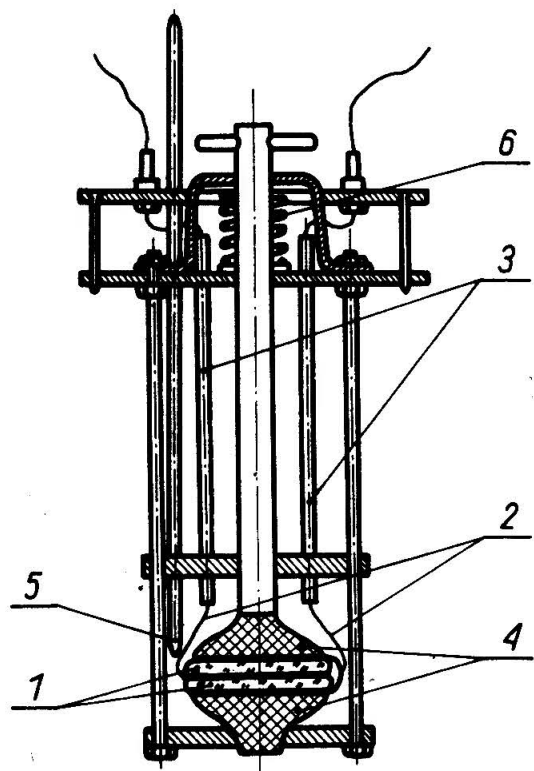
W zakresie temperatur pomiaru wykres zależności $\lg \rho_v = f(1/T)$ ma charakter liniowy. Temperaturę t_{k100} odczytać należy w °C z wykresu.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Piec elektryczny oporowy o temperaturze znamionowej 700°C i wewnętrznych wymiarach przestrzeni grzejnej odpowiednich do wielkości uchwytu próbki. W obszarze umieszczenia próbki maksymalna różnica temperatur nie może przekraczać $\pm 3^\circ\text{C}$.

b) Autotransformator lub programator do sterowania wzrostu temperatury pieca.

c) Uchwyt próbki — przykładowy schemat podano na rys. 1. Uchwyt powinien zapewniać dobre umocowanie próbki, elektrod doprowadzających oraz przyrządu do pomiaru temperatury. W podanym schemacie próbka składa się z dwóch płytek.



BN-84/6803-02-1

Rys. 1. Przykładowy schemat uchwytu próbki.

1 — próbka (dwie płytki), 2 — elektrody doprowadzające, 3 — rurki izolacyjne, 4 — izolatory dociskowe, 5 — przyrząd do pomiaru temperatury, 6 — sprężyna dociskowa

Elektrody doprowadzające powinny być wykonane z metalu dobrze przewodzącego prąd, zapewniającego dobry kontakt elektryczny z powierzchnią próbki w warunkach pomiaru, dlatego najbardziej wskazane są metale szlachetne. Elektrody doprowadzające powinny być dociśnięte do próbek z siłą około 10 N.

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 5 stycznia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1984 poz. 7)

Należy stosować następujące przyrządy do pomiaru temperatury:

- termoelement NiCr-Ni, połączony ze wskaźnikiem o klasie dokładności nie gorszej niż 0,5,
- termometr rtęciowy do 600°C.

Termoelement lub termometr powinien być tak umieszczony, aby spoina lub zbiorniczek z rtęcią znajdował się blisko bocznej powierzchni próbki, nie dotykając jej.

Konstrukcja uchwytu powinna zapewniać opór izolacji większy niż $3 \cdot 10^{10}$ w temperaturze 600°C.

d) Miernik dużych oporności (teraomierz lub megaomierz o zakresie pomiarowym $10^6 \div 10^{10}$ (o klasie dokładności 2,5).

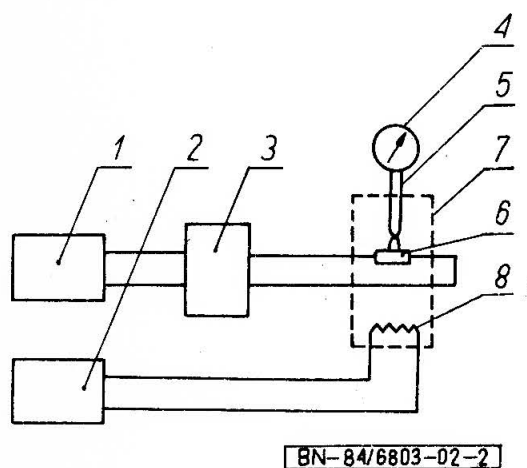
e) Przełącznik do zmiany kierunku prądu płynącego przez próbkę oraz do wyłączania miernika oporności.

f) Mikromierz z podziałką 0,01 mm.

g) Suwmiarka z podziałką 0,1 mm.

h) Lupa 5x.

Schemat układu pomiarowego — wg rys. 2.



Rys. 2. Schemat układu pomiarowego

1 — miernik dużych oporności (megaomierz), 2 — regulator temperatury pieca, 3 — przełącznik prądu, 4 — wskaźnik temperatury, 5 — termoelement, 6 — próbka badanej szkła, 7 — piec, 8 — element grzejny pieca

2.3. Przygotowanie próbek

2.3.1. Wykonanie próbek. Próbki do badań powinny mieć postać płytek o grubości $2 \div 5$ mm i powierzchni podstawy min 300 mm². Płytki powinny mieć regularny kształt, np. koła lub kwadratu. Płaskorównoległość nie powinna być gorsza niż 0,05 mm. Próbki nie powinny mieć naprężeń oraz widocznych wad masy szklanej. Powierzchnie próbek powinny być gładko szlifowane lub polerowane.

Liczba płytek (2 lub 4) zależy od rozwiązania konstrukcyjnego uchwytu.

2.3.2. Nanoszenie elektrod właściwych. Na obydwie podstawy płytki nanosi się przewodzące prąd elektrody właściwe. Elektrody naniesione na przeciwległe powierzchnie płytek powinny się pokrywać i mieć regularny kształt. Elektrody właściwe należy wykonać z metali szlachetnych metodą wypalania past koloidalnych lub metodą naparowywania w próżni. Dopuszcza się stosowanie grafitu koloidalnego przy pomiarach w temperaturach do 400°C.

Próbki do badań należy oczyścić alkoholem etylowym i suszyć w powietrzu w temperaturze $15 \div 35^\circ\text{C}$ w ciągu $2 \div 3$ min. W przypadku stosowania past, powierzchnie próbki należy pokryć równomierną warstwą pasty, a następnie suszyć w ciągu $2 \div 3$ h w powietrzu ($15 \div 35^\circ\text{C}$) lub w suszarce w temperaturze $50 \div 80^\circ\text{C}$. Po wysuszeniu pasty próbki należy wypalać. Temperatura wypalania zależy od rodzaju stosowanej pasty, nie powinna być jednak wyższa niż t_g . W przypadku naparowywania metali, należy przed naparowywaniem osłonić powierzchnie boczne próbek i wykonywać operacje technologiczne zgodnie z instrukcjami obsługi zastosowanego typu aparatury, przy czym maksymalna temperatura nie powinna również przekraczać wartości t_g badanego szkła.

Studzenie próbki w każdym przypadku powinno być prowadzone tak, aby w szkłe nie powstały naprężenia trwałe.

Grubość elektrod właściwych powinna być równomierna, bez prześwitów widocznych przez lupę 5X.

Odległość elektrody właściwej od krawędzi próbki powinna być ≥ 3 mm. Dopuszcza się nanoszenie elektrod właściwych na całą powierzchnię podstaw płytki, pod warunkiem wypolerowania bocznych powierzchni płytki.

Stosunek średnicy lub przekątnej elektrody właściwej do grubości próbki powinien wynosić 4:15.

2.4. Wykonanie pomiaru. Do pomiaru pobiera się 2 próbki wykonane zgodnie z 2.3.1. Za pomocą mikromierza mierzy się grubość próbki pośrodku i w 4 symetrycznie rozmieszczonych punktach płaszczyzny próbki. Za wynik przyjmuje się średnią arytmetyczną wszystkich 5 pomiarów.

Po naniesieniu elektrod właściwych, zgodnie z 2.3.2, mierzy się ich wielkość (średnicę lub bok z dokładnością do 0,5 mm) i oblicza powierzchnię. Próbki zamocowuje się w uchwycie i umieszcza w piecu elektrycznym, a następnie podłącza się układ pomiarowy oporu elektrycznego próbki. Piec włącza się i ogrzewa z prędkością nie większą niż 2 K/min. Pomiar oporu elektrycznego próbki rozpoczyna się po osiągnięciu 120°C i rejestruje co 10°C . Mierzac opór elektryczny (R_v) należy przyłożyć napięcie stałe pomiarowe o wartości 100, 250 lub 500 V.

W każdej temperaturze wykonuje się odczyt oporu przy obu kierunkach przepływu prądu.

Wyniki odczytów nie powinny różnić się więcej niż o 2%.

Pomiary można zakończyć w temperaturze odpowiadającej elektrycznej oporności właściwej (ρ_v) = $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$.

Można wykonywać pomiary także przy malejącej temperaturze. Należy wówczas ogrzać próbkę do temperatury odpowiadającej elektrycznej oporności właściwej (ρ_v) = $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ i po 30 min utrzymywania jej, obniżyć temperaturę z zadaną prędkością (2 K/min).

Pomiar można zakończyć w temperaturze odpowiadającej elektrycznej oporności właściwej (ρ_v) = $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$.

2.5. Opracowanie wyników pomiaru. Elektryczną oporność właściwą (ρ_v) w każdej temperaturze określa się w $\Omega \cdot \text{cm}$, wg wzoru

$$\rho_v = R_v \frac{S}{l} \quad (1)$$

w którym:

- R_v — zmierzony opór, Ω ,
- S — powierzchnia elektrody właściwej, cm^2 ,
- l — grubość próbki, cm .

W przypadku stosowania uchwytu wg 2.2 c) elektryczną oporność właściwą (ρ_v) w każdej temperaturze określa się, w $\Omega \cdot \text{cm}$, wg wzoru

$$\rho_v = R_v \frac{l_1 \cdot S_2 + l_2 \cdot S_1}{l_1 \cdot l_2} \quad (2)$$

w którym:

- S_1, S_2 — powierzchnia elektrod właściwych (cm^2), mierzone po jednej stronie każdej płytki,
- l_1, l_2 — grubość płytek, cm .

Po obliczeniu wartości ρ_v sporządza się wykres zależności $\lg \rho_v = f(1/T)$, w którym T — temperatura bezwzględna, w kelwinach. Dla otrzymania dostatecznej dokładności wyników pomiarów przyjmuje się podziałkę 1 cm odpowiadającą $1/T = 0,02 \cdot 10^{-3}$ na osi odciętych oraz $\lg \rho_v = 0,2$ na osi rzędnych. Zależność ta powinna być liniowa. Jeżeli odchyłka punktów od prostej przekracza 0,1 $\lg \rho_v$ pomiar należy powtórzyć.

Dla ułatwienia odczytu wyników z wykresu zaleca się umieszczenie pomocniczej osi temperatur, w $^{\circ}\text{C}$. Przykład wykresu podano na rys. 3.

Z wykresu $\lg \rho_v = f(1/T)$ należy odczytać temperaturę t_{k100} odpowiadającą $\lg \rho_v = 8$, podając wynik w $^{\circ}\text{C}$. Wykonuje się 2 pomiary.

Oznaczona wartość t_{k100} z dwóch pomiarów nie powinna różnić się więcej niż o 5°C . Z tego samego wykresu można wyznaczyć temperatury odpowiadające innym wartościom $\lg \rho_v$ w zakresie zmierzonych wartości.

Elektryczną oporność właściwą (ρ_v) w przedziale od 120°C do temperatury przemiany (t_g) można obliczyć także wg wzoru Rascha i Hinrichsena:

$$\lg \rho_v = A + \frac{B}{T} \quad (3)$$

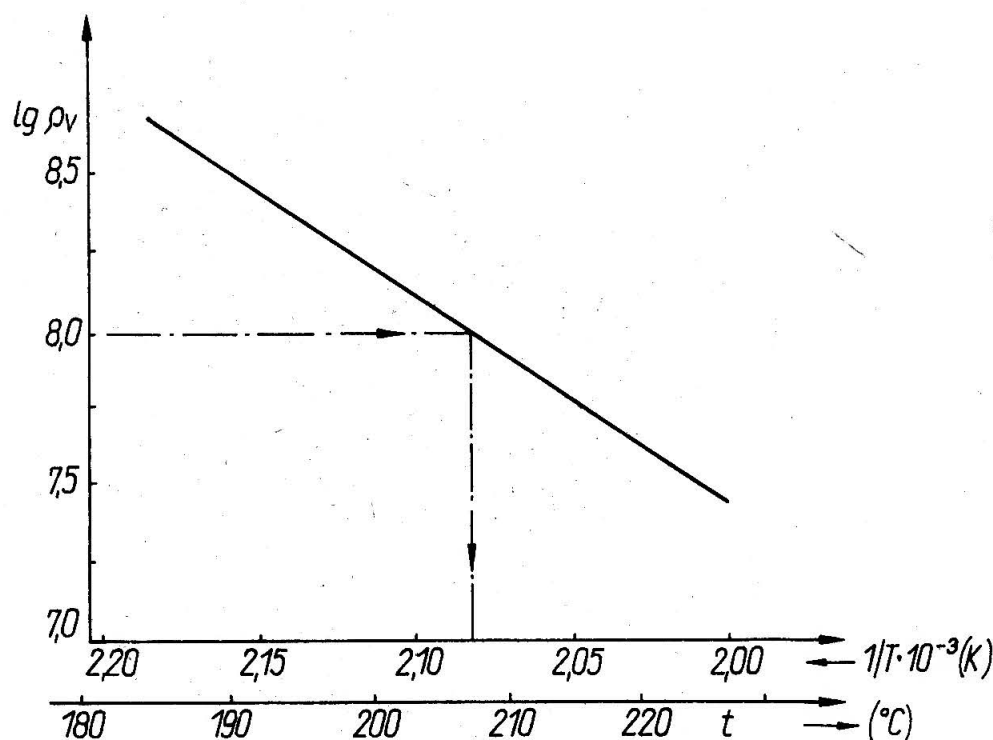
w którym:

- A, B — stałe materiału,
- T — temperatura bezwzględna, K .

Stałe materiału A i B można wyliczyć ze zmierzonych wartości, stosując metodę liniowej regresji w układzie współrzędnych $\lg \rho_v, 1/T$.

2.6. Protokół pomiaru. Protokół pomiaru powinien zawierać następujące dane:

- opis badanej próbki (producent materiału, nazwa materiału, grubość próbki, wymiary i rodzaj materiału elektrod właściwych),
- opis stosowanego układu pomiarowego,
- wartość napięcia pomiarowego,
- szczegółowe wyniki pomiaru (tablica wg załącznika),
- ocenę wyników pomiaru,
- numer niniejszej normy,
- miejsce i datę badania.



BN-84/6803-02-3

Rys. 3. Wykres zależności $\lg \rho_v = f(1/T)$

K O N I E C

T A B L I C A W Y N I K Ó W P O M I A R U

Data i miejsce pomiaru:	Opis próbek:
	grubość próbek (cm): l_1 l_2
	Wymiary elektrod właściwych (cm):
	Powierzchnia elektrod właściwych (cm ²): S_1 S_2
	Materiał elektrod właściwych:
	wartość napięcia pomiarowego

Badany materiał:

— producent:
— nazwa materiału:

Lp.	Temperatura			Opór R_v		Oporność właściwa (ρ_v) $\Omega \cdot \text{cm}$	$\lg \rho_v$
	°C	K	$\frac{10^3}{T}$	M Ω	Ω		

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki.
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6803-02
 - a) zmieniono zakres temperatur pomiaru,
 - b) wprowadzono symbolikę i zapis t_{k100} (zgodnie z CT CЭB)
 - c) zmieniono wymiary próbek,
 - d) wprowadzono opis sposobu nanoszenia elektrod właściwych na próbki,
 - e) zmieniono kontrolę grubości próbki,
 - f) zmieniono prędkość podnoszenia temperatury w piecu,
 - g) określono dopuszczalną różnicę odczytów R_v dla obu kierunków przepływu prądu,
 - h) wprowadzono możliwość wykonywania pomiaru podczas spadku temperatury,
 - i) podano ogólny wzór na obliczanie ρ_v , określono dopuszczalną odchyłkę $\lg \rho_v$ oraz podano dopuszczalną różnicę dwóch oznaczeń t_{k100} ,
 - j) wprowadzono obliczanie $\lg \rho_v$ wg Rascha i Hinrichsena,
 - k) zmieniono skalę wykresu zależności $\lg \rho_v = f(1/T)$.

3. Normy zagraniczne

- RWPG CT CЭB 2053-79 Стекло. Метод определения удельного объемного электрического сопротивления при повышенных температурах
- CSRS ČSN 70 0537 Sklo. Metoda stanovení měrného objemového elektrického odporu při zvýšených teplotách
- CSRS ČSN 34 6460 Skúšky elektroizlačnych materialov. Elektrický odpor pri jednosmernom napati
- RFN DIN 52326 Bestimmung des spezifischen elektrischen Durchgangwiderstandes
- NRD TGL 94-06006 Prüfung von Glas. Bestimmung der t_{k100} Temperatur
- USA ASTM C 657-78 Standart Test Method for d-c Volume Resistivity of Glass

4. Autorzy projektu normy — dr inż. Krystyna Szwejska, mgr inż. Irena Bugajska.