

SZKŁO BADANIA	NORMA BRANŻOWA	BN-86
	Szkło	6803-10
	Metody badań	
	Oznaczenie różnicy gęstości	Grupa katalogowa 0819

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie różnicy gęstości szkieł, przy zastosowaniu cieczy ciężkich.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania różnic gęstości szkieł sodowo-wapniowych i borokrzemianowych, z wyjątkiem szkła piankowego i zbrojonego.

Wyniki badań służą głównie do kontroli stałości składu chemicznego.

2. METODA BADANIA

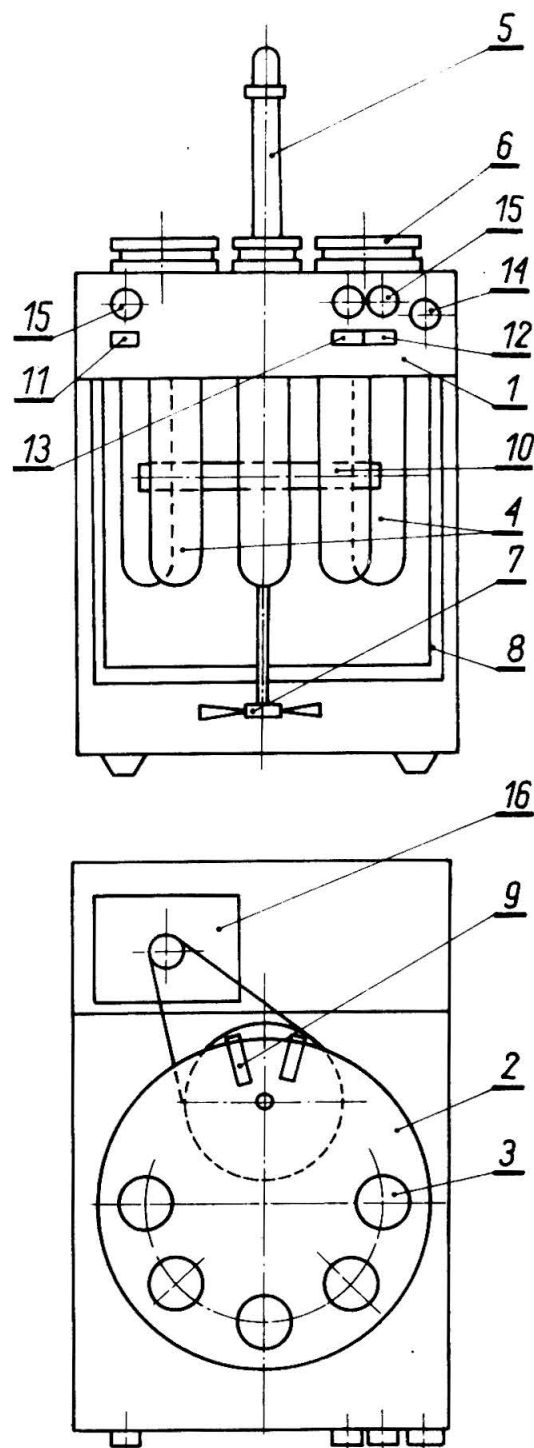
2.1. Zasada metody. Zasada metody polega na oznaczaniu różnicy gęstości szkła badanego względem szkła wzorcowego, którego gęstość została oznaczona inną metodą, np. piknometryczną wg BN-75/6803-01. Czynnikiem pośrednim jest ciecz ciężka, której gęstość zostaje zrównana raz z gęstością szkła badanego, drugi raz z gęstością szkła wzorcowego.

2.2. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy, skażony.
- 1-bromonaftalen ($C_{10}H_7Br$) o gęstości w temperaturze $20^{\circ}C$ $\rho_1 = 1,4839$ g/cm³.
- 1,1,2,2-czterobromoetan ($CHBr_2CHBr_2$) o gęstości w temperaturze $20^{\circ}C$ $\rho_2 = 2,9501$ g/cm³.
- Woda destylowana.

2.3. Aparatura i przyrządy

a) Aparat do oznaczania różnic gęstości — wg rys. 1. Aparat jest termostatem o specjalnej konstrukcji, z regulowanym wzrostem temperatury. Pojemnik termostatu stanowi naczynie szklane (2) w kształcie walca, wyposażone w grzałkę elektryczną (9), mieszadło (7) i chłodnicę metalową niklowaną (8) okalającą dno naczynia. Ochronę szklanego naczynia i układu elektrycznego stanowi metalowa obudowa (1) z prostokątnym wycięciem, umożliwiającym obserwację próbek, oświetlonych lampą, np. jarzeniową (10) zamontowaną w tylnej części aparatu. Podstawa obudowy, na której ustawione jest naczynie, wyłożona jest warstwą materiału izolacyjnego. W pokrywie obudowy jest pięć okrągłych



BN-86/6803-10-1

Rys. 1

1 — obudowa metalowa, 2 — naczynie szklane, 3 — otwory na próbki, 4 — próbki, 5 — termometr, 6 — korek tekstolitowy, 7 — mieszadło, 8 — chłodnica, 9 — grzałka elektryczna, 10 — jarzeniówka, 11 — przycisk zasilania elektrycznego, 12 — przycisk szybkiego grzania, 13 — przycisk regulowanego grzania, 14 — potencjometr, 15 — żarówka kontrolna, 16 — silnik napędu

Zgłoszona przez Dyrektora Instytutu Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Szkła i Ceramiki dnia 4 kwietnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1986 poz. 15)

otworów (3) na próbki (4). W czterech otworach umieszczone są próbki pomiarowe, wypełnione mieszaniną cieczy ciężkich, zatkaane korkami tekstolitowymi (6), ze szklanymi talerzykami zanurzonymi w cieczy. W piątym, środkowym otworze umieszczona jest próbka, wypełniona również mieszaniną cieczy ciężkich, zatkana korkiem tekstolitowym z termometrem (5) o zakresie od 0 do 50°C i podziałce co 0,1°C.

Termometr należy zanurzyć w cieczy tak, aby połówka wysokości zbiornika z rtęcią znajdowała się na kresce poziomu zerowego, zaznaczonej na próbce.

Naczynie wypełnione jest wodą destylowaną do poziomu cieczy w próbkach. Aparat zasilany jest prądem o napięciu 220 V. Do włączania aparatu i uruchamiania mieszadła służy przycisk (11). Oświetlenie i układ szybkiego grzania — włącza przycisk (12). Przycisk (13) włącza układ regulownego grzania wg wartości zadanej na potencjometrze (14).

- b) Pensety niklowane.
- c) Rękawice gumowe.
- d) Szkło wzorcowe.

2.4. Przygotowanie próbek. Próbki do badań należy wyciąć z wyrobów tak, aby ich kształt był zbliżony do prostopadłościanu. Należy unikać próbek cienkich o dużej powierzchni. Masa próbki powinna wynosić od 1,5 do 2,5 g. Próbki nie mogą mieć naprężeń wewnętrznych oraz żadnych wad, takich jak: smugi, pęcherze oraz obce wtrącenia.

Do badań stałości składu chemicznego produkowanego szkła, zaleca się pobieranie wyrobów zawsze z tego samego miejsca odprężarki oraz wycinanie próbek z tego samego miejsca wyrobu lub taśmy szkła, w przypadku badań szkła płaskiego.

Przed oznaczaniem próbki należy dokładnie przemyć alkoholem i osuszyć.

W badaniach stałości składu chemicznego szkła zaleca się stosować jako szkło wzorcowe, szkło produkowane w okresie najlepszej pracy agregatu produkcyjnego.

2.5. Przygotowanie mieszaniny cieczy ciężkich. Gęstość mieszaniny cieczy ciężkich w temperaturze pokojowej (20°C) powinna być większa od gęstości szkła wzorcowego o około 0,01 g/cm³.

Objętość składników mieszaniny cieczy ciężkiej, w cm³, należy obliczyć wg wzorów

- a) 1-bromonaftalen (V_1)

$$V_1 = \frac{V_m(\rho_2 - \rho_m)}{\rho_2 - \rho_1} \quad (1)$$

w którym:

- V_m — żądana objętość mieszaniny cieczy ciężkich, cm³,
- ρ_m — gęstość mieszaniny cieczy ciężkich, g/cm³,
- ρ_1 — gęstość 1-bromonaftalenu, g/cm³,
- ρ_2 — gęstość 1,1,2,2-czterobromoetanu, g/cm³.

- b) 1,1,2,2-czterobromoetan (V_2)

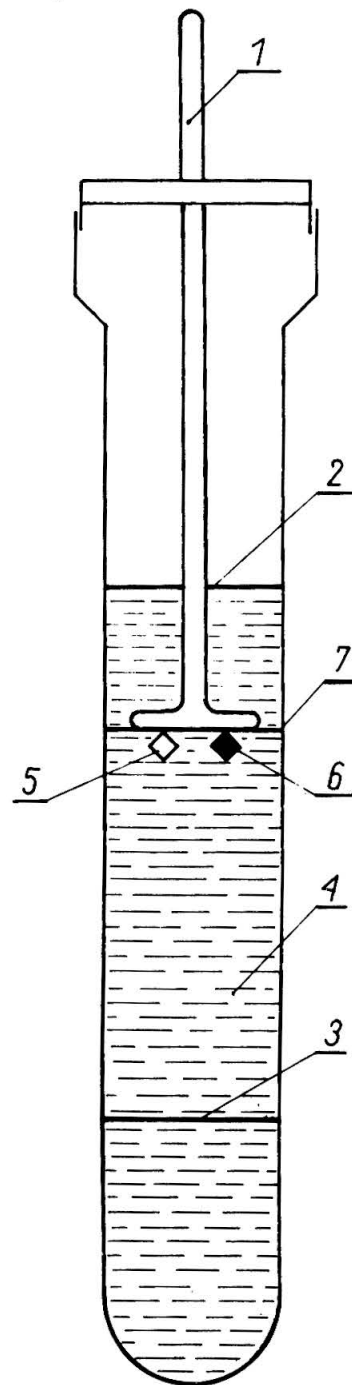
$$V_2 = V_m - V_1 \quad (2)$$

w którym:

- V_m — żądana objętość mieszaniny cieczy ciężkich, cm³,
- V_1 — objętość 1-bromonaftalenu, cm³.

Odmierzone objętości składników miesza się w zlewce, po czym napełnia się przygotowaną mieszaniną próbki pomiarowe, uprzednio dokładnie osuszone. Następnie do każdej próbki należy włożyć pensetą próbkę szkła wzorcowego. Ciecz należy ogrzać do 25°C. W tej temperaturze próbki powinny znajdować się na powierzchni cieczy. Jeśli próbka szkła opada na dno, należy za pomocą pipety dolewać kroplami 1,1,2,2-czterobromoetanu, ciągle mieszając, aż próbka wypłynie na powierzchnię. Następnie należy ogrzać ciecz do 32°C. W tej temperaturze wszystkie próbki muszą znajdować się na dnie próbek. W przeciwnym przypadku należy, w sposób podany powyżej, dodawać 1-bromonaftalenu aż próbki opadną na dno.

W próbkach należy pozostawić objętość cieczy, odpowiadającą poziomowi zaznaczonemu na rys. 2.



BN-86/6803-10-2

Rys. 2

1 — przycisk szklany z talerzykiem szklanym, 2 — poziom górnej cieczy ciężkiej, 3 — poziom zerowy, 4 — ciecz ciężka, 5 — próbka wzorcową, 6 — próbka badana, 7 — poziom talerzyka szklanego

Jeśli z czasem mieszanina cieczy ulegnie zanieczyszczeniu lub zmieni swój skład, należy ją przesączyć przez sącdek filtracyjny i wykonać korekty gęstości.

Wszystkie czynności związane z przygotowaniem mieszaniny cieczy ciężkiej należy wykonywać pod wyciągiem, w rękawicach gumowych i w okularach ochronnych.

Ciecze należy przechowywać w ciemnych, szczelnie zamkniętych butelkach.

2.6. Wykonanie oznaczania. Do każdej probówki wypełnionej cieczą ciężką należy włożyć pensetą próbkę wzorcową i najwyżej dwie próbki badane. Probówki należy zatkać korkami, następnie należy uruchomić aparat, zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Poniżej temperatury 25°C ogrzewanie należy prowadzić szybko. Od tej temperatury należy przejść na ogrzewanie regulowane, ze stałym wzrostem temperatury, wynoszącym 0,1°C/min. Należy również, raz na minutę, lekko trącać każdą próbkę szklanym talerzykiem uważając, aby próbki nie przylegały wzajemnie do siebie i nie zakłócały swobodnego opadania. Z chwilą rozpoczęcia opadania należy bezwzględnie przestrzegać, aby nie było żadnych wstrząsów.

Temperatury, w których poszczególne próbki mijają kreskę zerową oznaczoną na probówce (rys. 2), należy odczytać i zanotować wartości, z dokładnością do 0,1°C.

Po zakończeniu pomiarów badane próbki należy wyjąć z cieczy za pomocą pensety. Probki wzorcowe można pozostawić w probówkach do następnych oznaczeń.

2.7. Obliczanie wyników. Różnicę gęstości ($\Delta\rho$) szkła badanego i szkła wzorcowego należy obliczyć, w g/cm³, wg wzoru

$$\Delta\rho = k(t_x - t_s) \quad (3)$$

w którym:

t_x — temperatura, w której próbka badana przy opadaniu miją kreskę poziomu zerowego, °C,

t_s — temperatura, w której próbka wzorcową przy opadaniu miją kreskę poziomu zerowego, °C,

k — wielkość względnego współczynnika zmiany gęstości cieczy i szkła, g/cm³, °C.

Dla szkieł sodowo-wapniowych k wynosi 0,00171 g/cm³ · °C, a dla szkieł borokrzemianowych — 0,00174 g/cm³ · °C.

Dokładność oznaczania wynosi 0,0002 g/cm³.

2.8. Przedstawianie wyników. Wyniki pomiarów należy zestawiać wg tablicy.

Data pobierania próbki	Miejsce pobierania próbki	t_s °C	t_x °C	$t_x - t_s$ °C	$\Delta\rho$ g/cm ³	$\bar{\Delta\rho}$ g/cm ³

Jako wynik należy podać średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń ($\bar{\Delta\rho}$).

Przy ciągłej kontroli stałości składu chemicznego, wyniki należy przedstawiać na wykresie, odkładając na osi odciętych datę pobierania próbki, a na osi rzędnych otrzymane wartości $\Delta\rho$.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

BN-75/6803-01 Szkło. Metody badań. Oznaczanie gęstości

3. Autorzy projektu normy — mgr Bronisława Kojder, mgr Czesława Niesułowska — Instytut Szkła i Ceramiki, Filia w Krakowie.