

CERAMIKA BADANIA	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Ceramika	7011-33
	Metody badań	Zamiast BN-68/7001-07
	Oznaczanie dylatometryczne dla surowców, mas i szkliv ceramicznych	Grupa katalogowa 0719

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dylatometryczne oznaczanie w sposób ciągły zmian długości próbki podczas ogrzewania oraz oznaczanie średniego liniowego współczynnika rozszerzalności.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do oceny właściwości surowców ilastych, mas i szkliv ceramicznych w stanie wypalonym.

1.3. Określenia

1.3.1. krzywa dylatometryczna — graficzny obraz zmian wymiarów liniowych badanych próbek w funkcji temperatury, przy czym zmiany wymiarów liniowych są odniesione do wymiarów początkowych próbki, zmierzonych w temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$ i wyrażonych w procentach.

1.3.2. średni liniowy współczynnik rozszerzalności cieplnej ($\bar{\alpha}$) — średnia różnica długości próbki przypadająca na jednostkę długości początkowej i na 1°C w określonym zakresie zmian temperatury.

1.3.3. temperatura transformacji — temperatura wyznaczona z krzywej dylatometrycznej, odpowiadająca punktowi przecięcia się dwóch prostych aproksymujących odcinki krzywej dylatometrycznej o różnym nachyleniu.

1.3.4. temperatura deformacji (mięknienia dylatometrycznego) — temperatura, w której szklivo zaczyna mięknąć. Na krzywej dylatometrycznej odpowiada jej maksimum rozszerzalności szkliva.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na pomiarze i rejestracji długości jednorodnej anizotropowej próbki w funkcji temperatury, a następnie obliczeniu współczynnika rozszerzalności liniowej.

2.2. Aparatura, przyrządy, materiały

a) Dylatometr dowolnego typu; zalecany jest dylatometr umożliwiający pomiar temperatury do 1600°C i dokładności odczytu temperatury do $\pm 5^\circ\text{C}$, wyposażony w przystawkę programująco-regulującą temperaturę, umożliwiającą utrzymanie powtarzalnych warunków oznaczania w funkcji temperatury.

b) Eksykator ze środkiem suszącym.

c) Folia lub przekładki platynowe.

d) Piła mechaniczna z tarczą diamentową, np. Mini-secar 2.

e) Piec laboratoryjny z programatorem krzywej.

f) Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury.

g) Szlifierka do płaszczyzn.

h) Sito laboratoryjne o boku oczka 1,5 mm.

i) Śruba mikrometryczna.

2.3. Przygotowanie próbek do badań

2.3.1. Przygotowanie próbki ze szkliva. Pobrać 1 litr zawiesziny szkliva lub około 0,5 kg suchego szkliva. Zawiesinę wysuszyć w suszarce elektrycznej. Przetrzeć przez sito o boku oczka 1,5 mm. Zarobić wodą do stanu plastycznego i uformować ręcznie 3 walce lub beleczyki o wymiarach pozwalających na uzyskanie po wypaleniu próbek o odpowiednich wymiarach, wynikających z instrukcji użytego do badań dylatomtru.

Uformowane próbki wysuszyć do stanu powietrzno-suchego w temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$, a następnie suszyć w suszarce do stałej masy w temperaturze $110 \pm 5^\circ\text{C}$. Wysuszone próbki umieścić w formach szamotowych, wypełnionych tlenkiem glinu i wypalać zgodnie z właściwym dla danego typu szkliva reżimem technologicznym. Maksymalna temperatura wypalania powinna gwarantować stopienie szkliva — należy ją bezwzględnie podać w protokole z badań. Z wypalonych próbek wyciąć piłą z tarczą diamentową kształtki o wymiarach zgodnych z instrukcją używanego do badań dylatomtru. Powierzchnie czołowe wyciętej kształtki oszlifować tak, aby były płasko-równoległe. Po oszlifowaniu próbki wymyć, wysuszyć w suszarce w temperaturze $110 \pm 5^\circ\text{C}$ i ostudzić w eksykatorze.

2.3.2. Przygotowanie próbek z surowców lub mas. Surowiec lub masę ceramiczną uformować dowolną metodą w kształtkę umożliwiającą wycięcie z niej próbki do badań i wypalić w odpowiedniej temperaturze.

W przypadku badania masy, próbki mogą pochodzić z gotowego wyrobu. Z tak przygotowanej kształtki lub z gotowego wyrobu, wyciąć piłą diamentową próbkę o przekroju prostokątnym lub kołowym. Długość próbki powinna odpowiadać warunkom eksploatacji poszczególnych dylatomtrów. Z reguły powinna się mie-

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 9 stycznia 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1985 poz. 10)

cię w granicach $30 \div 70$ mm. Wielkość przekroju próbki musi być dopasowana do uchwytu próbki w aparacie.

2.3.3. Próbkki wzorcowe. Próbkki wzorcowe służące do wyznaczania systematycznego błędu aparatu powinny swoimi wymiarami odpowiadać badanym próbkom i mieć płasko-równoległe powierzchnie czołowe. Ich rozszerzalność w funkcji temperatury jest znana i uważana za wartość zadaną w poszczególnych temperaturach.

Jako próbkę wzorcową do temperatury 1000°C zaleca się Vacromium lub platynę, natomiast do temperatury 1600°C zaleca się stosować spiekany korund (Al_2O_3).

2.4. Obliczanie szybkości ogrzewania. Szybkość ogrzewania (y) w $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ dla próbek o przekroju prostokątnym obliczyć wg wzoru

$$y = \frac{375}{x^2} \quad (1)$$

w którym:

$x = \sqrt{a \cdot b}$ — grubość próbki, mm,

a, b — wymiary krawędzi przekroju próbki, mm,

375 — współczynnik przeliczeniowy, $\frac{^{\circ}\text{C} \cdot \text{mm}^2}{\text{min}}$.

Dla próbek o przekroju kołowym (x) jest równy średnicy próbki (mm).

Jeżeli aparat umożliwia tylko stopniową regulację szybkości temperatury grzania, należy ustawić przełącznik szybkości grzania na zakres najbliższy szybkości żądanej, ale nie wyższej od niej.

2.5. Wyznaczanie krzywej kalibracji. Zmierzyć długość próbki wzorcowej śrubą mikrometryczną z dokładnością do $\pm 0,01$ mm. Umieścić próbkę w aparacie i przeprowadzić pomiar zgodnie z instrukcją obsługi danego aparatu.

Kalibracja musi być prowadzona w takich samych warunkach badań, jakie są przewidywane w badaniach próbek, tj. wymiary próbek, szybkość ogrzewania, układy pomiarowe. Przy zmiennych warunkach badań należy każdorazowo wykonać nową krzywą kalibracyjną.

Wartość poprawki aparaturowej Δl_k przy temperaturze pomiaru T obliczyć wg wzoru

$$\Delta l_k(T) = \Delta l_s(T) - \Delta l_m(T) \quad (2)$$

w którym:

$\Delta l_s(T)$ — znana rozszerzalność liniowa próbki wzorcowej w temperaturze T ,

$\Delta l_m(T)$ — zmierzona (zarejestrowana) rozszerzalność liniowa próbki wzorcowej w temperaturze T .

Wartość poprawki może być zarówno dodatnia, jak i ujemna. Obliczone wartości poprawek nanieść na papier milimetryowy w prostokątnym układzie współrzędnych $[\Delta l_k(T), T]$. Otrzymane punkty połączyć linią ciągłą. Otrzymana krzywa kalibracyjna obowiązuje tylko dla danych warunków badania i danego aparatu.

2.6. Wykonanie oznaczania. Próbkę przygotowaną wg 2.3.1 lub 2.3.2 zmierzyć w temperaturze $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ (l_0) z dokładnością do $0,002$ mm, umieścić w aparacie i przeprowadzić pomiar zgodnie z instrukcją obsługi. Próbkę należy ogrzewać z szybkością obliczoną wg 2.4.

2.7. Obliczanie wyników oznaczania

2.7.1. Obliczanie zmian długości próbki. Bezwzględna zmianę długości próbki $[\Delta l_s(T)]$ obliczyć z zarejestrowanej zmiany długości próbki w funkcji temperatury wg wzoru

$$\Delta l_s(T) = \Delta l_m(T) + \Delta l_k(T) \quad (3)$$

w którym:

$\Delta l_m(T)$ — zmierzona zmiana długości próbki oznaczona z zarejestrowanej krzywej dylatometrycznej w danej temperaturze T ,

$\Delta l_k(T)$ — wartość poprawki odczytana z krzywej kalibracyjnej dla danej temperatury T .

2.7.2. Obliczanie średniego współczynnika rozszerzalności liniowej. Średni współczynnik rozszerzalności liniowej $[\bar{\alpha}_{(T_1, T_2)}]$ w zakresie temperatur $T_1 \div T_2$ ($T_1 < T_2$) obliczyć wg wzoru

$$\bar{\alpha}_{(T_1, T_2)} = \frac{\Delta l_s(T_2) - \Delta l_s(T_1)}{\Delta l_s(T_1)} \cdot \frac{1}{T_2 - T_1} \quad (4)$$

w którym:

$\Delta l_s(T_2)$ — bezwzględna długość próbki w temperaturze T_2 ,

$\Delta l_s(T_1)$ — długość próbki w temperaturze T_1 (bardzo często $T_1 = 20^{\circ}\text{C}$, a więc $\Delta l_s(T_1) = l_0$, T_2, T_1 — temperatura próbki).

Dla wypalonych materiałów ceramicznych i surowców ilastych należy obliczyć $\bar{\alpha}_{(t_0 \div t_1)}$ tylko w zakresach liniowej zmiany długości próbki, a więc gdy nie przebiegają jednocześnie przemiany krystalograficzne, rekrytalizacja itd. wg wzoru

$$\bar{\alpha}_{(t_0 \div t_1)} = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot (t_1 - t_0)} \quad (5)$$

w którym:

Δl — rzeczywisty przyrost długości próbki zarejestrowany w temperaturze t_1 , mm,

l_0 — długość początkowa próbki zmierzona w temperaturze t_0 , mm,

t_1 — temperatura końcowa pomiaru, $^{\circ}\text{C}$,

t_0 — temperatura początkowa pomiaru, $^{\circ}\text{C}$ (najczęściej temperatura $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$).

Dla szkliv ceramicznych $\bar{\alpha}_{(t_0 \div t_1)}$ obliczać tylko do temperatury transformacji.

2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią co najmniej dwóch oznaczeń obliczonych z dokładnością do $0,1 \cdot 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$. Każdorazowo przy symbolu należy podawać w indeksie zakres temperatur, dla którego jest wyznaczony, np. jeżeli jest to średni współczynnik rozszerzalności liniowej dla zakresu temperatur od 20 do 400°C , to zapisujemy: $\bar{\alpha}_{20 \div 400}$.

2.9. Protokół z badań. Po zakończeniu badań należy sporządzić protokół zawierający następujące informacje:

- a) miejsce i datę badania,
- b) nazwę laboratorium badawczego,
- c) rodzaj i pochodzenie badanego materiału,
- d) oznaczenie próbki,

- e) sposób przygotowania próbki,
- f) warunki aparaturowe (szybkość ogrzewania i chłodzenia, program, długość początkową próbki i inne),
- g) wynik badania (pojedynczych oznaczeń i wynik średni).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki, Filia Pruszków.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-68/7001-07

- a) zmiany w sposobie przygotowania próbek,
- b) ujednolicono szybkość wzrostu temperatury w czasie badania,
- c) wprowadzono ocenę dokładności wyników.

3. Normy zagraniczne

NRD TGL 14935 Bestimmung des Mittleren linearen Ausdehnungskoeffizienten

RFN DIN 40685 Bestimmungen für keramische Isolierstoffe Prüfverfahren

4. Autor projektu normy — mgr inż. Henryk Pieczarowski.