

|                  |                                                                              |                          |
|------------------|------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|
| SZKŁO<br>BADANIA | N O R M A B R A N Ż O W A                                                    | BN-83                    |
|                  | Szkło<br>Metody badań                                                        | 6803-04                  |
|                  | Pomiar zakresu temperatury krystalizacji<br>oraz skłonności do krystalizacji | Zamiast<br>BN-66/6803-04 |
|                  |                                                                              | Grupa katalogowa 0819    |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest pomiar zakresu temperatur występowania krystalizacji w szkło oraz skłonności do krystalizacji szkła w zależności od temperatury.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować do wszystkich szkieł z wyjątkiem szkła krzemionkowego i dewitryfikatów.

### 1.3. Określenia

**1.3.1. zakres temperatur krystalizacji** — przedział temperatur poza którym, w warunkach przeprowadzania badania, nie obserwuje się już występowania kryształów.

**1.3.2. skłonność do krystalizacji** — określona dla danej temperatury i określonego czasu:

— ilość ośrodków krystalizacji na powierzchni  $1 \text{ mm}^2$  badanej próbki oraz

— liniowa szybkość wzrostu kryształów, którą wyraża się w  $\mu\text{m/h}$ .

## 2. METODA BADANIA

**2.1. Zasada pomiaru zakresu temperatur krystalizacji** polega na przetrzymywaniu próbki badanego szkła w określonym czasie w piecu o określonym gradiencie temperatury, następnie na oznaczeniu w masie próbki granic występowania kryształów i oznaczeniu odpowiadających im granic temperatur.

**2.2. Zasada pomiaru skłonności szkła do krystalizacji** polega na przetrzymywaniu próbki badanego szkła w określonym czasie w piecu o określonym gradiencie temperatury, a następnie na oznaczeniu w masie próbki ilości ośrodków krystalizacji oraz wielkości kryształów w miejscach odpowiadających określonym temperaturom.

### 2.3. Aparatura i sprzęt

a) Piec elektryczny o najwyższej temperaturze  $1300^\circ\text{C}$ , poziomy, rurowy, ze stopniowym spadkiem temperatury wzdłuż osi (gradient nie większy niż  $25^\circ\text{C/cm}$ ).

Do badań szkieł sodowo-wapniowych, np. szkła produkowanego metodą pionowego ciągnięcia oraz opakowań produkowanych automatycznie, wystarczy piec o najwyższej temperaturze  $1200^\circ\text{C}$ .

Piec składa się z dwóch rur ceramicznych, z których jedna jest umieszczona koncentrycznie w drugiej, o długości od 450 do 500 mm.

Na rury powinno być nawinięte uzwojenie grzejne, np. z drutu kanthalowego A<sub>1</sub>, zapewniające najwyższą temperaturę  $1200^\circ\text{C}$  lub  $1300^\circ\text{C}$ , z gradientem około  $25^\circ\text{C/cm}$ .

b) Urządzenie do regulacji temperatury pieca — termoregulator o zakresie od 20 do  $1300^\circ\text{C}$ , podłączony do termoelementu umieszczonego w miejscu o najwyższej temperaturze. Termoregulator powinien zapewnić utrzymanie stałej temperatury z dokładnością  $\pm 5^\circ\text{C}$ .

c) Urządzenie do pomiaru temperatury — ruchome termopary Pt-PtRh, umieszczone w sztywnych osłonach ceramicznych wzdłuż wewnętrznej rury grzejnej pieca. Termoelementy powinny być podłączone do układu mierniczego klasy 0,2 o zakresie od 20 do  $1300^\circ\text{C}$ .

d) Łódki wykonane ze stopu 5% złota i 95% platyny lub platynowe. Do badań porównawczych dopuszcza się stosowanie łódek ceramicznych. Długość łódki powinna wynosić od 100 do 150 mm, szerokość i wysokość około 10 mm.

e) Mikroskop zwykły lub polaryzacyjny do pomiarów w świetle przechodzącym i odbitym o powiększeniu od 100 do 300 razy, z podziałką w okularze do pomiaru długości kryształów, z dokładnością  $\pm 5 \mu\text{m}$ ,

f) Sita o wielkości oczek 2 i 2,8 mm.

**2.4. Przygotowanie próbek.** Do pomiarów należy stosować szkło jednorodne bez kamieni i innych wad widocznych nieuzbrojonym okiem.

Szkło rozdrobnić, przesiać przez sito o wielkości oczek 2 i 2,8 mm, usunąć nadziarno i podziarno, przeplukać alkoholem i wysuszyć w suszarce.

**2.5. Pomiar zakresu temperatur krystalizacji.** Po nagraniu pieca i ustaleniu się obranej najwyższej temperatury, należy wykonać pomiar rozkładu temperatur wzdłuż rury wewnętrznej pieca co 1 cm, za pomocą

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki  
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 16 czerwca 1983 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1984 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1983 poz. 24)

ruchomych termoelementów, utrzymując po około 5 min termoelement w każdym punkcie pomiarowym. Sporządzić wykres rozkładu temperatur, na papierze milimetrowym, odkładając na osi poziomej odległości od najwyższej temperatury w środku pieca w cm, a na osi pionowej temperaturę w °C.

Następnie napełnić łódkę ziarnem szklanym do połowy wysokości i wsunąć do pieca na oznaczoną odległość. Po upływie określonego czasu łódkę wyjąć z pieca i pozostawić do ostygnięcia na wolnym powietrzu.

Czas przetrzymywania próbek w piecu zależy od rodzaju szkła, warunków jego formowania i przetwórstwa i może wynosić od 16 do 28 h.

Czas badania dla szkieł sodowo-wapniowych i borokrzemianowych powinien wynosić od 16 do 24 h, a dla szkieł ołowiowych od 24 do 28 h.

W przypadku stosowania łódek ze stopu złota z platyną lub z platyny, próbkę należy wyjąć z łódki, umieścić na stoliku mikroskopu do góry dnem i oznaczyć granicę występowania kryształów w masie próbki.

W przypadku stosowania łódki ceramicznej należy zeszlifować powierzchnię szkła, łącznie ze ściankami łódki na głębokość 2 mm i oznaczyć granicę występowania kryształów w świetle odbitym. Dla ułatwienia obserwacji należy powierzchnię szlifowaną zwilżyć cieczą immersyjną.

Na podstawie wykresu rozkładu temperatur wzdłuż rury grzejnej pieca i położenia łódki w piecu należy oznaczyć zakres temperatur występowania krystalizacji.

**2.6. Pomiar ilości ośrodków krystalizacji i szybkości wzrostu kryształów.** Postępować jak w 2.5 z tą różnicą, że próbkę przetrzymuje się w piecu, w zależności od rodzaju szkła, od 0,5 do 3 h.

Mierzyć długość największych kryształów w poszczególnych miejscach próbki z dokładnością  $\pm 5 \mu\text{m}$ . W przypadku występowania kryształów w formie sferolitów, należy mierzyć najdłuższy odcinek od środka do brzegu sferolitu. Otrzymaną długość w jednostkach skali, przeliczyć na  $\mu\text{m}$  i podzielić przez czas przetrzymywania próbki w danej temperaturze, w celu otrzymania szybkości wzrostu kryształów w  $\mu\text{m/h}$ .

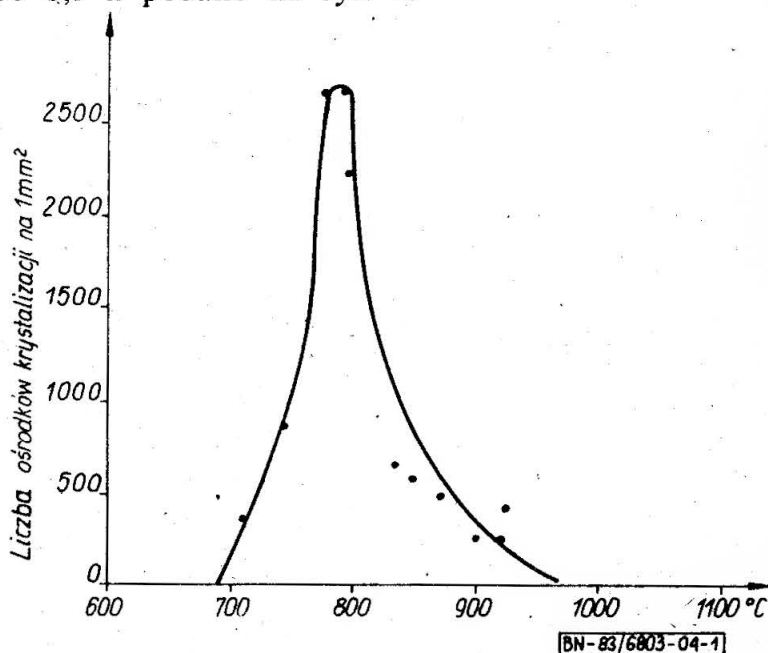
Otrzymany wynik nanieść na wykres zależności szybkości wzrostu kryształów od temperatury.

W celu otrzymania wykresu zależności liczby ośrodków krystalizacji od temperatury dla określonego czasu, należy postępować w sposób następujący: w poszczególnych miejscach na przyjętej jednostce powierzchni w polu widzenia mikroskopu, oznaczyć liczbę widocznych kryształów, a następnie liczbę tę podzielić przez powierzchnię przeliczoną na  $\text{mm}^2$ .

W przypadku występowania kilku rodzajów kryształów, zaleca się wykonanie oddzielnych wykresów dla

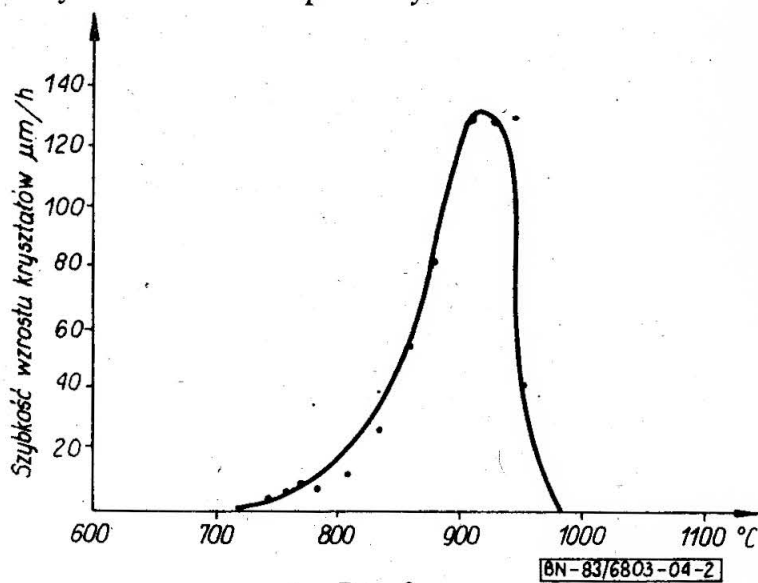
poszczególnych faz krystalicznych. Pomiary należy przeprowadzać co najmniej dwukrotnie i obliczyć średnie temperatury zakresu krystalizacji. Na wykresy zależności liczby ośrodków krystalizacji od temperatury i szybkości wzrostu kryształów od temperatury nanieść wszystkie wyniki pomiarów i wykreślić krzywe.

Wyniki pomiarów zależności liczby ośrodków krystalizacji od temperatury, dla szkła sodowo-wapniowego po 0,5 h podano na rys. 1.



Rys. 1

Na rys. 2 podano wyniki zależności szybkości wzrostu kryształów od temperatury.



Rys. 2

**2.7. Wyniki badania** powinny obejmować:

- opis próbki,
- warunki wykonania pomiaru,
- zakres temperatur występowania krystalizacji,
- wykres zależności ilości ośrodków krystalizacji od temperatury,
- wykres zależności szybkości wzrostu kryształów od temperatury.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6803-04

a) ustalono przedział czasu dla pomiaru zakresu temperatur i szybkości wzrostu kryształów, w zależności od rodzaju szkła i jego skłonności do krystalizacji,

b) podano sposób przygotowywania próbek do badań pod mikroskopem,

c) podano sposób opracowywania wyników, uwzględniający występowanie kilku faz krystalicznych.

3. Normy zagraniczne

RWPG СТ СЭВ 1568-79 Стекля боросиликатное 3.3. Метод определения скорости роста кристаллов

4. Autor projektu normy — doc. dr inż. Janina Nowakowska, Instytut Szkła i Ceramiki.