ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТЕКЛО НЕОРГАНИЧЕСКОЕ И СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ЛИНЕЙНОГО РАСШИРЕНИЯ

ГОСТ 10978—83
(СТ СЭВ 1570—79)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е. С. Соркин, Л. А. Зайонц, М. Л. Кудрякова, В. Ф. Смирнов

ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

Зам. министра **Н. П. Кабанов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 марта 1983 г. № 1310

УДК 666.1:536.413.2.08:006.354 Группа И19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТЕКЛО НЕОРГАНИЧЕСКОЕ И СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

Метод определения температурного коэффициента линейного расширения

Glass inorganic and glass-crystal materials. Method for determination of temperature coefficient of linear expansion

ГОСТ 10978—83

(СТ СЭВ 1570—79)

Взамен ГОСТ 10978—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 марта 1983 г. № 1310 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температурного коэффициента линейного расширения (далее ТКЛР) стекла ниже интервала трансформации (стеклования) и стеклокристаллических материалов в диапазоне температур 20—900 °С.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1570—79 в части силикатного стекла и стеклокристаллических материалов.

Сущность метода заключается в измерении изменения длины образца, изготовленного из неорганического стекла или стеклокристаллического материала, при изменении его температуры.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1.1. Образцы для испытания должны иметь форму цилиндра длиной (50±2) мм и диаметром (4,0±0,4) мм. В зависимости от конструкции дилатометра и значения ТКЛР образца допускаются другие формы, длина и диаметр образца.

1.2. Образцы из стекла перед испытанием отжигают в течение 30 мин при температуре на 20—30°С, превышающей температуру трансформации. Затем охлаждают с постоянной скоростью, не превышающей 3 °С·мин$^{-1}$, на 100 °С ниже этой температуры; после чего возможно охлаждение образца с большей скоростью с учетом его термостойкости.

1.3. После термической обработки торцы образца шлифуют, чтобы они были перпендикулярны оси образца.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983

Длину образцов измеряют микрометром по ГОСТ 6507—78 с погрешностью не более 0,02 мм.

2. АППАРАТУРА

2.1. Для измерения ТКЛР применяют дилатометр, соответствующий следующим требованиям.

Дилатометр должен обеспечивать измерение ТКЛР в интервале температур 20—900 °С.

Погрешность измерения ТКЛР в дилатометре (Δ) не должна превышать:

$0{,}2 \cdot 10^{-6} К^{-1}$ в интервале температур 20—300 °С и $\alpha_{20-300} = 6 \cdot 10^{-6} К^{-1}$;

$0{,}5 \cdot 10^{-6} К^{-1}$ для интервала температур 100 °С и $\alpha_{20-300} = 6 \cdot 10^{-6} К^{-1}$.

Давление устройства дилатометра для измерения удлинения на образец не должно превышать 150 кПа.

Погрешность измерения удлинения на дилатометре не должна превышать:

$2 \cdot 10^{-5} l_0$ мм — при измерении ТКЛР больших $2 \cdot 10^{-6} К^{-1}$;

$4 \cdot 10^{-6} l_0$ мм — при измерении ТКЛР меньших или равных $2 \cdot 10^{-6} К^{-1}$.

Погрешность измерения температуры на дилатометре не должна превышать 3 °С.

Разность температур в зоне расположения образца в печи по его длине на расстоянии 50 мм не должна превышать 5 °С.

Горячий спай термоэлектрического преобразователя по ГОСТ 6616—74 располагают у середины образца на расстоянии около 0,5 мм от его поверхности.

Для испытания образца в стационарном режиме нагревания дилатометр должен быть укомплектован терморегулятором. Погрешность поддержания постоянства заданной температуры не должна превышать 0,5 °С.

Изменение показания устройства для измерения удлинения в кварцевом дилатометре (смещение нуля дилатометра) при нагревании образца из кварцевого стекла в интервале 20—900 °С не должно быть более $5 \cdot 10^{-3}$ мм.

При нагревании в интервале 20—400 °С — смещение нуля не должно быть более $3 \cdot 10^{-3}$ мм.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЯМ

3.1. Перед испытаниями образцов определяют погрешность измерения дилатометра в интервалах температур, в которых требуется определить значение ТКЛР образцов.

Режим нагревания при этом должен соответствовать пп. 4.1; 4.2.

3.1.1. Проводят измерение смещения нуля дилатометра при нагревании образца из кварцевого стекла в интервале 20—900 °С.

3.1.2. Проводят измерение ТКЛР образцовой дилатометрической меры (из монокристаллического корунда или другого материала), аттестованной в соответствующем порядке.

Число серий измерения (N) образцовой меры в требуемом интервале температур должно быть не менее 3.

3.1.3. Для каждой серии измерений значение ТКЛР образцовой меры $\alpha^{(м)}_{i;\ t_1-t_2}$ в интервале температур t_1—t_2 вычисляют по формуле

$$\alpha^{(м)}_{i;\ t_1-t_2} = \frac{1}{l_0}\,\frac{\Delta l - \Delta l'}{t_2 - t_1} + \alpha_{кв}, \qquad (1)$$

где Δl — удлинение образца (по показаниям прибора) в интервале температур t_1—t_2, мм;

$\Delta l'$ — смещение нуля дилатометра в интервале температур t_1—t_2, мм;

l_0 — длина образцовой меры при комнатной температуре (20±5) °С, мм;

$\alpha_{кв}$ — значение ТКЛР кварцевого стекла в интервале температур t_1—t_2.

Значения среднего ТКЛР и относительного удлинения кварцевого стекла приведены в табл. 1.

Для вычисления среднего ТКЛР кварцевого стекла в любом интервале температур t_1—t_2 необходимо разность значений относительного удлинения $\varepsilon_{t_2}-\varepsilon_{t_1}$ разделить на соответствующий интервал температур t_2—t_1.

3.1.4. По результатам каждой серии измерений ($i=1 \ldots N$) заполняют табл. 2 значениями ТКЛР в требуемых интервалах температур.

Таблица 1

Температура t_i, °С	Значение ТКЛР $\alpha \cdot 10^6$ в интервале $20-t_i$ °С, $К^{-1}$	Относительное удлинение $\varepsilon=\Delta l/l_0 \cdot 10^6$ в интервале $20-t_i$ °С	Температура t_i, °С	Значение ТКЛР $\alpha \cdot 10^6$ в интервале $20-t_i$ °С, $К^{-1}$	Относительное удлинение $\varepsilon=\Delta l/l_0 \cdot 10^6$ в интервале $20-t_i$ °С
20	0	0	450	0,568	244,24
50	0,462	13,86	500	0,562	269,76
75	0,477	26,24	550	0,552	292,56
100	0,514	41,12	600	0,543	314,94
150	0,552	71,76	650	0,534	336,42
200	0,567	102,06	700	0,524	356,32
250	0,581	133,63	750	0,512	373,76
300	0,582	162,96	800	0,498	388,44
350	0,582	192,06	900	0,493	433,84
400	0,578	219,64			

3.1.5. В требуемом интервале температур проводят оценку математического ожидания значений ТКЛР вычислением среднего арифметического отдельных результатов измерений по формуле

$$\overset{\wedge}{\alpha}{}^{(\text{м})}_{t_1-t_2} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \alpha_{i;\ t_1-t_2}. \qquad (2)$$

3.1.6. Оценку дисперсии $S^2_{t_1-t_2}$ измерений, полученных в требуемом интервале температур, вычисляют по формуле

$$S^2_{t_1-t_2} = \frac{1}{N-1} \left[\sum_{i=1}^{N} (\alpha^{(\text{м})}_{i;\ t_1-t_2})^2 - N (\overset{\wedge}{\alpha}{}^{(\text{м})}_{t_1-t_2})^2 \right]. \qquad (3)$$

Таблица 2

Серия измерений	Значения ТКЛР образцовой меры в требуемых интервалах температур $\alpha^{(\text{м})}_i \cdot 10^6$, К^{-1}			
	Интервалы температур, °С			
$i=1$				
. . .				
. . .				
$i=N$				

3.1.7. Исходя из заданной погрешности Δ (паспортные данные прибора) вычисляют величину σ_x среднего квадратического отклонения случайной погрешности по формуле

$$\sigma_x = 1/3\,\Delta. \qquad (4)$$

Числовой коэффициент $^1/_3$ указывает, что погрешность Δ выбирается на уровне $3\sigma_x$ (вероятность — 0,99).

Далее оценивают соответствие разброса измерений паспортным данным. Выборочную дисперсию S^2, рассчитанную по формуле (3), сравнивают с помощью двустороннего неравенства

$$C_1(N) \leqslant \frac{S^2}{\sigma^2_\chi} \leqslant C_2(N), \qquad (5)$$

где $C_1(N)$ и $C_2(N)$ определяют по табл. 3. Значения этих коэффициентов рассчитаны с помощью таблиц распределения χ^2 при доверительной вероятности 0,95.

Если отношение $\frac{S^2}{\sigma_\chi^2}$ меньше $C_1(N)$, то это свидетельствует о неисправности прибора или о чрезмерной заниженности метрологических характеристик дилатометра (паспортных данных).

В случае, если S^2/σ_χ^2 больше $C_2(N)$, то дилатометр не обеспечивает заданной точности.

В обоих случаях применение прибора недопустимо — требуется дополнительная юстировка и поверка дилатометра.

Таблица 3

N	$C_1(N)$	$C_2(N)$
2	0,000982	5,024
3	0,0253	3,689
4	0,072	3,116
5	0,121	2,786

Таблица 4

N	$C_3(N)$
2	80,7
3	6,17
4	2,53
5	1,54

3.1.8. Вычисляют величину $K_{t_1-t_2}$, равную разности значения ТКЛР образцовой меры по данным аттестации $\alpha_{a,\,t_1-t_2}^{(м)}$ и значения ТКЛР образцовой меры $\hat{\alpha}_{t_1-t_2}^{(м)}$, вычисленного по формулам (1) и (2) для требуемого интервала температур t_1—t_2, по формуле

$$K_{t_1-t_2} = \alpha_{a,\,t_1-t_2}^{(м)} - \hat{\alpha}_{t_1-t_2}^{(м)}. \qquad (6)$$

Если величина $|K_{t_1-t_2}|$ превышает $0{,}2\cdot10^{-6}\text{K}^{-1}$, то применение дилатометра недопустимо.

3.1.9. Определяют, является ли разность $K_{t_1-t_2}$ случайной или систематической. Для этого проводят проверку следующего неравенства

$$K_{t_1-t_2}^2 < C_3(N)\cdot S_{t_1-t_2}^2, \qquad (7)$$

где $C_3(N)$ — коэффициент, рассчитанный по таблицам доверительных границ T-распределения Стьюдента при доверительной вероятности 0,95 (табл. 4);

$S_{t_1-t_2}^2$ — выборочная дисперсия, рассчитанная по формуле (3);

N — число измерений.

Если неравенство (7) выполняется, то поправка $K_{t_1-t_2}$ является случайной и не учитывается при вычислении ТКЛР образцов. В противном случае она должна быть учтена по формуле (8).

3.1.10. Погрешность дилатометра определяют через каждые 25 циклов измерений, а также после замены деталей держателя образца, термоэлектрического преобразователя, потенциометра для измерения или регистрации температуры, устройства для измерения или регистрации удлинения, автоматического регулятора температуры в печи, нагревательной спирали.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

4.1. ТКЛР образца определяют в любом требуемом интервале температур в диапазоне 20—900 °С. Минимальная величина интервала 100 °С.

4.2. Испытание образца проводят в стационарном или нестационарном режимах нагревания.

4.2.1. Продолжительность выдержки образца при постоянной температуре в стационарном режиме испытания:

не менее 30 мин — в интервале от комнатной температуры до 100 °С;

20 мин — в интервале 100—300 °С;

10 мин — выше 300°С.

4.2.2. Скорость нагревания при испытании в нестационарном режиме:

не более 0,5 °С·мин$^{-1}$ — в интервале 20—80 °С;

плавно увеличивают в течение 1 ч до 4 °С·мин$^{-1}$ — в интервале 80—200 °С; 4 °С·мин$^{-1}$ — выше 200 °С.

По данным удлинения образца строят дилатограмму и экстраполируют, если t_0 отличается от 20 °С.

4.3. Контрольные определения ТКЛР должны проводиться не менее чем на трех образцах, изготовленных из одной пластины или заготовки другой формы.

Каждый образец измеряют на дилатометре один раз.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Вычисляют значение ТКЛР образца $\alpha^{(c)}_{t_1-t_2}$ в требуемом интервале температур по формуле (1), по которой вычисляли ТКЛР образцовой меры $\alpha^{(м)}_{t,\,t_1-t_2}$.

5.2. Если неравенство (7) не выполняется, то определяют уточненное значение ТКЛР образца по формуле

$$\alpha^{(c)}_{y,\,t_1-t_2} = \alpha^{(c)}_{t_1-t_2} + \frac{K_{t_1-t_2}}{\alpha^{(м)}_{t_1-t_2}}\,\alpha^{(c)}_{t_1-t_2}, \qquad (8)$$

где $\alpha^{(c)}_{y,\,t_1-t_2}$ — уточненное значение ТКЛР образца в интервале температур t_1—t_2;

$\alpha^{(c)}_{t_1-t_2}$ — значение ТКЛР образца в интервале температур t_1—t_2, вычисленное по формуле (1);

$K_{t_1-t_2}$ — поправка в интервале температур t_1—t_2, вычисленная по формуле (6);

$\hat{\alpha}^{(м)}_{t_1-t_2}$ — значение ТКЛР образцовой меры в интервале температур t_1—t_2, вычисленное по формуле (2) из N серий измерений.

Пример определения значения ТКЛР образца из стекла приведен в справочном приложении.

5.3. Результаты испытаний записывают в протокол, в котором указывают:

характеристику и обозначение материала;

форму образца и его размеры;

количество образцов;

тип дилатометра;

режим нагревания (стационарный или нестационарный);

результат испытаний;

обозначение настоящего стандарта;

наименование лаборатории, проводившей испытание, дату испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПРИМЕР ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗНАЧЕНИЯ ТКЛР ОБРАЗЦА ИЗ СТЕКЛА В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 20—300°С

Измерения проводились на кварцевом дилатометре

1. Определяем фактическую погрешность дилатометра.

1.1. Определяем $\Delta l'$ смещение нуля дилатометра при нагревании. Измерения показали, что при температуре в печи 300 °С $\Delta l' = -0{,}0015$ мм.

1.2. Пять раз ($N=5$) определяем значение ТКЛР $\alpha_i^{(м)}$ образцовой меры из монокорунда в интервале температур 20—300 °С.

Вычисления проводим по формуле (1)

Измерения показали результаты (для удобства вычисления множитель 10^{-7} опускаем):

$$\alpha_1^{(м)} = 64{,}10;$$

$$\alpha_2^{(м)} = 63{,}20;$$

$$\alpha_3^{(м)} = 63{,}36;$$

$$\alpha_4^{(м)} = 64{,}48;$$

$$\alpha_5^{(м)} = 64{,}73.$$

Среднее арифметическое $\hat{\alpha}^{(м)}$ составляет:

$$\hat{\alpha}^{(м)} = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^{5} \alpha_i^{(м)} = 63{,}97.$$

Выборочная дисперсия ошибок измерения определяется по формуле

$$S^2 = \frac{1}{N-1} \left(\sum_{i=1}^{N} \alpha_i^{(м)^2} - N \hat{\alpha}^{(м)^2} \right) = 0{,}455.$$

Дилатометр должен обеспечить измерения ТКЛР с погрешностью не более $\sigma_\chi = 0{,}7$. Выполнение этого требования проверяется с помощью условия (5). Так как отношение $\frac{S^2}{\sigma_\chi^2} = 0{,}93$ удовлетворяет неравенствам

$$C_1(5) < \frac{S^2}{\sigma_\chi^2} < C_2(5),$$

то полученные измерения считаются удовлетворительными. Значения коэффициентов $C_1(5) = 0{,}121$ и $C_2(5) = 2{,}786$ выбираются из табл. 3.

Далее вычислим по формуле (6) величину поправки K

$$K = \alpha_a^{(м)} - \hat{\alpha}^{(м)} = 65{,}57 - 63{,}97 = 1{,}60.$$

Здесь $\alpha_a^{(м)} = 65{,}67 \ 10^{-7}\ К^{-1}$ — значение ТКЛР образцовой меры в интервале температур 20—300°С по данным аттестации.

По формуле (7) проводится сравнение величины K^2 с $C_3(N) \cdot S^2$, причем значение коэффициента $C_3(5)$ выбирается из табл. 4. Так как

$$K^2 = 2{,}56 > 1{,}54 \cdot 0{,}455 = 0{,}700,$$

то измерения содержат систематическую составляющую погрешности, которая должна быть учтена при вычислении значения ТКЛР образца из стекла.

2 Определяем значение ТКЛР $\alpha^{(с)}$ образца из стекла.

Вычисления проводим по формуле (1).

В результате получено значение: $\alpha^{(с)} = 83{,}21$

По формуле (8) вычисляем уточненное значение ТКЛР ($\alpha_у^с$) стекла с учетом поправки K

$$\alpha_у^{(с)} = 83{,}21 + \frac{1{,}60}{63{,}97}\ 83{,}21 = 85{,}3.$$

Таким образом $\alpha_у^{(с)} = 85{,}3 \cdot 10^{-7}\ К^{-1}$.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 19.04.83 Подп. к печ. 04.07.83 0,75 п. л. 0,53 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

ак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 457

gost.e-ecolog.ru