

升温速度对偏光仪法测定玻璃退火温度的影响

王德培 秦晨 殷之文

(中国科学院冶金陶瓷研究所)

摘要

本文研究了用偏光仪测定玻璃退火温度的方法。实验证明偏光视场干涉色的消失和升温速度有着很大的关系。作者选用五种不同类型的玻璃样品,同时采用粘度计法及偏光仪法测定其退火温度。结果显示对于每边1厘米的立方体样品,当升温速度为每分钟 1°C 时其完全消失干涉色的温度最接近于用粘度计法所测定的相当于粘度为 $10^{13.4}$ 泊的温度,亦即公认的退火温度。两者的读数误差不过 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。样品的表面状态对所测定的退火温度的读数影响不大。样品尺寸的变化对测定结果有影响而此项影响对于减小样品体积时较为显著。

用偏光仪法测定玻璃的退火温度虽在准确度上不如粘度计法,但由于偏光仪法所用的仪器简单,测量快捷,同时其误差范围又为工厂对于一般玻璃制品进行退火时所容许的,因此可以考虑在工厂中试行推广。

一、引言

玻璃退火是玻璃制品生产中的重要工艺过程。退火时退火温度的正确选择更是保证玻璃制品退火质量的基本条件。从生产实践的經驗证明,相当于玻璃粘度值 $\eta=10^{13.4}$ 泊时的温度是进行退火的最安全的温度⁽¹⁾,通常称此温度为玻璃的退火温度或称退火点。在此温度保持3分钟能消除玻璃中存在应力的95%以上⁽²⁾。

测定玻璃退火温度最精确的方法是用粘度计直接测量相应于粘度为 $10^{13.4}$ 泊时的温度。但是,这种方法所需的仪器设备比较复杂,测定和计算需要较长的时间,同时如硼质玻璃这类在固定温度下粘度不恒定的玻璃,它们的退火温度是很难用粘度计法来测量的。用偏光仪观察玻璃样品在偏光视场中随温度上升而产生的双折射干涉色的变化来决定退火温度,所需的仪器设备比较简单,操作也方便,是一种适宜于在工厂推广的方法。这个方法首先被 S. English 与 W. E. S. Turner⁽³⁾所采用,他们将长3厘米两头磨光的圆柱样品在正交偏光中观察干涉环逐渐消失与黑十字逐渐扩散成均匀暗场时的温度作为退火温度。其后 A. Q. Tool 与 G. Valasek⁽⁴⁾用已经退火的圆柱样品在偏光视场中观察当温度以每分钟 2°C 的速度逐渐上升时因样品内外温度差而产生的暂时应变干涉色的变化。他们将干涉色开始发生变化时的温度亦即表示在此温度玻璃内已产生粘滞流动,应变开始逐渐消失时的温度作为普通退火的最高温度;而将干涉色全部消失时的温度作为快速退火的最高温度,但在此温度退火,制品有变形危险并需要特殊的冷却过程。A. E. Dale 与 G. E. Stanworth⁽⁵⁾采用了 $\phi 5 \times 25\text{mm}$ 的圆柱样品与应力小于 $10\text{m}\mu/\text{cm}$ 的标准样品同时放在偏光视场中加热。升温速度亦为每分钟 2°C 。当温度渐渐升高至两样品的干涉色相同时即作为退火温度。根据他们的测定方法,各种玻璃样品在此温度下所具的粘度值约为 10^{13} 泊,这和公认退火温度的相应粘度值 $10^{13.4}$ 泊并不完全一致。

玻璃中应力的消除,非但和温度有关,时间也是重要的因素。L. H. Adams 与 E. D. Will-

iamson⁽⁶⁾ 曾导出下列方程式表明玻璃中应变与退火时间的关系:

$$\frac{1}{\Delta n} - \frac{1}{(\Delta n)_0} = At$$

式中 $(\Delta n)_0$ 与 Δn 表示存在于玻璃中的原始应变变量(双折射读数)与经过退火 t 时间后的应变变量, A 是与退火温度有关的常数。由此可见, 用偏光仪法测定玻璃退火温度时, 升温速度直接影响着得到的结果。文献中关于偏光仪法测定退火温度的记载一般不规定升温速度或采用每分钟 2°C 的升温速度。至于升温速度或样品的大小形状变更以后, 测定结果的误差如何并未提及。因此求得升温速度对退火温度读数的关系来肯定正确的升温速度, 在偏光仪法测定退火温度的实际应用上有着极重要的意义。

二、实验部份

1. 仪器: 图1示出偏光仪法测定玻璃退火温度的示意图。小型退火电炉置于偏光仪起偏器与分析器之间的横行轨道上, 这种装置非但固定了退火炉在偏光仪中的位置, 并且当偏光仪作其他用途时能够很方便地沿着轨道把电炉推向一旁。

退火炉的尺寸决定于所采用的偏光仪的结构。在现有的情况下炉长为18.3厘米, 直径20厘米。炉管的内径为6厘米。用直接绕于炉管上的镍铬带作为发热元件, 借助于调压变压器控制退火炉的升温速度。在试验范围内电炉的最大功率消耗为240瓦。炉管两端塞上绝热炉塞。在每一炉塞的中心部份沿着炉塞的整个长度挖有直径3厘米的空洞。在空洞中装上经过良好退火的石英片, 这样组成了通过电炉炉管的偏光视场。

在炉管中部安放一块高为2.5厘米用绝热砖制成的弓形底垫。玻璃样品即放置在此底垫上而其位置恰位于炉管的中心。炉温用铂铑热电偶测量, 将热电偶从炉顶小孔插入炉中而使热电偶的热端正位于玻璃样品的上面(见图1)。

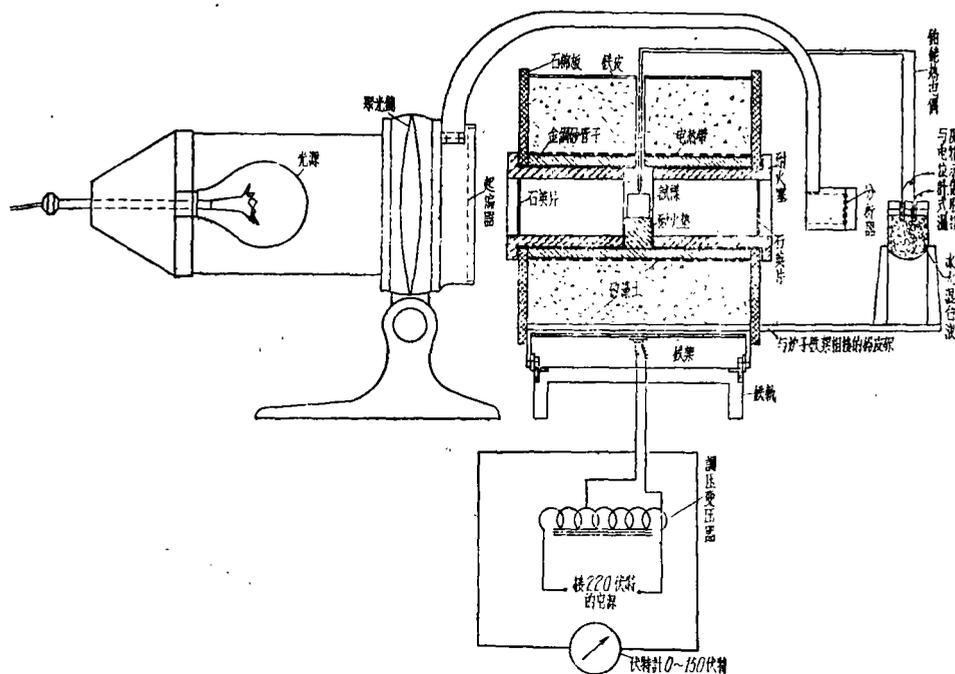


图1 偏光仪法测定玻璃退火温度的装置示意图

2. 实验程序和结果: 实验分为两部分。第一部份为确定用偏光仪法测定玻璃退火温度的正确升温速度。第二部份试验样品的尺寸变化和表面状态对退火温度读数的影响。

当进行第一部份工作时,先取两种玻璃样品(器皿玻璃与玻壳玻璃)用粘度计法⁽⁷⁾测定它们相应于粘度值 $\eta=10^{13.4}$ 泊的退火温度。同时从这两种玻璃各做出边长 1 厘米六面磨光的小立方体试样在上述仪器中用不同升温速度测定当干涉色全部消失时的温度。所取样品应避免严重条纹和气泡。从室温到退火温度以下 150°C 左右升温速度不受条件限制,约从 350°C 开始则借助于调压变压器及伏特计控制升温速度。表 1 列出试验的结果。

表 1 已知粘度样品在不同升温速度下干涉色消失时的温度读数

玻璃样品	粘度计法测定的退火温度°C	不同升温速度下干涉色消失的温度读数				
		0.5°C/分	1.0°C/分	1.5°C/分	2.0°C/分	3.0°C/分
器皿玻璃	517.4	503	515	—	522.5	529.5
玻壳玻璃	464.3	—	465	473	480	—

注: 1.表中数据是多次试验的平均值,每次试验对平均值的误差不大于±1.5°C。2.升温速度的误差范围不大于±0.2°C/分。

从表 1 可见,在边长 1 厘米的立方体样品的情形下,以每分钟 1°C 的升温速度干涉色消失的温度读数最接近于退火温度。

然后,将升温速度固定为每分钟 1°C,另外选取三种同样尺寸的玻璃样品先用偏光仪法测定退火温度,并将结果与以后用粘度计法测定的数据相比较来证实每分钟 1°C 升温条件的正确性。试验结果列于表 2。

表 2 偏光仪法与粘度计法测定玻璃退火温度的比较结果

玻璃样品	偏光仪法测定的退火温度°C	粘度计法测定的退火温度°C	相对误差
器皿玻璃	515	517.4	-2.4
玻壳玻璃	465	464.3	+0.1
窗玻璃	526.5	529.0	-2.5
热水瓶玻璃	505	507	-2.0
化学玻璃	505	—	—

注: 硼质化学玻璃在固定温度下的粘度不稳定,一般用粘度计法测定退火温度。

从表 2 可见,若以粘度计法测定的退火温度为标准,则偏光仪法测定的退火温度的最大误差并不大于±3°C。

当进行第二部份工作时,取不经磨光的原坯样品和不同边长的样品同样以每分钟 1°C 的升温速度在偏光仪中测定干涉色全部消色时的温度。不同边长的样品分 0.8、1.0 及 1.2 厘米 3 种。试验结果列于表 3。

表 3 样品尺寸和表面状态对偏光仪法测定退火温度的读数的影响

玻璃样品	表面条件	样品尺寸, cm	退火温度读数 °C
热水瓶玻璃	原坯不磨光样品	1.1×1.1×1.2	506
热水瓶玻璃	磨光样品	1.0×1.0×1.0	505
热水瓶玻璃	磨光样品	0.8×0.8×0.8	500
玻壳玻璃	磨光样品	1.0×1.0×1.0	465
玻壳玻璃	磨光样品	1.2×1.2×1.2	466

从表 3 可以見到，表面状态对用偏光仪法测定玻璃退火温度的影响不大。样品尺寸的变化对所测退火温度的讀数是有影响的，此項影响对于样品体积减小时較为显著。

三、結 語

1. 当固定样品尺寸为 (1 cm)³ 用偏光仪法测定玻璃退火温度时，正确的升温速度为每分钟 1°C。試驗結果証明采用此法所测定的玻璃退火温度的讀数誤差不超过 ±3°C。

2. 样品的表面状态对所测定的退火温度的讀数影响不大。样品尺寸的变化对測定結果有影响而此項影响对于减小样品体积时較为显著。

3. 用偏光仪法测定玻璃的退火温度虽在准确度上不及粘度計法，但偏光仪法所用的仪器簡單，操作敏捷，同时其偏誤范围又为工厂对于一般玻璃制品进行退火时所容許的，因此可以考虑在工厂中試行推广。

4. 偏光仪法同样适用于測定硼質玻璃及淺色玻璃的退火温度，但不适用于深色玻璃。

参 考 文 献

- (1) H. R. Lillie, *Jour. Amer. Ceram. Soc.*, 14, 502 (1931).
- (2) В. А. Кузяк, *Печи для отжига стекла*, 5, Гизлегпром (1952).
- (3) S. English and W. E. S. Turner, *Jour. Soc. Glass Tech.*, 2, 90 (1918).
- (4) A. Q. Tool and J. Valasek, *Bur. of Stands, Paper U. S. A.*, No. 358 (1920).
- (5) A. E. Dale and J. E. Stanworth, *Jour. Soc. Glass. Tech.*, 29, 414 (1945).
- (6) L. H. Adams and E. D. Williamson, *Jour. Frank. Inst.*, 190, 619 (1920).
- (7) 王德培, “玻璃粘度的測量”, 尙未发表。

ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ПОВЫШЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТЖИГА СТЕКЛА ПОЛЯРИМЕТРОМ

Ван Дэ-пэй, Цинь Чэнь, Ин Чжи-вэн
(Институт металлургии и керамики АН Китая)
Р е з ю м е

В данной статье исследован метод определения температуры отжига стекла поляриметром. Опыты доказали, что существует зависимость исчезновения интерференционного цвета в поле зрения поляризационного света от скорости повышения температуры. Авторы выбрали пять стеклянных образцов различного типа, определили их температуру отжига вискозиметром и поляриметром. Результаты показали, что для образца с размером $1 \times 1 \times 1$ см., при скорости нагревания 1°C/мин. температура полного исчезновения интерференционного цвета более близка к температуре, соответствующей температуре при которой вязкость составляет $10^{13.4}$ пуазов, то-есть общепризнанная температура отжига. Ошибка по показанию температуры этими двумя методами не больше $\pm 3^\circ\text{C}$. Состояние на поверхности образца оказывает влияние небольшое. Изменение размеров образца влияет на результаты определения, и особенно более резко при уменьшении объема образца.

По точности определение температуры отжига стекла поляриметром хотя хуже, чем вискозиметром, но установка поляриметра проста и время определения очень коротко. Вместе с тем ошибка по методу поляриметра не больше ошибки, спустимой при обжиге обычных стеклянных изделий на заводе, поэтому этот метод может подробно внедряться на практике.