



中华人民共和国国家标准

GB/T 7991.7—2019
代替 GB/T 25144—2010

搪玻璃层试验方法 第7部分：平均线热膨胀系数的测定

Test method of viterous and porcelain enamels—
Part 7:Determination of coefficient of mean linear thermal expansion

2019-12-10 发布

2020-11-01 实施



国家市场监督管理总局
国家标准委员会发布

前　　言

GB/T 7991《搪玻璃层试验方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：耐碱性溶液腐蚀性能的测定；
- 第 2 部分：耐沸腾酸及其蒸气腐蚀性能的测定；
- 第 3 部分：耐温差急变性能的测定；
- 第 4 部分：耐机械冲击性能的测定；
- 第 5 部分：用电磁法测量厚度；
- 第 6 部分：高电压试验；
- 第 7 部分：平均线热膨胀系数的测定；
- 第 8 部分：抗划伤性能的测定；
- 第 9 部分：抗拉强度的测定；
- 第 10 部分：铅、镉溶出量的测定。

本部分为 GB/T 7991 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 25144—2010《搪玻璃釉平均线热膨胀系数的测定》，与 GB/T 25144—2010 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了第 4 章原理（见第 4 章）；
- 修改“推杆式膨胀仪应能测出 $2 \times 10^{-3} L_0$ 的变化量”为“推杆式膨胀仪应能测出 $2 \times 10^{-6} L_0$ 的变化量”（见 6.2, 2010 年版的 4.2）；
- 将“膨胀仪在加热炉内轴向或径向移动 2 mm 应不影响测量精度”修改为“膨胀仪在加热炉内轴向或径向移动 0.5 mm 时，应不影响测量精度”（见 6.3.1, 2010 年版的 4.3）；
- 增加了“试样烧成前，搪玻璃釉应在(110±5)℃条件下烘干，烘干时间应不少于 5 h”和“烧成后试样不得有裂纹、气泡、局部脱落以及擦伤等缺陷”的要求（见 7.2）；
- 增加了“试样尺寸：长度(45 mm~50 mm)±0.5 mm、横截面直径 $\phi 10 \text{ mm} \pm 0.5 \text{ mm}$ ”的要求（见 7.4）；
- 增加了对试验温度范围选择的规定（见第 8 章）。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国搪玻璃设备标准化技术委员会(SAC/TC 72)归口。

本部分起草单位：江阴市大成化工设备厂、江苏扬阳化工设备制造有限公司、太仓新工搪玻璃有限公司、苏州市协力化工设备有限公司、江阴硅普搪瓷股份有限公司、天华化工机械及自动化研究设计院有限公司。

本部分主要起草人：陆武君、朱宏志、苏婷婷、沈永其、钱建丰、余献忠、桑临春、肖丽娟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 25144—2010。

搪玻璃层试验方法

1 范围

GB/T 7991 的本部分规定了低于转变温度的搪玻璃釉的平均线热膨胀系数的测定方法。本部分适用于搪玻璃釉平均线热膨胀系数的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 21389 游标 带素和数显卡尺

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

平均线热膨胀系数 coefficient of mean linear thermal expansion

$$\alpha(t_0; t)$$

在某一试验温度下,试样的长度变化量与温度变化量及试样初始长度之比。用式(1)表示:

武中。

t — 基准温度或初始温度(本部分定义的基准温度 t_0 为 20 °C), 单位为摄氏度(°C);

样品试验温度，单位为摄氏度(℃)；

样品在温度 t 时的长度，单位为毫米(mm)；

样品在温度 t_0 时的长度，单位为毫米 (mm)

28

转弯点 transformation point

玻璃软化时由脆性状态转变为粘滞状态时的温度。

4 原理

在试验温度范围内,以一定的升温速率和降温速率对试样进行加热或冷却至测试温度,测量试样长度的变化量,同时记录温度的变化。根据记录的数据,计算试样线性热膨胀系数。

五、影响测量准确度的因素

膨胀仪材料的材料会对测试精度产生较大影响。因此,选用膨胀仪材料时,应确定材料的膨胀性能

是稳定的,不会随膨胀仪使用的时间和频率发生可测量的变化。

5.2 升温时,试样会出现无弹性形变,可用增大试样横截面的方法减小试样的无弹性形变。

5.3 应避免膨胀仪内部受潮,尤其是在低温环境下。

5.4 测试时,用支撑球或装样管将试样固定,保证试样不会发生移动。

5.5 装样管和推杆应采用相同的材料制造,装样管或推杆损坏更换后,未经校准,不得使用。

5.6 测试前,应对膨胀仪进行校准。可用标准试样进行校准,或用与推杆或装样管相同材料制作的已知膨胀系数的试样进行校准,测量的线性热膨胀系数偏差应小于 $\pm 3 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ 。

6 仪器设备

6.1 卡尺

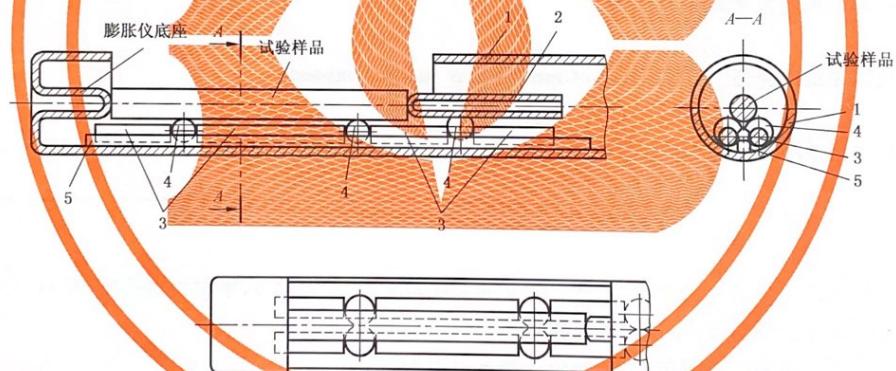
卡尺应符合 GB/T 21389 的要求,精确度为 0.01 mm。

6.2 推杆式膨胀仪

6.2.1 推杆式膨胀仪应能测量出 $2 \times 10^{-6} L_0$ 的变化量,推杆与样品接触端应为球面,球面的曲率半径应不小于样品的直径。样品与推杆的安装形式见图 1。

6.2.2 装样管应确保样品安放在稳固的位置上,在试验过程中,应尽可能保证样品与推杆在同一轴线上,见图 1。

6.2.3 若装样管是用石英玻璃制造的,测量结果要按照 9.2 进行修正。



说明:

1—由石英玻璃制成的装样管;

2—由石英玻璃制成的推杆;

3—由石英玻璃制成的距离调整杆;

4—由石英玻璃制成的支撑球;

5—由石英玻璃制成的定位杆。

图 1 膨胀仪示意图

6.3 加热炉

6.3.1 加热炉应与膨胀仪相匹配,其测量温度上限要比预计的试样的转变温度高约 50 °C。膨胀仪在加热炉内轴向或径向移动 0.5 mm 时,应不影响测量精度。

6.3.2 在试验温度范围内,加热炉应保证整个样品长度区间的温度差不超过 2 °C。

6.4 温度控制装置

在试验温度范围内,温度控制装置应保证试样升温速率为 $4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

6.5 温度测量装置

在试验温度范围内,能够准确测量试样的温度,测量误差不超过 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7 样品

7.1 试样的压制

将细度为($0.250\text{ mm}\sim 0.075\text{ mm}$)的搪玻璃釉粉料放入不锈钢制模具(见图2)中,以 20 MPa 的压力压成一个约 $\phi 10\text{ mm}\times(45\text{ mm}\sim 50\text{ mm})$ 的圆柱。模具的上、下模可以自由拆卸。试样压好后,可以用上模将试样从模具中顶出。模压成型是为了保证试样密度的一致性。

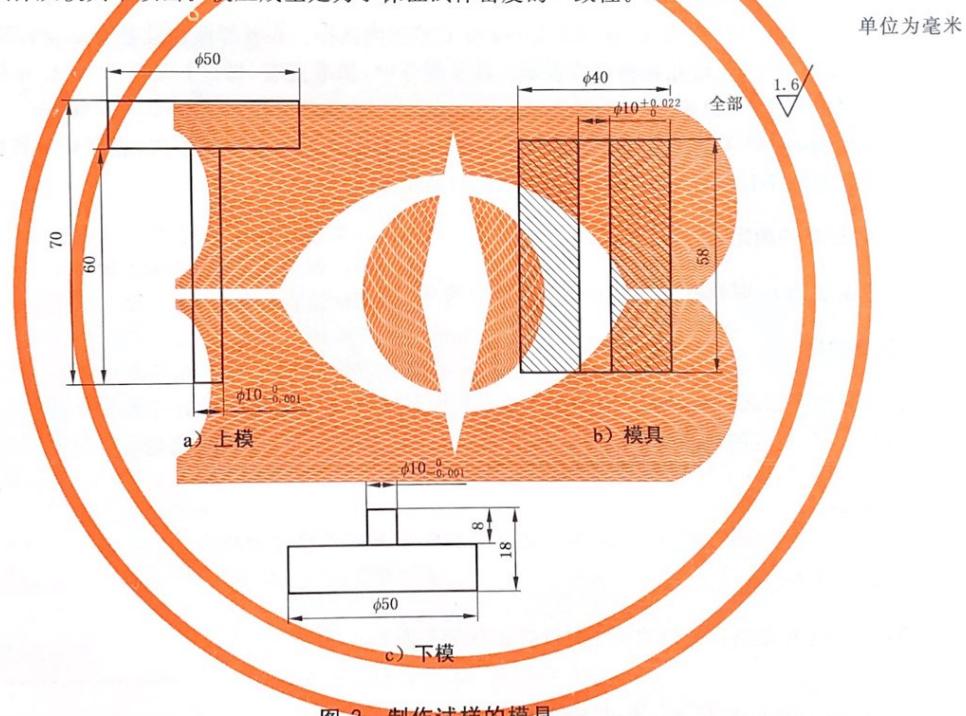


图2 制作试样的模具

7.2 试样的烧成

试样烧成前,搪玻璃釉应在($110\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$)条件下烘干,烘干时间应不少于 5 h 。

试样烧成时,应缓慢升温,最高烧成温度应为搪玻璃釉烧成温度的下限温度,烧成后的试样不应有明显变形、裂纹、气泡、局部脱落以及擦伤等缺陷。

7.3 试样的制备

烧成好的试样,两端面应研磨光滑且保证相互平行,并且要与试样轴线垂直。

7.4 试样的尺寸

试样尺寸:长度(45 mm~50 mm)±0.5 mm,横截面直径 ϕ 10 mm±0.5 mm。

7.5 试样数量

每组试验应测定两个试样,取平均值作为最终结果。

8 试验步骤

8.1 试验温度范围的选择

本部分定义的基准温度(即起始温度) t_0 为20 °C,但在实际测量时,由于受环境温度的影响,试样的实际起始温度可能在18 °C~28 °C之间。最终试验温度(t)最好选择在200 °C~230之间,即 $200 \leq t \leq 230$ °C,如果这一温度不适合,最终试验温度可以在190 °C~210 °C范围内选择,特殊情况下,最终试验温度也可在95 °C~105 °C或390 °C~410 °C范围内选择。在计算测试结果时,应用实际测量的温度值,但在结果表示时,应用标称温度表示。在本部分中,基准温度(即起始温度) t_0 的标称值为20 °C,对应最终试验温度(t)的选择范围,最终试验温度(t)的标称值为200 °C、或100 °C、或400 °C,即最终结果应该表示为 $\alpha(20 \text{ } ^\circ\text{C}; t)$ 。只要最终试验温度(t)控制在选择的温度范围内,温度差对试验结果的影响可以小到忽略不计。温度和温差的读数精度应为1 °C。

8.2 初始长度的测定

测定温度为 t_0 时试样的初始长度 L_0 ,精确到0.01 mm。

8.3 测量过程

将样品放在膨胀仪内,稳定5 min后,记录初始温度 t_0 和膨胀仪显示的样品的长度值 L_0 。开始升温,使炉温达到设定的最终试验温度 t ,保温20 min后,读取试样的长度变化量 ΔL_M 的值并记录。

9 结果表示

9.1 最终长度计算

用式(2)计算最终试验温度为 t 时的修正后的长度 L :

$$L = L_0 + \Delta L_M + \Delta L_Q - \Delta L_B \quad (2)$$

式中 ΔL_Q 和 ΔL_B 为修正项,具体见9.2和9.3。

9.2 装样管膨胀量的计算

9.2.1 在本部分规定的试验条件下,式(2)中的修正项 ΔL_Q 是装样管在温度为 t 时的长度热膨胀量。按式(3)计算:

$$\Delta L_Q = L_0 \alpha_Q (t - t_0) \quad (3)$$

式中 α_Q 是制作装样管所用材料的平均线热膨胀系数。

9.2.2 如果装样管、推杆是由石英玻璃制作的,可以使用表1中给出的 α_Q 值。膨胀仪的这些部件在第一次使用之前应在1100 °C退火7 h。然后以0.2 °C/min的恒定速率从1100 °C冷却至900 °C。

表 1 石英玻璃的平均线热膨胀系数 α_0

温度范围/°C	$\alpha_Q/10^{-7}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$	温度范围/°C	$\alpha_Q/10^{-7}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$
20~100	5.4	20~300	5.8
20~200	5.7	20~400	5.7

注：当膨胀仪加热到高于 700 °C 时，表中给出的 α_Q 值会有变化。

9.2.3 石英玻璃表面要保持清洁,使用前用分析纯乙醇清洗两次,清洗后避免用手接触。

9.3 膨胀仪修正值的测定

测量前,必须对膨胀仪进行校准测量,以确定膨胀仪的修正值 ΔL_B 。膨胀仪修正值用空白试验来测定。空白试验所用试样应为标准试样或材质与装样管、推杆相同的试样。试验方法与测试样品的试验过程相同。

9.4 试样平均线热膨胀系数的计算

9.4.1 试样平均线热膨胀系数 $\alpha(t_0; t)$ 按式(4)进行计算:

$$\alpha(t_0; t) = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L_M + \Delta L_Q - \Delta L_B}{t - t_0} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

ΔL_M ——试样长度变化量, 单位为毫米(mm);

ΔL_9 ——装样管修正项,单位为毫米(mm);

ΔL_B ——膨胀仪修正项, 单位为毫米(mm);

α ——试样的平均线膨胀系数,以 $10^{-7}^{\circ}\text{C}^{-1}$ 表示;

L_0 ——试样在基准温度下的长度, 单位为毫

t_0 ——基准温度, 单位为摄氏度(°C);

样品试验温度 单位为摄氏度(°C)。

9.4.2 如果 $\alpha(20^{\circ}\text{C}; t) < 100 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, 平均线热膨胀系数取两位有效数字, 如果 $\alpha(20^{\circ}\text{C}; t) \geq 100 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, 取三位有效数字。

9.4.3 如果两个样品的平均线热膨胀系数测试结果偏差不大于 $2 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, 则两个样品的算术平均值为最终试验结果。否则, 要另取两个样品重新试验。

10 仪器校准试验

10.1 为了校准试验装置是否准确,应用标准试样,按第8章和第9章的试验步骤进行试验和计算。标准试样的平均线热膨胀系数是已知值。

10.2 热膨胀系数的测定方法

- a) 按照 9.2 的规定进行退火的石英玻璃；
b) 国家计量单位认证的标准玻璃。

12.2 试验试样的形状和尺寸，应与试验试样的形状和尺寸相似。

10.3 标准试样的形状和尺寸,应与试验试件的形状和尺寸相同。标准试样的材料的热膨胀特性应保证不会被试验所改变。

1.1 实验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试验所执行的标准 GB/T 7991.7—2019;
 - b) 填玻璃釉的编号及组成的大概描述;
 - c) 使用的膨胀仪的型号;
 - d) 试样的形状和尺寸;
 - e) 试验初始温度、试验温度;
 - f) 试验人、审核人;
 - g) 试验日期。