

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ  
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ  
ІМ. ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»

*МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ  
ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З КРЕДИТНОГО МОДУЛЯ  
«ФІЗИКО-ХІМІЯ СКЛОВИДНОГО СТАНУ»*

*ДЛЯ СТУДЕНТІВ*

Спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія»

Спеціалізація „ХІМІЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ КЕРАМІКИ І СКЛА”

ЕЛЕКТРОННЕ ВИДАННЯ

*для студентів спеціальності  
«Хімічні технології та інженерія»*

КИЇВ

2017

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з кредитного модуля «Фізико-хімія скловидного стану» для студентів студентів спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» спеціалізації «Хімічні технології кераміки і скла» [Електронний ресурс]: Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»; укладачі Племянніков М.М., Жданюк Н.В. – К.: 2017. – 71 с.

*Рекомендовано вченою радою ХТФ, протокол № 5 від 23.05.2017 р.*

*МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ  
ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З КРЕДИТНОГО МОДУЛЯ  
«ФІЗИКО-ХІМІЯ СКЛОВИДНОГО СТАНУ»*

*ДЛЯ СТУДЕНТІВ*

Спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія»

Спеціалізації «Хімічні технології кераміки та скла»

ЕЛЕКТРОННЕ ВИДАННЯ

Укладачі: Племянніков Микола Миколайович, професор, к.т.н., доцент,  
Жданюк Наталія Василівна, асистент.

Відповідальний редактор

Спасьонова Л.М.,

с.н.с., к.х.н., доцент

Рецензент

Сангінова О.В., к.т.н., доцент

## Зміст

	Вступ	5
1	Визначення мікротвердості стекол	8
2	Визначення модуля пружності стекол	19
3	Визначення ударної в'язкості стекол	27
4	Визначення міцності на згин стекол	35
5	Визначення діелектричних втрат	39
6	Визначення коефіцієнту пропускання стекол у видимому діапазоні світла	46
7	Термоградієнтний аналіз (політермія) стекол	59
8	Визначення температури відпалу	67
	Перелік посилань та рекомендована література	74

## Вступ

Курс «Фізико-хімія скловидного стану» є загально-теоретичною дисципліною при підготовці студентів, що навчаються за спеціальністю «Хімічна технологія тугоплавких неметалевих та силікатних матеріалів». Він містить теоретичні основи для подальшого вивчення спеціальних фахових дисциплін з різноманітних спеціалізацій хімічної технології: кераміки, в'язучих матеріалів, склокристалічних матеріалів. За своєю суттю цей курс є фактично теоретичними основами сучасного матеріалознавства. Він дає теоретичні засади для керованого синтезу багатьох неорганічних неметалевих матеріалів.

До недавнього часу виробництво силікатів являло собою головним чином емпіричне мистецтво. Причиною цього було те, що складні силікатні системи, що використовувалися, не були достатньо добре вивчені для того, щоб враховувати, прогнозувати або розуміти можливі зміни їх властивостей.

Вивчення природи силікатних матеріалів показало, що вони являють собою суміш кристалічних і склоподібних фаз, дуже різноманітних за складом, кількісним співвідношенням і взаємним розташуванням. Досвід довів, що плідний метод вивчення як традиційних силікатів, так і нових тугоплавких неметалевих матеріалів повинен враховувати властивості кожної фази, вплив на властивості матеріалу комбінації двох або більшого числа фаз, а також джерело виникнення кожної фази і причини, що визначають фазовий розподіл.

Перспективним підходом до вивчення властивостей і направленою синтезу матеріалів із наперед заданими властивостями є фізико-хімічний метод.

Фізика тугоплавких скловидного стану є тією частиною фізики, що розглядає структуру кристалів і стекол; їхні властивості, а так само вплив змін у складі і структурі на властивості таких матеріалів. Крім того, вона розглядає властивості сумішей, що виникають у результаті комбінування двох або більшого числа кристалічних фаз, або кристалів і стекол.

Хімія скловидного стану є тією частиною хімії, яка розглядає реакції, пов'язані з розвитком кристалічної і склоподібної фаз нового матеріалу, що утворюється, а також із хімічними властивостями виробів. Особливо нам необхідно розуміти, якими є джерела виникнення тих чи інших сполук, якими має бути склад і розподіл фаз для того, щоб одержати кінцевий продукт з потрібними властивостями.

Важливість знання фізики і хімії скловидного стану безсумнівна. Це, зокрема, визначається тим, що можливість одержання достовірних даних про такі матеріали з довідкової літератури обмежена. Дані різноманітних джерел для подібних матеріалів можуть змінюватися по величині більше ніж на один порядок. Якщо ж ми не розуміємо, які зміни у властивостях можуть виникнути при зміні хімічного складу, технологічного процесу виробництва, структури й умов використання матеріалу, то літературні дані можуть увести нас в оману, а не виявитися корисними.

Об'єднання принципів фізики і хімії силікатів є плідним методом, оскільки воно підводить нас, по-перше, до розуміння джерел утворення тих або інших складів і структури і, по-друге, до розуміння впливу зміни складу і структури на властивості. Такий підхід є єдиною основою, на якій ми можемо побудувати розуміння специфіки силікатних систем. Це корисно для суті справи не тільки з умоглядної точки зору, але і з практичної. Такий логічний підхід до питання виключає необхідність запам'ятовування характеристики тисяч різноманітних матеріалів.

Перевагою фізико-хімічного методу дослідження є також і те, що він забезпечує придбання основ розуміння технології, властивостей і використання як нових типів матеріалів, так і традиційних силікатних матеріалів.

Навчальна програма дисципліни «Фізико-хімія скловидного стану» передбачає проведення наступних лабораторних робіт:

Визначення мікротвердості стекол

Визначення модуля пружності стекол

Визначення ударної в'язкості стекол

Визначення міцності на згин стекол

Визначення діелектричних втрат

Визначення коефіцієнту пропускання стекол у видимому діапазоні світла

Термоградієнтний аналіз (політермія) стекол

Визначення температури відпалу

Під час виконання лабораторних робіт, для обрахунку результатів експерименту, а також статистичної обробки даних використовуються комп'ютерні програми.

## Лабораторна робота № 1.

**Тема: Визначення мікротвердості скла.**

**Мета роботи** – закріпити теоретичний матеріал по темі, навчитися досліджувати мікротвердість скла та склокристалічних матеріалів.

### Теоретичні відомості

Міцність ідеального бездефектного твердого тіла визначається силами зв'язку між правильно розташованими атомами. Теоретична міцність – це критичне напруження, яке потрібно квазистатично (повільно) прикласти до ідеального тіла, щоб викликати його руйнацію. Точні розрахунки теоретичної міцності потребують знання будови тіла і потенціалів міжатомних взаємодій.

На відміну від теоретичної міцності, міцність реального скла не є фізично обґрунтованим параметром. Вона залежить від хімічного складу й технології виробництва скла, техніки виготовлення зразків і їхніх розмірів, фізико-хімічних властивостей навколишнього середовища й температури іспиту, швидкості й тривалості навантаження. Міцність скла, як і міцність будь-якого іншого твердого тіла, залежить від виду деформації. На практиці скловиріб може піддаватися розтягання, стиску, згину і їхнім комбінаціям. У переважній більшості випадків скло руйнується від розривних напруг при вигині. При випробуванні скла на міцність використовуються стандартні зразки у вигляді стрижнів, пластин квадратної або круглої форми.

Міцність скла є не фізична константа, а статистична величина. Механічні характеристики скла за своєю природі не є детермінованими величинами. Їх точні числові значення не можуть бути визначені однозначно. Експериментів дають погану відтворюваність результатів. Це обумовлено високою дефектністю структури скла. Тільки за умов багато



чисельних випробувань можна оцінити найбільш ймовірне значення із залученням теорії Гауса.

Практиків в першу чергу цікавить так звана конструкційна міцність, як така, що забезпечує працездатність конкретного виробу в заданих умовах експлуатації. Це в першу чергу міцність на згин, на стиск або розтяг. Міцність визначається напруженням, що викликає руйнацію зразка. Розмірність співпадає з розмірністю тиску:  $\text{Н/м}^2$ , або Па. Для уніфікації результатів випробувань стандарти передбачають певну геометрію і габарити дослідних зразків. Такі методи випробувань є завжди руйнівними.

Дещо спорідненим до них є метод випробувань на мікротвердість. За результатами таких досліджень можна в певній мірі прогнозувати і інші показники міцності. Значення мікротвердості у переважній більшості корелюють з показниками конструкційної міцності. Розмірність – та ж сама (Па). Переваги досліджень на мікротвердість полягають у наступному. Метод не є руйнівним. Виріб не зазнає необоротних змін властивостей і зовнішнього вигляду і може у подальшому використовуватися за своїм призначенням. Не обумовлюються конкретні розміри і геометрія дослідних зразків. Розміри можуть бути гранично малими (площа поверхні порядку декількох квадратних міліметрів).

Метод дуже корисний у випадку, коли скло зазнає фазові перетворення: ліквідацію або кристалізацію. Можна паралельно досліджувати мікротвердість різних поверхневих включень у склі. Метод є структуро-чутливим. Зміна мікротвердості побічно може свідчити про зміну будови скла.

## Прилади, устаткування, дослідний зразок

Мікротвердість визначають, вдавлюючи алмазну піраміду Віккерса із квадратною основою й кутом між гранями, рівним  $136^\circ$ , при навантаженні не вище  $200\text{ г}$  ( $\sim 2\text{ Н}$ ). На поверхні скляного зразка в результаті цього утворюються квадратні мікровідбитки, розмір яких залежить від величини навантаження й твердості зразка (рис. 1). Довжину діагоналі такого відбитка вимірюють за допомогою мікроскопа, що має окулярний мікрометр. Довжина такої діагоналі в стеклах не повинна перевищувати  $10\text{ мкм}$ , тому що при відбитках більших розмірів можуть з'явитися сліди крихкого руйнування, що затрудняють виміри. Глибина вдавлення піраміди в скло коливається від  $0,8$  до  $4\text{ мкм}$ .

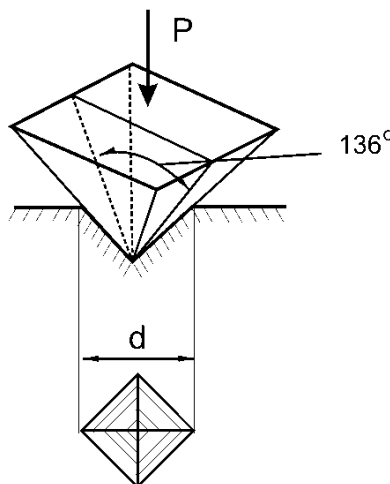


Рис. 1. Нанесення відбитку

Промислові стекла мають мікротвердість від  $3000$  до  $12000\text{ МПа}$  (кварцове). Встановлено, що при зменшенні навантаження на піраміду величина мікротвердості зменшується. Так, наприклад, мікротвердість двокомпонентного скла  $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$  при глибині вдавлення  $4\text{ мк}$  дорівнює  $4000 \div 4800\text{ МПа}$ , а при глибині  $1,5\text{ мкм}$  —  $3200 \div 4300\text{ МПа}$ . Це явище пов'язане з особливостями поверхневого шару скла, що відзначається зниженими механічними властивостями. Погано відпалене скло має меншу

мікротвердість, ніж добре відпалене скло. Збільшення терміну вдавлювання призводить до збільшення розмірів відбитку.

Для визначення мікротвердості скла звичайно застосовують прилад ПМТ-3 (рис. 2), що складається зі штатива, предметного столика, гвинтового окулярного мікрометра, навантажувального механізму, освітлювача й об'єктиву.

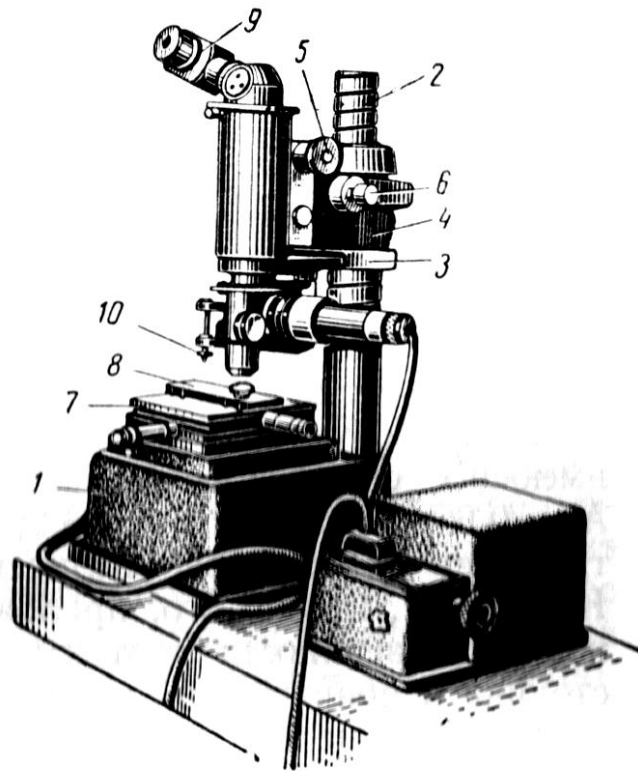


Рис. 2. Прилад ПМТ-3 для визначення мікротвердості

Штатив складається з основи 1 і колонки 2, що має стрічкове різьблення для переміщення за допомогою кільцевої гайки 3, кронштейна 4 з тубусом мікроскопа. Кронштейн закріплений на колонку розрізною втулкою із затискним гвинтом. Механізми грубої 5 і мікрометричної 6 подачі, розміщені в кронштейні, дозволяють переміщати тубус мікроскопа по вертикалі. Механізм мікрометричної подачі має відліковий пристрій, одна поділка якого відповідає 2 мкм. Предметний столик 7 закріплений

гвинтами на підставі. Верхня частина столика може хрестоподібно переміщатися на 10 мм у кожному напрямку за допомогою двох мікрометричних подач. Ручка столика має відлікове пристосування, що дозволяє пересувати столик з точністю до 10 мкм. Предметний столик може бути також повернутий за допомогою рукоятки на 180°. Столик має знімну підставку 8, на якій пластиліном закріплюють досліджуваний зразок.

Гвинтовий окулярний мікрометр 9 являє собою окуляр з відліковим пристроєм, що складається із гвинта, гайки, відлікового барабанчика й каретки з рухливою сіткою. На сітці є дві риски (бі-штрих) і перехрестя, що слугує для наведення на відбиток. На нерухливій сітці довжиною 8 мм нанесені штрихи через 1 мм. Одна поділка барабана мікрометра дорівнює 10 мкм. Збільшення окуляра 15-кратне. Окуляр закріплений на тубусі гвинтом з накаткою.

Навантажувальний механізм складається зі штока, укріпленого на двох пружинах, розташованих угорі й унизу його корпусу. На нижній частині штока закріплений алмазний наконечник (індентор) 10, на верхню частину штока встановлений вантаж. При повороті ручки аретира шток опускається й наносить укол алмазним вістрям по склу.

Освітлювач, укріплений на тубусі мікроскопа, слугує для освітлення поля зору. Він складається з металевго патрона з лінзою, у який вставлена електролампочка, що живиться від електромережі через трансформатор. Освітлювач обладнаний світлофільтрами, що дозволяє розглядати об'єкт як у світлому, так і в темному полі. До приладу, крім того, прикладений ручний прес для установки поверхні об'єкта паралельно поверхні столика.

### **Експериментальна частина**

Після підготовки приладу визначають мікротвердість зразків скла. Для зручності виміру варто застосовувати поліровані зразки невеликого

розміру, наприклад  $20 \times 20$  або  $15 \times 15$  мм. Мікротвердість визначають у наступному порядку. Спочатку зразок скла за допомогою пластиліну, ручного преса й знімної підставки прикріплюють строго паралельно до робочої площини предметного столика. Потім на верхню площадку штока механізму, що навантажує, встановлюють необхідний вантаж з таким розрахунком, щоб довжина діагоналі відбитка, одержуваного на зразку скла, не перевищувала  $10$  мкм. Далі за допомогою мікроскопа й мікрометричних гвинтів столика вибирають місце уколу на зразку й, плавно повернувши столик, підводять зразок під алмазний наконечник. Повільно повертаючи ручку аретира, опускають шток і роблять укол алмазною пірамідою з витримкою протягом  $5$  сек. Тривалість повороту рукоятки повинна становити  $10-15$  секунд.

Піднявши алмаз у вихідне положення, повертають столик, підводять місце уколу на зразку під об'єктив мікроскопа й вимірюють діагональ відбитка. Для цього відбиток на зразку за допомогою гвинтів столика й вимірювального барабана підводять до перехрестя так, щоб дві сторони перехрестя прилягали до двох сторін відбитка, і роблять відлік по барабану окуляра-мікрометра. Потім обертанням вимірювального барабана перехрестя сполучають із двома іншими сторонами відбитка й роблять другий відлік по барабану (рис. 3). Різниця відліків на барабані, помножена на ціну поділки вимірювального барабана дає дійсну величину діагоналі відбитка.

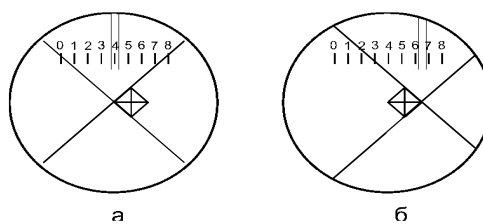


Рис. 3. Вимір діагоналі відбитка: *а* – початкова позиція відбитка; *б* – кінцева позиція відбитка

Твердість розраховується як відношення прикладеного навантаження  $F$  до площі поверхні відбитка  $S$ :

$$H = \frac{F}{S}$$

З геометрії відбитка:

$$S = \frac{d^2}{2 \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)} = \frac{d^2}{2 \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)} = \frac{d^2}{1,854}$$

Розрахункова формула набуває наступний вигляд:

$$H = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Діагональ відбитка  $d$  вимірюється за допомогою мікроскопа, встановленого на приладі. Розраховується середнє значення мікротвердості для кожного навантаження й середнє значення для всіх випробувань. Ціна одної поділки лімба - 0,33 мкм.

Випробування проводяться багаторазово в різних точках зразка і при різних навантаженнях. Результати обробки одержаних даних заносяться у таблицю 1.

Таблиця 1. Обробка результатів експериментів

№	Маса навантаження на індентор, г	Сила $F$ , що діє на індентор, $H$	Діагональ відбитка в одиницях лімба мікроскопа	Діагональ відбитку $d$ , мкм	Діагональ відбитка $d$ , м	Мікротвердість $H = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2}$ , МПа
1	2	3	4	5	6	7
1*	100	0,98	60	19,8	$1,98 \cdot 10^{-5}$	4635
2						
...						

\* - наведено як приклад

Розраховується середнє значення мікротвердості для кожного навантаження й середнє значення для всіх випробувань

Обрахунок результатів за допомогою ПОЕМ:

На рис. 4 зображено скріншот програми для обрахунків результатів досліджень:

№ скла	Навантаження, Г	Діагональ, одиниці лімбу	F, Н	Діагональ, d мкм	Діагональ d, М	d <sup>2</sup> , м <sup>2</sup>	H, Мпа	H, Мпа (середнє для навантаження)		H, Мпа (середнє для скла)
<b>МІКРОТВЕРДІСТЬ СКЛА</b>										
5	50	72	0,49	23,76	2,38E-05	5,65E-10	1609			
6	50	68	0,49	22,44	2,24E-05	5,04E-10	1804	1722	50	
7	50	69	0,49	22,77	2,28E-05	5,18E-10	1752			
8	100	82	0,98	27,06	2,71E-05	7,32E-10	2481			
9	100	83	0,98	27,39	2,74E-05	7,5E-10	2422	2442	100	2403
10	100	83	0,98	27,39	2,74E-05	7,5E-10	2422			
11	150	90	1,47	29,7	2,97E-05	8,82E-10	3090			
12	150	91	1,47	30,03	3,00E-05	9,02E-10	3022	3045	150	
13	150	91	1,47	30,03	3,00E-05	9,02E-10	3022			
14	50	64	0,49	21,12	2,11E-05	4,46E-10	2037			
15	50	64	0,49	21,12	2,11E-05	4,46E-10	2037	2037	50	
16	50	64	0,49	21,12	2,11E-05	4,46E-10	2037			
17	100	80	0,98	26,4	2,64E-05	6,97E-10	2607			
18	100	80	0,98	26,4	2,64E-05	6,97E-10	2607	2607	100	2492
19	100	80	0,98	26,4	2,64E-05	6,97E-10	2607			
20	150	94	1,47	31,02	3,10E-05	9,62E-10	2832			
21	150	94	1,47	31,02	3,10E-05	9,62E-10	2832	2832	150	
22	150	94	1,47	31,02	3,10E-05	9,62E-10	2832			
23	50	51	0,49	16,83	1,68E-05	2,83E-10	3207			
24	50	52	0,49	17,16	1,72E-05	2,94E-10	3085	3126	50	
25	50	52	0,49	17,16	1,72E-05	2,94E-10	3085			

Рис. 4. Скріншот програми для обрахунків результатів.

Приклад розрахунку:

### МІКРОТВЕРДІСТЬ СКЛА

№ скла	Навантаження, Г	Діагональ, одиниці лімбу	F, Н	Діагональ, d мкм	Діагональ d, м	d <sup>2</sup> , м <sup>2</sup>	H, Мпа	H, Мпа (середнє для навантаження)		H, Мпа (середнє для скла)
1	50	72	0,49	23,76	2,38E-05	5,65E-10	1609	1722	50	2403
	50	68	0,49	22,44	2,24E-05	5,04E-10	1804			
	50	69	0,49	22,77	2,28E-05	5,18E-10	1752			
	100	82	0,98	27,06	2,71E-05	7,32E-10	2481	2442	100	
	100	83	0,98	27,39	2,74E-05	7,5E-10	2422			
	100	83	0,98	27,39	2,74E-05	7,5E-10	2422			
	150	90	1,47	29,7	2,97E-05	8,82E-10	3090	3045	150	
	150	91	1,47	30,03	3,00E-05	9,02E-10	3022			
	150	91	1,47	30,03	3,00E-05	9,02E-10	3022			
2	50	64	0,49	21,12	2,11E-05	4,46E-10	2037	2037	50	2492
	50	64	0,49	21,12	2,11E-05	4,46E-10	2037			
	50	64	0,49	21,12	2,11E-05	4,46E-10	2037			
	100	80	0,98	26,4	2,64E-05	6,97E-10	2607	2607	100	
	100	80	0,98	26,4	2,64E-05	6,97E-10	2607			
	100	80	0,98	26,4	2,64E-05	6,97E-10	2607			
	150	94	1,47	31,02	3,10E-05	9,62E-10	2832	2832	150	
	150	94	1,47	31,02	3,10E-05	9,62E-10	2832			
	150	94	1,47	31,02	3,10E-05	9,62E-10	2832			
3	50	51	0,49	16,83	1,68E-05	2,83E-10	3207	3126	50	3514
	50	52	0,49	17,16	1,72E-05	2,94E-10	3085			
	50	52	0,49	17,16	1,72E-05	2,94E-10	3085			
	100	69	0,98	22,77	2,28E-05	5,18E-10	3504	3438	100	
	100	70	0,98	23,1	2,31E-05	5,34E-10	3405			
	100	70	0,98	23,1	2,31E-05	5,34E-10	3405			
	150	80	1,47	26,4	2,64E-05	6,97E-10	3910	3977	150	
	150	79	1,47	26,07	2,61E-05	6,8E-10	4010			
	150	79	1,47	26,07	2,61E-05	6,8E-10	4010			



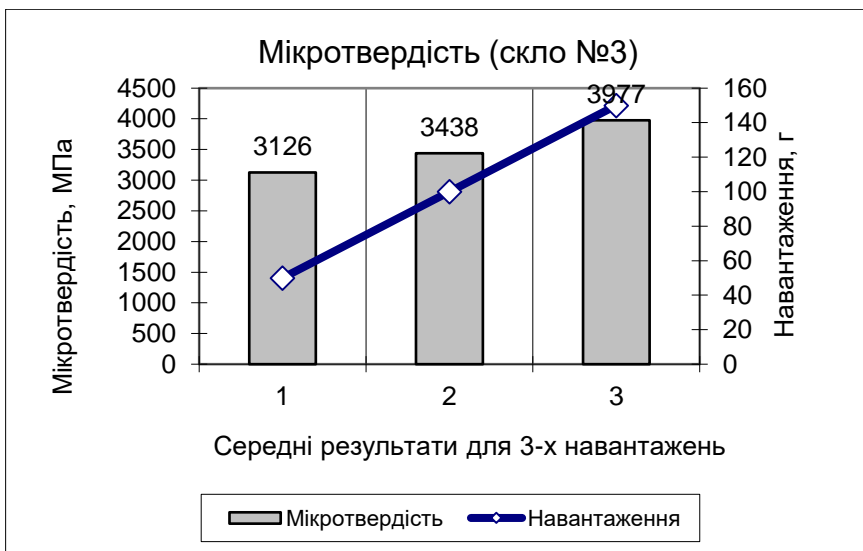
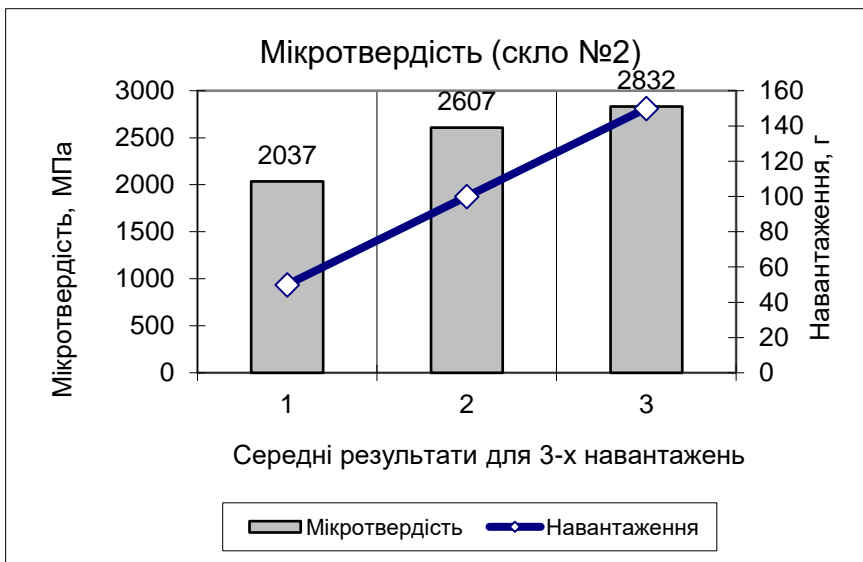
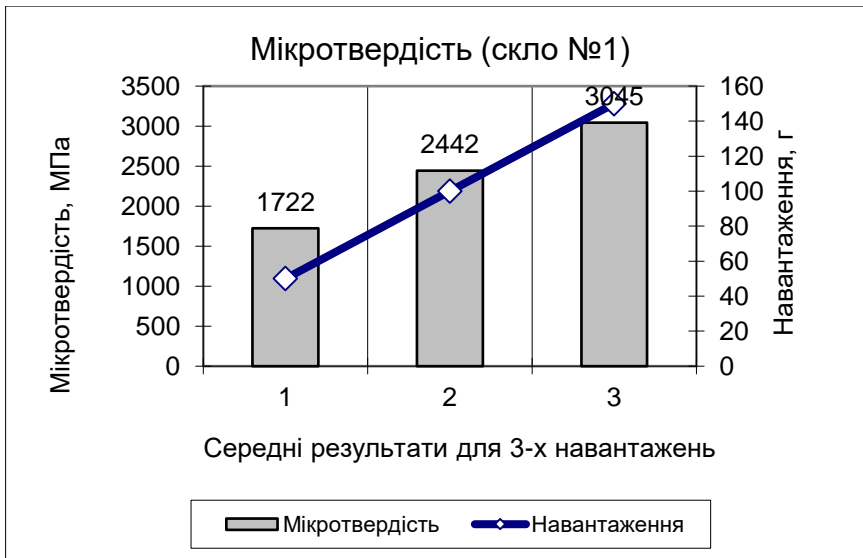


Рис. 5. Результати обрахунків.

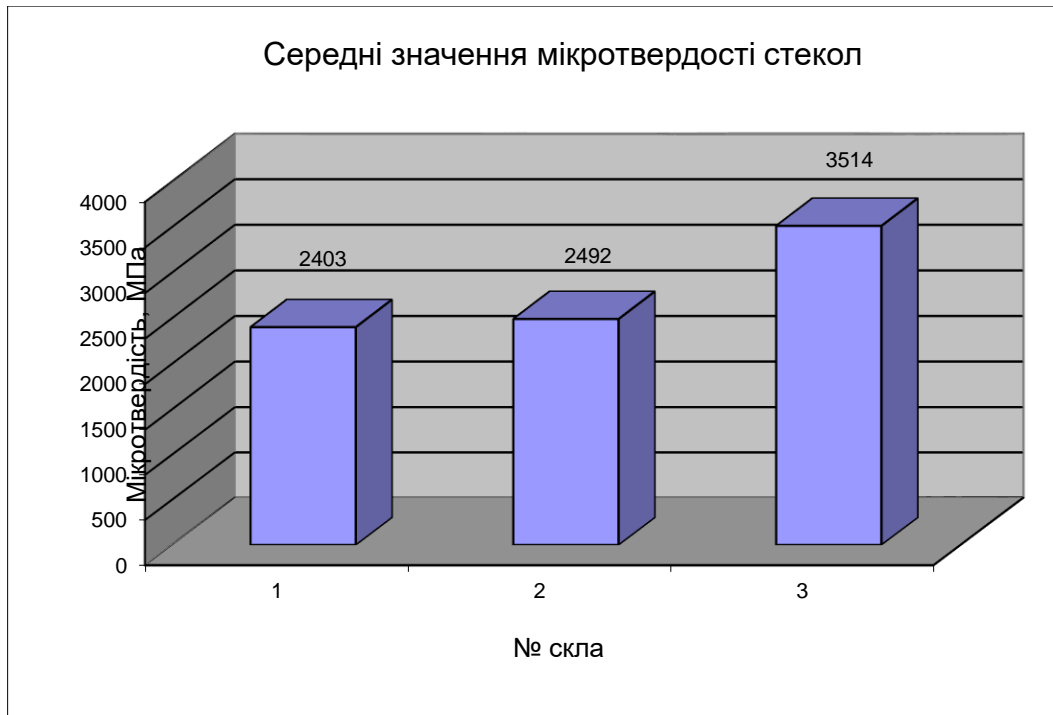


Рис. 6. Порівняння результатів експерименту.

### **Питання для самоконтролю**

1. Чому показники міцності скла не є фізичними константами?
2. Від яких факторів можуть залежати показники міцності скла?
3. Чому реальна міцність скла суттєво менша за теоретичну?
4. В чому полягають переваги і недоліки методу дослідження скла на мікротвердість?
5. В яких випадках практичного склоробства бажано мати мінімальну мікротвердість скла?
6. В яких випадках практичного склоробства бажано мати максимальну мікротвердість скла?
7. Як може змінитись мікротвердість скла при заміщенні оксиду силіцію на оксид натрію?
8. Чому існують обмеження по величині навантаження на індентор?

9. Як може змінитися мікротвердість натрієвого скла при частковій заміні іонів натрію на іони калію в результаті дифузії останніх з розплаву нітрату калію?
10. Чому поверхня зразка, на якому досліджується мікротвердість, має бути ідеально плоска?

## **Лабораторна робота № 2**

**Тема: Визначення модуля пружності стекол**

**Мета роботи:** закріпити теоретичних матеріал по темі, навчитися визначати модуль пружності стекол.

### **Теоретичні відомості**

Пружність - властивість тіла деформуватися під дією навантаження й відновлювати початкову форму й розміри після її зняття. Всі тверді тіла мають властивість пружності.

Якщо до скляного стрижня, що має початкову довжину  $l$  і поперечний переріз  $S$ , прикласти розтяжне зусилля  $P$ , то стрижень подовжиться на величину  $\Delta l$  (закон Гука).

$$\frac{\Delta l}{l} = \frac{1}{E} \cdot \frac{P}{S},$$

де  $E$  – модуль Юнга.

Можна сформулювати фізичний смисл модуля Юнга. Модуль Юнга дорівнює тому гіпотетичному напруженню, що спричинило б подовження зразка вдвічі. Цілком очевидно, що зразок розірветься за довго до досягнення такого напруження.

Запишемо закон Гука в іншому вигляді:  $\sigma = E\varepsilon$ , де  $\sigma = P/S$ ,  $\varepsilon = \Delta l/l$ . Коефіцієнт пропорційності  $E$  має розмірність, як у тиску (МПа).

Пружний стрижень має ще одну фундаментальну властивість – стоншуватись при розтяганні. Якщо виміряти поперечну деформацію  $\varepsilon'$ ,

тобто зменшення ширини стрижня  $\Delta b$ , поділене на початкову ширину  $b$ , тобто

$$\varepsilon' = \frac{\Delta b}{b}$$

і розділити її на поздовжню деформацію  $\varepsilon$ , те це відношення залишається постійним при всіх значеннях сили, що *розтягує*,  $P$ , тобто

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon'} = \mu = const$$

Константа  $\mu$  називається коефіцієнтом Пуассона й залежить тільки від матеріалу стрижня, але не залежить від його розмірів і форми перерізу. Відношення поперечної й поздовжньої деформацій для оксидних стекел змінюється від 0,2 до 0,3.

Модуль пружності  $E$  і коефіцієнт Пуассона  $\mu$  разом утворюють пару величин, які повністю характеризують пружні властивості будь-якого конкретного матеріалу (маються на увазі ізотропні матеріали, тобто такі, у яких властивості не залежать від напрямку).

Вимір пружних постійних провадиться як у статичних, так і в динамічних умовах досвіду.

Динамічний метод полягає у визначенні швидкості проходження в зразку поздовжніх ( $C_l$ ) і поперечних ( $C_t$ ) ультразвукових коливань із частотою до 5,0 МГц, а потім по їхніх значеннях обчислюють пружні постійні по формулах:

$$\mu = \frac{\left(\frac{C_l}{C_t}\right)^2 - 2}{2\left[\left(\frac{C_l}{C_t}\right)^2 - 1\right]},$$

$$E = 2\rho(1 + \mu)C_t^2$$

де  $\rho$  - щільність вимірюваного зразка

Модуль пружності характеризує зміни міжатомних відстаней, що відбуваються в структурі під дією прикладеної сили. Модуль пружності стекол також залежить від розмірності й зв'язаності сітки, він зростає при переході від ланцюгових структур до шаруватих й далі до повністю зв'язаних тривимірних сіток.

Серед оксидних стекол найбільший модуль пружності мають алюмосилікатні стекла, оскільки для них характерні міцні зв'язки й висока щільність упакування.

Оскільки модуль пружності визначається міцністю зв'язків, не дивно, що для стекол з високою температурою переходу в склоподібний стан характерні й високі модулі. Стекла з низьким КТР мають високі модулі пружності.

Залежно від хімічного складу скла модуль пружності може коливатися від 48000 до 83000 МПа. При введенні в скло оксидів CaO й  $B_2O_3$  (до 12%) значення модуля пружності підвищується, при введенні лужних оксидів — знижується. Такі оксиди, як MgO, ZnO, BaO, PbO і  $Al_2O_3$ , при заміщенні ними кремнезему трохи збільшують значення модуля пружності, але в значно меншому ступені, чим оксиди CaO й  $B_2O_3$ .

Пружні характеристики стекол повинні строго враховуватися в тих випадках, коли вироби зі скла, як конструкційного матеріалу, у процесі експлуатації зазнають істотні механічні навантаження. Необхідно керуватися наступним правилом. Якщо під впливом механічних навантажень виріб зі скла повинен зазнавати мінімально можливу деформацію, то модуль Юнга повинен бути якнайвище. Якщо в процесі експлуатації виріб зі скла повинен свідомо піддаватися тій або іншій величині механічної деформації, то ризик руйнування скла буде тим менше, чим нижче модуль Юнга.

## Прилади, устаткування, дослідні зразки

Модуль пружності матеріалів і коефіцієнт Пуассона - константи, що характеризують пружні властивості твердого тіла. Ці дві константи взаємозалежні і їх визначають одночасно.

Серед великої кількості способів їхнього визначення широке поширення одержав ультразвуковий метод, заснований на залежності швидкості поширення звуку у твердих тілах від пружних констант. Виміри здійснюють за допомогою приладу УЗВШ (ультра звуковий вимірювач швидкості).

Прилад УЗВШ улаштований таким чином, що електричний сигнал від генератора імпульсів проходить по двох лініях: еталонній й вимірювальній, кожна з яких містить по дві кварцові п'єзопластини.

Електричні сигнали, що надходять на приймальні п'єзопластини, перетворюються в ультразвукові коливання, і після проходження ультразвуку через еталонну рідину в одній лінії і зразок в іншій знову перетворюються в електричні сигнали вихідними п'єзопластинами. Обидва електричних сигнали надходять на екран осцилографа, на якому проглядаються обидва імпульси одночасно (рис. 7).

Змінюючи мікрометричним гвинтом у процесі роботи відстань між п'єзопластинами в еталонній лінії - довжину шляху й, отже, час проходження через неї ультразвуку, можна домогтися положення, при якому час проходження ультразвуку по обох лініях буде однаковим. Два відліки показань мікрометра: один без зразка, іншої зі зразком - дають висоту (по різниці) стовпа еталонної рідини, час проходження ультразвуку через який дорівнює часу проходження його в зразку.

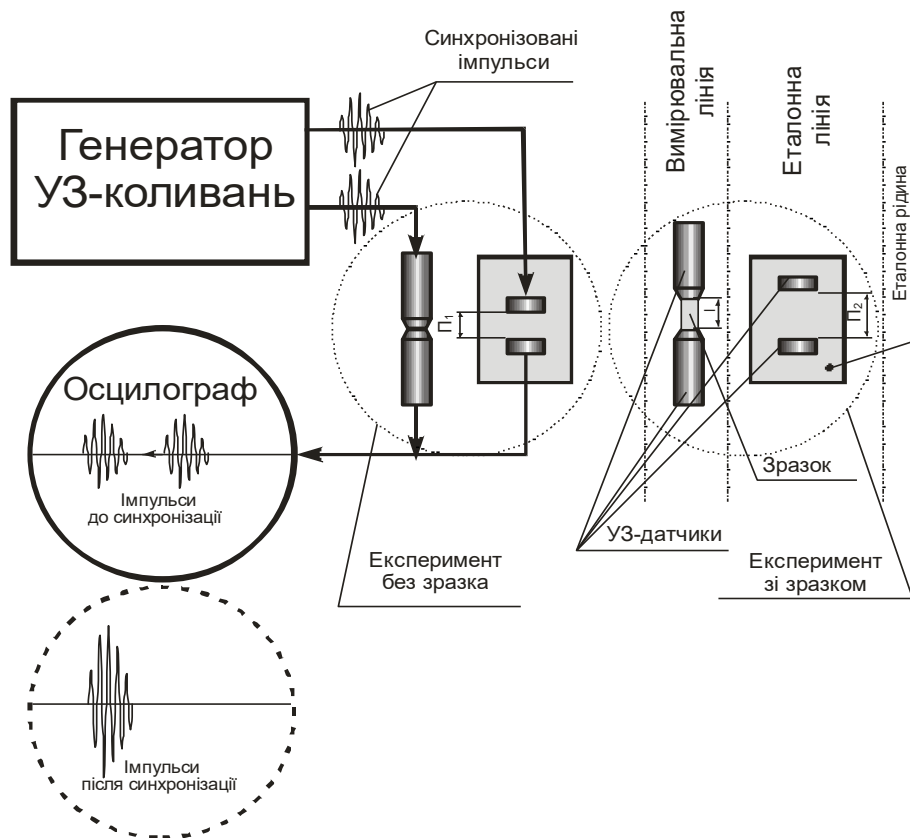


Рис. 7 Схема проведення експерименту

Знаючи довжину стовпа еталонної рідини, довжину (висоту) зразка, швидкість ультразвуку в еталоні, визначають швидкість ультразвуку в зразку, м/с:

$$C_{зр} = \frac{l}{\Pi_2 - \Pi_1} \cdot C_{ет}$$

де  $C_{зр}$ ,  $C_{ет}$  – швидкості ультразвуку відповідно в зразку й еталоні, м/с;  $l$  – довжина зразка, мм;  $\Pi_1$ ,  $\Pi_2$  – показання мікрометра відповідно без зразка й зі зразком, мм.

Пружні постійні розраховують по формулах:

$$\mu = \frac{\left(\frac{C_l}{C_t}\right)^2 - 2}{2 \cdot \left[\left(\frac{C_l}{C_t}\right) - 1\right]} \quad E = 2000d(1 + \mu) \cdot C_t^2$$

де  $\mu$  – коефіцієнт Пуассона;  $E$  – модуль Юнга, Па;  $C_l$ ,  $C_t$  – швидкість ультразвуку в зразку відповідно при поздовжніх і поперечних коливаннях, м/с;  $d$  – щільність зразка, г/см<sup>3</sup>.

### **Експериментальна частина**

Виміри на приладі УЗВШ провадять на зразках циліндричної форми, мінімальна висота яких близько 12 мм при діаметрі більше 15 мм. У навчальних цілях допускається застосування зразка у вигляді прямокутної призми при зазначених співвідношеннях ребер.

Зразок шліфують і забезпечують паралельність площин, що перебувають у контакті з п'єзодатчиками приладу.

Включають прилад і прогрівають протягом 10...15 хв. Перед включенням варто встановити ручки «Яскравість», «Посилення загальне», «Посилення 1» на мінімальний рівень сигналу (поворотом проти годинникової стрілки до упору), тумблер «Генератор» у положення «Вимкн.».

Тумблер на бачку еталонної лінії повинен бути в положенні «Вимкн.», ручка «Посилення II» - у положенні мінімального посилення.

Після прогріву приладу, обережно повертають ручку «Яскравість» до одержання добре помітної горизонтальної лінії. Ручкою «Фокус» домагаються чіткого її зображення.

Далі приводять у зіткнення датчики поздовжніх коливань (датчики більшого розміру), попередньо змазавши їхні контактні поверхні маслом для кращого акустичного контакту. Датчики сполучними проводами підключають до приладу.

Включають тумблер «Генератор» і ручкою «Посилення I» встановлюють значення амплітуди загасаючих коливань, що проходять по вимірювальній лінії й спостерігаються на екрані осцилографа, що не



перевищує 50 мм. Тумблер розгорнення зображення повинен при цьому перебувати в положенні "Довга".

Включають тумблер на еталонній лінії, і ручку «Посилення П» встановлюють у положення максимального сигналу. На екрані з'являється сигнал, що свідчить про проходження коливань через еталонну лінію. Порівнюють амплітуди сигналів еталонної й вимірювальної ліній. Маніпулюючи ручками «Посилення І», «Посилення загальне» і «Потужність», домагаються рівностей амплітуд обох сигналів.

При включенні еталонної лінії можливий випадок накладення сигналів один на одного. Для вирівнювання амплітуд сигналів необхідно, обертаючи ручку мікрометра, встановленого на бачку еталонної лінії, виміряти шлях проходження ультразвуку через еталон і розвести сигнали.

Після вирівнювання амплітуд обох сигналів приступають до їхнього суміщення, тобто роблять періоди проходження ультразвуку через еталонну й вимірювальну лінії однаковими.

Суміщення імпульсів роблять у такий спосіб. Обертанням ручки «Затримка» пересувають імпульс вимірювальної лінії до лівого краю розгорнення. Обертанням мікрометричного гвинта проводять грубе суміщення еталонного імпульсу з вимірювальним. Включають тумблер розгорнення в положення «Коротка». Сполучають перші напівхвилі (з лівої сторони імпульсів) обох імпульсів обертанням мікрометричного гвинта, домагаючись при цьому максимальної амплітуди третьої або четвертої напівхвиль сполучених імпульсів. На закінчення проводять відлік і запис показань мікрометра  $P_1$ .

Другий відлік  $P_2$  одержують при проведенні аналогічних операцій після установки зразка між датчиками. Поверхні зразка попередньо змазують маслом і після установки повертають, стискаючи датчики, домагаючись максимального сигналу.

Отримані відліки використовують для визначення швидкості поздовжніх коливань ультразвуку у випробуваному зразку по наведеній раніше формулі. Аналогічно визначають швидкість поширення поперечних коливань після заміни датчиків лінійних коливань на поперечні.

При установці датчиків поперечних коливань варто орієнтувати їх так, щоб забезпечити одержання максимального сигналу у вимірювальній лінії, що досягається обертанням одного з датчиків навколо осі.

Надійний акустичний контакт датчиків поперечних коливань забезпечують їхнім склеюванням спиртовим розчином каніфолі.

Дані результатів роботи заносять у табл. 2.

Таблиця 2. Результати обробки експериментальних даних.

Дата випробувань	Номер зразка або індекс	Щільність $d$ , г/см <sup>3</sup>	Довжина зразка $l$ , мм	Температура еталонної рідини $t$ , С°	Датчики поздовжніх ультразвукових коливань			Датчики поперечних ультразвукових коливань			Коефіцієнт Пуассона $\mu$	Модуль пружності $E$ , МПа
					Показання мікрометричного гвинта $\Pi_1$ , мм	Показання $\Pi_2$ зі зразком, мм	Швидкість поширення ультразвукових хвиль $C_1$	Показання мікрометричного гвинта $\Pi_1$ , мм	Показання $\Pi_2$ зі зразком, мм	Швидкість поперечних ультразвукових хвиль $C_t$		

### Питання для самоконтролю:

1. Що таке пружність твердого тіла?
2. Сформулюйте закон Гука.
3. В чому полягає фізичний смисл модуля Юнга?

4. Яка розмірність модуля Юнга?
5. Як модуль пружності залежить від будови матеріалу?
6. В яких межах може змінюватися модуль пружності стекол?
7. Як модуль пружності залежить від хімічного складу стекол?
8. Що є у приладі джерелом і приймачем ультразвукових коливань?
9. Навіщо в установці застосовується еталонна рідина?
10. Чому при використанні датчиків поперечних коливань зразки скла треба склеювати з датчиками?

### Лабораторна робота № 3

**Тема: Визначення ударної в'язкості стекол**

**Мета роботи:** закріпити теоретичний матеріал по темі, освоїти методику досліджень зразків скла та склокристалічних матеріалів на ударну в'язкість.

#### Теоретичні відомості

Крихкість - характерна властивість твердих стекол. Тверде скло руйнується відразу ж після досягнення ним межі пружної деформації. Всі стекла при нормальній температурі крихкі.

Мірою крихкості скла є його опір удару. Випробування на удар провадять по двох схемах: на зразок скидають важку кулю з певної висоти або вдаряють його маятником копра. В обох випадках ударна міцність характеризується роботою  $A$ , витраченою на руйнування зразків при стандартних методах випробування.

Межею міцності при ударному вигині скла називають таку роботу, яка руйнує скляний зразок. Цю роботу виражають у Дж/см<sup>2</sup> площі поперечного перерізу зразка. Цей показник характеризує ударну в'язкість матеріалу.

Крихкість скла залежить від його форми, розмірів і товщини. Зі збільшенням товщини опір удару зростає. Він зростає також при

збільшенні опору на стиск. Рівномірне загартування скла підвищує його в 5—6 разів. Має значення також склад скла: при збільшенні вмісту  $B_2O_3$  (до 15 %),  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$  і  $MgO$  міцність на удар підвищується. Однак набагато більший вплив на опір скла удару чинять дефекти поверхні й присутність у склі сторонніх включень. Чим менш однорідне скло, тим більше його крихкість.

### Прилади, установка, дослідні зразки

Межа міцності скла при ударному вигині визначають на маятниковому копрі. Прилад складається з чавунної плити, на якій укріплені дві вертикальні стійки, і маятника, підвішеного на осі, що обертається. Залежно від висоти підйому маятник володіє певною потенційною енергією. Зразок розташовують широкою поверхнею на опорах, прикріплених до стійок, залишаючи кінці для захоплень по 10 мм. Піднімають маятник, закріплюючи його засувкою. При випробуванні маятник звільняють від засувки. Падаючи, він руйнує зразок. Робота руйнування відлічується по різниці потенційної енергії маятника до і після руйнування зразка, зчитується на світловому табло.

В якості зразків для випробування на ударний вигин використовують скляні пластини прямокутного перетину довжиною 120, шириною 20 і товщиною 2-3 мм.

Ударна в'язкість скла  $a_n$  (межа міцності при ударному вигині) і показник крихкості скла  $\sigma_z$  визначаються з умов випробування зразків скла:

$$a_n = \frac{A}{S}, \quad \sigma_z = \frac{A}{SL}$$

де  $A$  — робота руйнування при випробуванні, Дж;  $S$  — площа поперечного перерізу зразка,  $m^2$ ;  $L$  — відстань між опорами,  $m$ .

Результати випробування скла на крихкість залежать від масштабного фактора, часу прикладання навантаження й температури.

Виконують 10 випробувань і визначають середнє значення.

### **Статистична обробка результатів випробувань на міцність**

Результати випробувань на міцність стекол дають погано відтворені результати. Це пов'язано з непрогнозованими поверхневими дефектами. Технічна міцність зразка скла визначається головним чином кількістю і розмірами цих дефектів.

Відповідно до цього була розроблена статистична теорія міцності скла, яка дозволяє розрахувати найбільш ймовірну міцність.

Визначення міцності скла пов'язане з вимірюванням руйнівних напружень великої кількості зразків скла, в результаті чого виявляється значний розкид одержуваних значень міцності, що перевищує точність вимірювання.

Статистична теорія міцності дає можливість розрахувати найбільш ймовірне значення міцності зразка скла, яке близьке за своєю величиною до середніх значень його технічної міцності, і визначити розкид експериментально знайдених величин міцності, який характеризує неоднорідність випробовуваних зразків матеріалу.

Одним з основних положень статистичної теорії міцності крихких тіл є те, що розподіл дефектів у зразку випробуваного матеріалу підпорядковується закономірностям статистики.

Статистичні закономірності сильно проявляються у дефектних матеріалів. Тому найбільш важливе значення вони мають для низькоміцних стекол.

Розподіл ймовірностей неперервної випадкової величини описується функцією Гауса.

$$P(x) = \frac{1}{\delta\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(x-a)^2}{2\delta^2}\right],$$

де  $a$  математичне сподівання випадкової величини;

$\delta$  - середнє квадратичне відхилення нормального розподілу.

Ймовірність того, що  $x$  приймає значення, що лежать між  $a-\Delta x$  и  $a+\Delta x$  визначається площею під кривою, обмеженої цим інтервалом (вся площа під кривою дорівнює 1). Якщо  $\Delta x$  одно середнє квадратичним відхиленням нормального розподілу  $\delta$ , то ця площа дорівнює 0,683.

Зміна величини параметра  $a$  не змінює форму нормальної кривої, а призводить лише до її зміщення вздовж осі  $X$ . Зміна величини параметра  $\delta$  змінює форму кривої. Збільшення  $\delta$  призводить до зниження максимуму і робить криву більш пологою.

Продемонструємо можливість застосування теорії ймовірностей до проблеми міцності скла. Нехай при десяти випробуваннях міцності скла отримані значення міцності, показані на гістограмі (рис. 5).

Середнє значення визначається величини  $(a) = 70$  МПа. Середньоквадратичне відхилення  $\delta = 9$  МПа. Підставивши ці значення в рівняння (3), отримаємо таку криву Гауса (рис. 8).

### **Хід обробки результатів експериментів**

1. Для 10-ти випробувань на ударний вигин визначити відповідне значення міцності  $x_i$
2. Побудувати гістограму за результатами розрахунку характеристик міцності.
3. Визначити математичне сподівання випадкової величини -  $a$ .  
(середньоарифметичне значення)

$$a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i ;$$

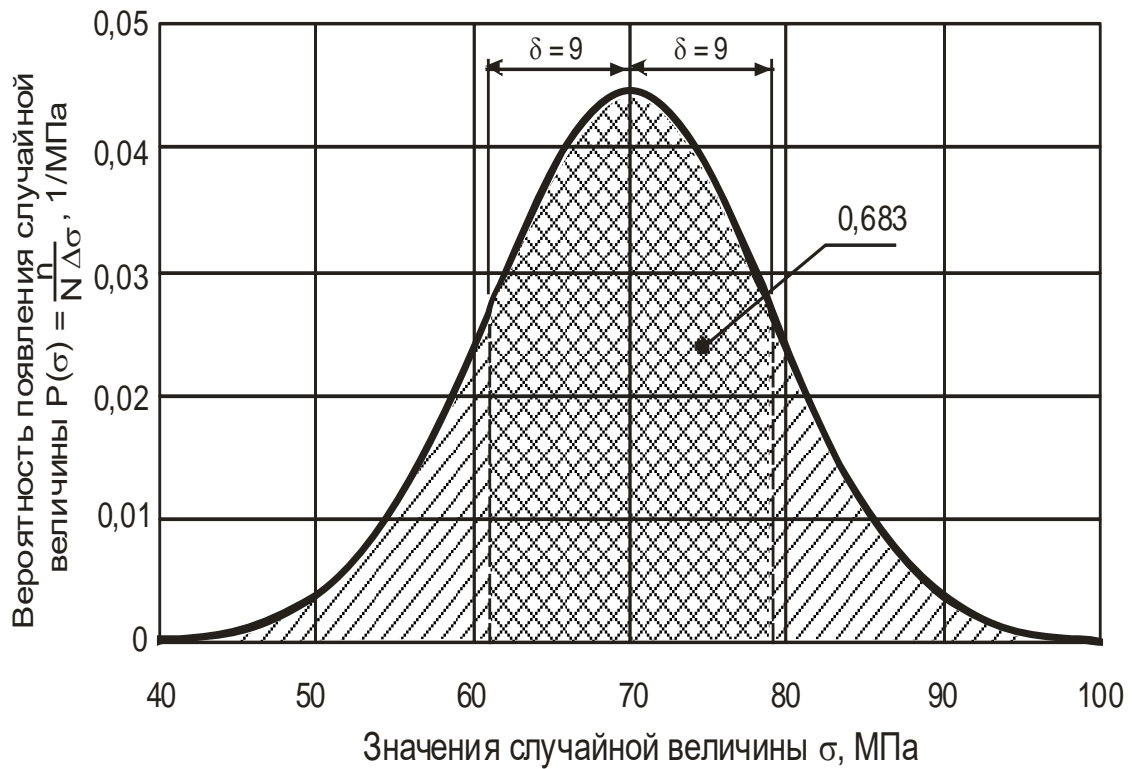


Рис. 8. Крива Гауса

5. Використовуючи формулу (\*) побудувати криву Гауса.
6. Оцінити найбільш ймовірне значення шуканої величини.

Приклад виконання розрахунків за допомогою ПСОМ:

Скріншот програми для обрахунків приведено на рис. 9

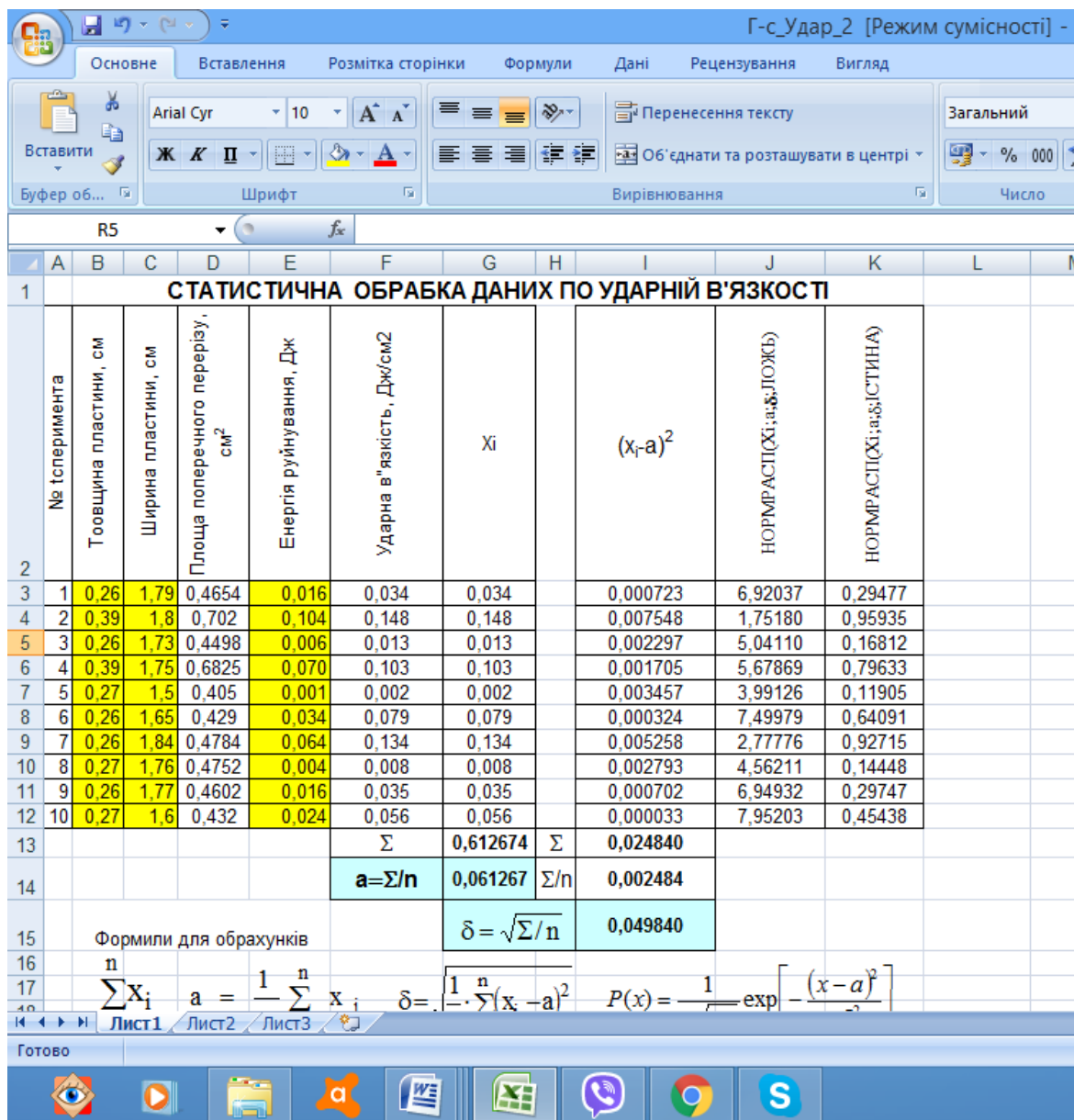


Рис. 9. Скріншот програми для обрахунків.



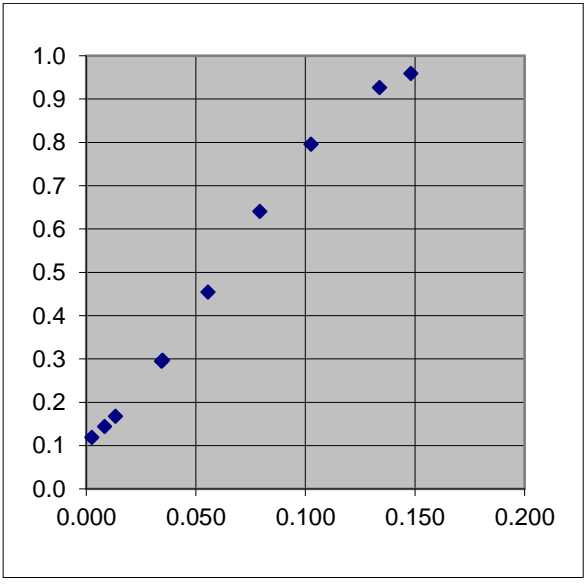
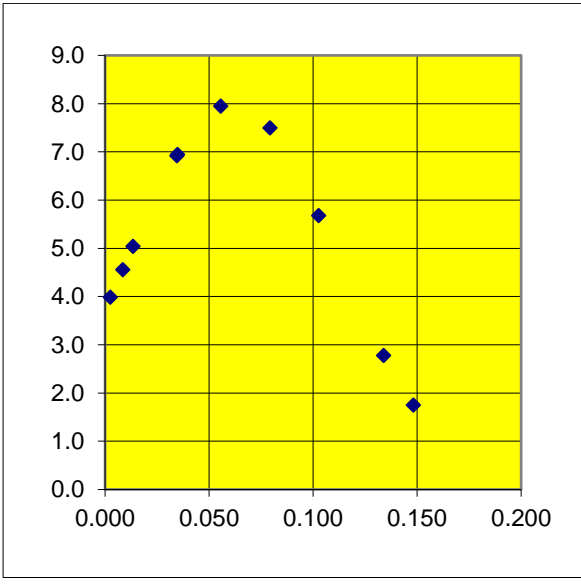
## СТАТИСТИЧНА ОБРОБКА ДАНИХ ПО УДАРНІЙ В'ЯЗКОСТІ

№ експеримента	Товщина пластини, см	Ширина пластини, см	Площа поперечного перерізу, см <sup>2</sup>	Енергія руйнування, Дж	Ударна в'язкість, Дж/см <sup>2</sup>	Xi	(xi-a) <sup>2</sup>	НОРМРАСП(Xi;a;δ;ЛОЖЬ)	НОРМРАСП(Xi;a;δ;ІСТИНА)
1	0,26	1,79	0,4654	0,016	0,034	0,034	0,000723	6,92037	0,29477
2	0,39	1,8	0,702	0,104	0,148	0,148	0,007548	1,75180	0,95935
3	0,26	1,73	0,4498	0,006	0,013	0,013	0,002297	5,04110	0,16812
4	0,39	1,75	0,6825	0,070	0,103	0,103	0,001705	5,67869	0,79633
5	0,27	1,5	0,405	0,001	0,002	0,002	0,003457	3,99126	0,11905
6	0,26	1,65	0,429	0,034	0,079	0,079	0,000324	7,49979	0,64091
7	0,26	1,84	0,4784	0,064	0,134	0,134	0,005258	2,77776	0,92715
8	0,27	1,76	0,4752	0,004	0,008	0,008	0,002793	4,56211	0,14448
9	0,26	1,77	0,4602	0,016	0,035	0,035	0,000702	6,94932	0,29747
10	0,27	1,6	0,432	0,024	0,056	0,056	0,000033	7,95203	0,45438
						Σ	<b>0,612674</b>	Σ	<b>0,024840</b>
						<b>a=Σ/n</b>	<b>0,061267</b>	Σ/n	<b>0,002484</b>

$\delta = \sqrt{\Sigma/n}$	<b>0,049840</b>
----------------------------	-----------------

Формули для обчислень

$$\sum_{i=1}^n x_i \quad a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad \delta = \sqrt{\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2} \quad P(x) = \frac{1}{\delta \sqrt{2\pi}} \exp \left[ -\frac{(x - a)^2}{2\delta^2} \right]$$



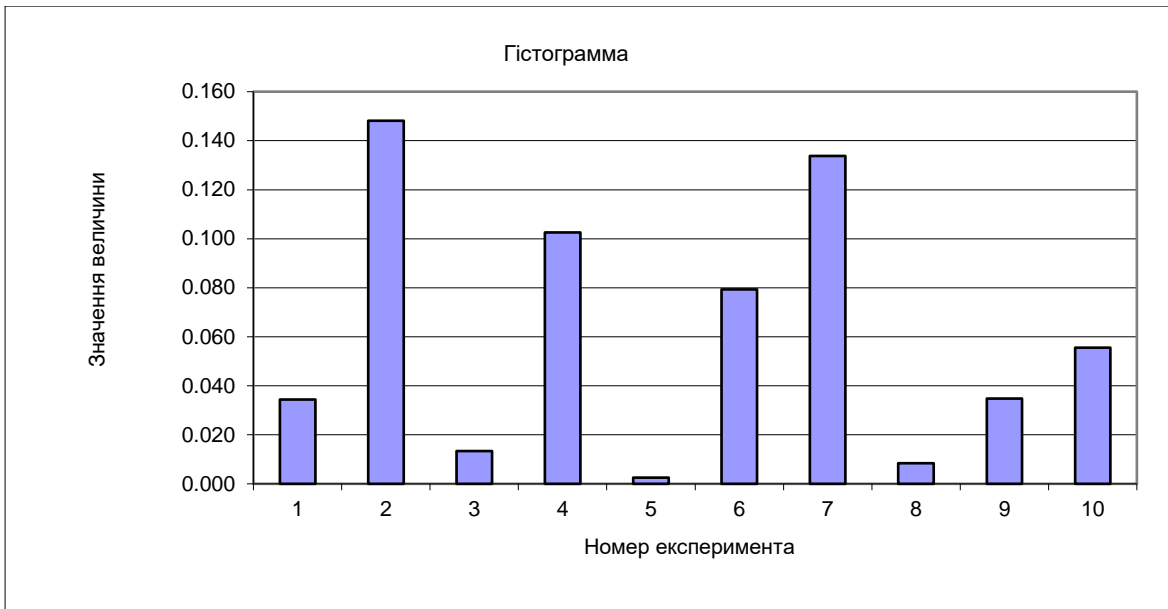


Рис. 10. Результати обрахунків.

### Питання для самоконтролю:

1. Що таке межа міцності при ударному вигині?
2. Яка розмірність ударної в'язкості?
3. В яких межах змінюється ударна в'язкість стекол?
4. Чи залежить крихкість скла від геометрії і розмірів зразка?
5. Як крихкість залежить від хімічного складу скла?
6. Як можна підвищити ударну в'язкість скла?
7. Чому результати випробувань на ударну в'язкість стекол дають погано відтворювані результати.
8. Чому для узагальнення результатів досліджень використовується статистична обробка результатів випробувань?
9. Що таке функція Гауса?
10. В чому полягає методика випробувань із застосуванням маятнікового копра?
11. Чому для узагальнення результатів досліджень використовується статистична обробка результатів випробувань?

## Лабораторна робота № 4

**Тема: Визначення міцності на згин стекол**

**Мета роботи:** закріпити теоретичний матеріал по темі, освоїти методику досліджень зразків скла та склокристалічних матеріалів на міцності на згин.

### Теоретичні відомості

Міцність на розтяг. Стекло працює на розтяг дуже погано. При випробуванні на розрив масивного скла, наприклад штабиків, має місце дуже погана відтворюваність результатів, спостерігається дуже великий розкид значень. Міцність змінюється в межах:  $\sigma_{роз} = 50 \div 100$  МПа

Міцність на стиск. Значно вище, ніж на розтяг, приблизно в 10 разів. Змінюється в межах  $\sigma_{ст} = 500 \div 2000$  МПа

Міцність на вигин. Міцність на вигин на 10÷15% вище міцності на розтяг, тому що при такому виді навантажень на міцність впливає лише мікротріщини й дефекти на тій поверхні, що піддається розтягу.

Вплив хімічного складу на міцність. Підвищують міцність оксиди: CaO, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO.

Теоретична міцність скла. Теоретична міцність стекол на кілька порядків перевищує практично отримувані величини. Це обумовлено наявністю на поверхні стекол тріщин, на вістрі яких відбувається концентрація напруг.

Вплив на міцність зовнішніх факторів. Міцність при вигині свіжо витягнутого листового скла досягає 350—400 МПа. Після зберігання (у звичайних умовах), упакування, транспортування й при монтажі з'являються мікроскопічні механічні ушкодження: подряпини, потертості й інші дефекти, які знижують міцність скла до 30—50 МПа.

Значний вплив на міцність скла чинить стан його кромки, так званий крайовий ефект. Міцність скла зменшується також при збільшенні площі зразка.

На міцність скла істотний вплив чинять поверхнево-активні речовини. Міцність скла у вологій атмосфері значно нижче, ніж у сухій. Це пояснюється тим, що на поверхні скла завжди перебувають здатні до набрякання гелі кремнієвої кислоти. Гель, що перебуває в поверхневих мікротріщинах, під дією вологи збільшується в об'ємі, натискає на стінки тріщини, чим полегшує розрив скла.

Міцність скла у вакуумі в 3,5 рази більше, ніж на повітрі. Це пояснюється відсутністю вологи на поверхні скла. При тривалому перебуванні в атмосфері  $\text{SO}_2$ ,  $\text{CO}_2$  і в інших газах міцність скла підвищується.

Методи зміцнення скла. Існує кілька методів зміцнення скла. Більша частина з них зводиться до того, що на поверхні скла створюються напруги стиску. Це може здійснюватися шляхом: загартування скла, іонного обміну, нанесення на поверхню скла шару скла з меншим коефіцієнтом розширення, ніж основне скло, кристалізації поверхневого шару й таке інше. Стиск на поверхні скла повинен поширюватися на глибину більшу, ніж глибина залягання дефектів на поверхнях. небезпечні дефекти на поверхні звичайно бувають на глибині до 100 *мкм*, рідше до 200—300 *мкм*. Таким чином, стиснутий шар на поверхні скла повинен мати товщину більше 100 *мкм*.

Другий шлях зміцнення полягає в хімічній обробці поверхні сірчаною і плавиковою кислотами. У цьому випадку дефекти поверхні стравлюються, і міцність скла збільшується. При травленні видаляється більше 50- 100 *мкм* товщини з кожної сторони.

Скло може, нарешті, зміцнюватися після нанесення на його поверхню тонких плівок оксидів металів або кремнійорганічних речовин.

### Прилади, устаткування, дослідні зразки

При випробуванні скла на вигин застосовують зазвичай зразки довжиною 75-100 мм у вигляді пластинок шириною 15-20 мм, товщиною 2-3 мм. Випробуванню піддають не менше 10 зразків скла одного складу (рис. 11).

Точність визначення межі міцності скла при вигині, так само як і при розтягуванні, зазвичай не перевищує 15-20%.

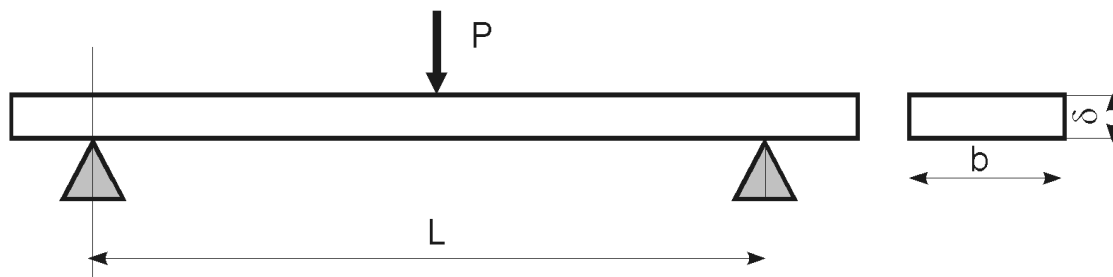


Рис. 11. Схема випробування зразків скла на межу міцності при вигині

Межа міцності при вигині  $\sigma_{\text{виг}}$  розраховують за формулою:

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{3P \cdot L}{2 \cdot b \cdot \delta^2}, \text{ Па (МПа)}$$

де P - руйнівне навантаження, Н; L - відстань між опорами, м; b - ширина зразка, м;  $\delta$  - товщина зразка, м.

### Експериментальна частина

Виконують 10 випробувань і визначають середнє значення.

1. Для 10-ти випробувань міцності на вигин і ударний вигин визначити відповідне значення міцності  $x_i$
2. Побудувати гістограму за результатами розрахунку характеристик міцності.

3. Визначити математичне сподівання випадкової величини -  $a$ .  
(середньоарифметичне значення)

$$a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

4. Визначити нормальний розподіл  $\delta$ . (середньоквадратичне відхилення)

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2}$$

5. Використовуючи формулу (п. 4) побудувати криву Гаусса.

6. Оцінити найбільш ймовірне значення шуканої величини.

### Питання для самоконтролю

1. Чому напруження стиску у поверхневому шарі скла підвищує міцність?
2. Чому травлення поверхневого шару скла збільшує міцність?
3. В яких одиницях вимірюються показники міцності?
4. Як між собою різняться показники міцності на стиск, розтяг і згин?
5. В яких межах змінюються зазначені показники міцності?
6. Чому теоретична міцність скла набагато вище реальної міцності?
7. Як хімічний склад впливає на міцність скла?
8. Як зовнішні фактори впливають на міцність скла і чому?
9. Які існують методи зміцнення скла?
10. Чому для узагальнення результатів досліджень використовується статистична обробка результатів випробувань?

## Лабораторна робота № 5.

### Тема: Визначення діелектричних втрат

**Мета роботи:** Закріпити теоретичні знання з даної теми, навчитися проводити дослідження діелектричних втрат у склі та склокристалічним матеріалах.

### Теоретичні відомості

Діелектричними втратами називається та частина електричної енергії, що при проходженні змінного струму через скло губиться в ньому, перетворюючись у теплоту.

Розглянемо векторну діаграму напруги й струму для конденсатора з ідеальним (а) і реальним діелектриками зі скла (б) (рис. 12).

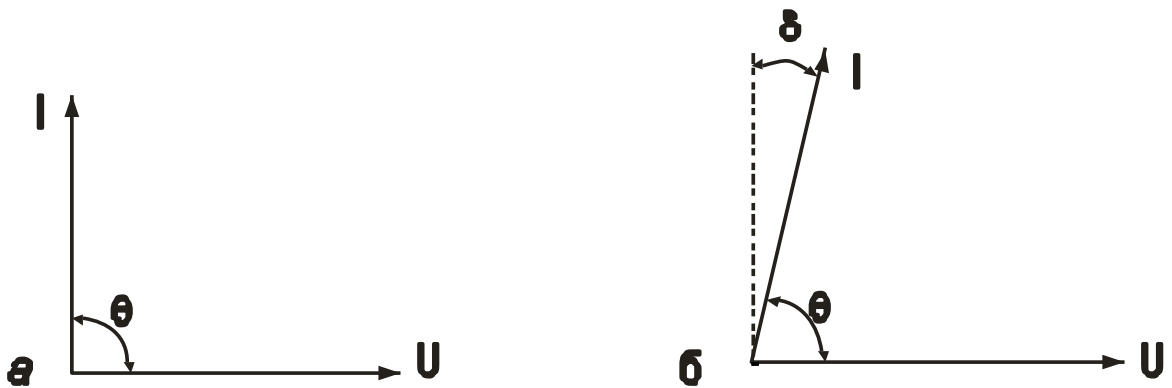


Рис.12. Векторна діаграма конденсатора: а - ідеальний діелектрик; б - реальний діелектрик

Діелектричні втрати визначають по рівнянню

$$Q_n = U \cdot I \cdot \cos \theta,$$

де  $Q_n$  - потужність, що поглинається конденсатором, Вт;

$U$  - напруга на обкладинках конденсатора, В;

$I$  - сила струму, А;

$\theta$  - кут зсуву фаз, град.

Для ідеального діелектрика кут  $\theta = 90^\circ$  і

$$Q_n = U \cdot I \cdot \cos \theta = 0$$

У реальних діелектриків кут  $\theta < 90^\circ$  на деяку величину  $\delta$ , тому

$$Q_n = U \cdot I \cdot \cos(90 - \delta) = U \cdot I \cdot \sin \delta \cong U \cdot I \cdot \operatorname{tg} \delta$$

З огляду на, що  $Q_n = U^2 \cdot C \cdot \nu \operatorname{tg} \delta$ ,

тангенс кута діелектричних втрат можна визначити з наступного виразу:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{Q_n}{U^2 \cdot \nu \cdot C}$$

де  $U$  - напруга;  $\nu$  - частота електричного поля;  $C$  - ємність конденсатора.

На практиці діелектричні втрати прийнято вимірювати кутом діелектричних втрат або тангенсом цього кута.

Діелектричні втрати в стеклах складаються із втрат провідності, релаксаційних і структурних.

Втрати провідності характерні для провідників електричного струму й переважають при низьких частотах (технічна частота). Для стекол, типових ізоляторів при низьких температурах, цей вид втрат не характерний. Втрати провідності в склі виникають при підвищених температурах, коли заряджені іони можуть досить вільно переміщатися на макровідстані, забезпечуючи наскрізну провідність.

Релаксаційні втрати пов'язані з тепловим рухом слабозв'язаних іонів, наприклад іонів модифікаторів. Відомо, що в ґратах скла в межах деяких мікрообсягів ці іони досить рухливі, тому що їхні зв'язки з атомами кисню позбавлені спрямованості (немісткові зв'язки) і до деякої міри іонізовані. Зовнішнє електричне поле приводить їх у коливальний рух. Ці втрати сильно зростають зі збільшенням температури й частоти струму.



Структурні втрати обумовлені особливостями будови діелектрика й залежать від ступеня пакування елементарних часток. Ці втрати не пов'язані з тепловим рухом і не залежать від температури. Вони проявляються в області надвисоких частот, що відповідають власним коливанням іонів.

Таким чином, серед трьох видів втрат вирішальне значення в дослідницькій практиці мають релаксаційні втрати, і саме їх мають на увазі, коли говорять про втрати взагалі.

Як витікає зі сказаного раніше, діелектричні втрати - це структурочутлива властивість.

Вимірюючи ці характеристики, можна побічно судити про ступінь зв'язаності атомів і іонів у ґратах скла і її впорядкованості. Чим вище впорядкованість, тим менше втрати. Кристалічна будова матерії характеризується меншими значеннями  $tg\delta$ , ніж склоподібна. Відпалене скло відрізняється меншими втратами, ніж загартоване. Вивчаючи залежність діелектричних втрат від хімічного складу, можна судити про структурні перетворення в склі. Будь-які злами й характерні точки на кривих «властивість – склад» свідчать про перехід кількісних змін у якісні: зміна координаційного числа катіона, зміна його ролі – модифікатор - склоутворювач і т.п.

Слід також зазначити, що діелектричні втрати - це адитивна властивість. Наприклад, якщо у двофазному середовищі одна фаза має втрати більше, ніж інша, то загальні втрати будуть тим вище, чим вище відсоток цього першого середовища. Це дозволяє зробити висновок про ступінь закристалізованості ситалів, про стан краплинної й матричної фаз у стеклах, що ліквують.

## Прилади, устаткування та дослідні зразки

Для виміру діелектричних втрат застосовують куметр. Він служить для швидкого виміру добротності конденсатора  $Q$ , що визначається як величина, зворотна коефіцієнту потужності:

$$Q = \frac{1}{\cos \theta} = \frac{1}{\sin \delta} \approx \frac{1}{\operatorname{tg} \delta}$$

Принцип роботи куметра зводиться до виміру електричних параметрів послідовного коливального контуру при резонансі для двох випадків.

1. Контур працює на власних котушках індуктивності й конденсаторі (параметри  $Q_1$  і  $C_1$ ).

2. Паралельно власному конденсатору підключений додатковий конденсатор, добротність якого варто визначити (параметри  $Q_2$  і  $C_2$ ). Цей додатковий конденсатор є досліджуваний зразок скла, що виконує функцію діелектрика, що перебуває між обкладинками конденсатора. Для проведення досліджень необхідно виготовити зразок скла із двома плоскопаралельними гранями, які повинні бути методом упікання (або іншим способом) металізовані. Ці металізовані поверхні відіграють роль обкладинок конденсатора.

У контур уводиться калібрована напруга  $V_{\text{вх}}$ , що знімається з генератора. Вольтметром виміряється рівень  $V_1$ . Необхідний діапазон частот генератора задається перемикачем діапазонів барабанного типу на вісім положень. Плавне настроювання провадиться верньєрним пристроєм. Відлік частоти провадиться по прямолінійних шкалах.

Схема коливального контуру у двох випадках показана на рис. 13.

Котушка індуктивності  $L$  підключається до верхніх клем приладу. При виборі котушки необхідно стежити за тим, щоб на ній можна було

настроїти контур на резонанс при обраній частоті (на котушках зазначений діапазон відповідних резонансних частот).

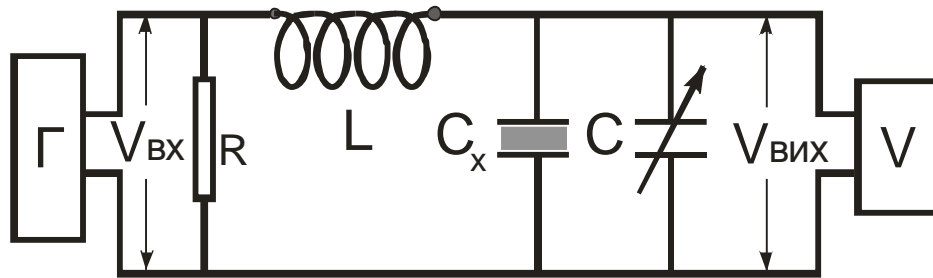


Рис.13. Схема коливального контуру

Умовні позначення:

Г - генератор синусоїдальної напруги;

V - електронний вольтметр;

R - активний опір;

L - котушка індуктивності;

C - конденсатор змінної ємності;

$U_{вх}$  - вхідна напруга;

$U_{вих}$  - вихідна напруга;

$C_x$  - зразок скла

Вимірювальний конденсатор змінної ємності постачаний верньєрним пристроєм. Відлік показань конденсатора провадиться по шкалі у верхній правій частині приладу. Для більш точного настроювання є підстроювальний конденсатор з відповідною шкалою.

Зразок у вигляді додаткового конденсатора підключається до двох верхніх клем приладу (поруч про котушку індуктивності).

Вольтметром  $V_2$  вимірюється напруга на реактивному елементі контуру - вимірювальному конденсаторі. Шкала цього вольтметра градуйована в одиницях добротності.

Як було сказано, виміри зводяться до виміру параметрів контуру при настанні резонансу без зразка ( $Q_1; C_1$ ) і зі зразком ( $Q_2; C_2$ ).

Тангенс діелектричних втрат визначається по формулі:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{C_1 \cdot (Q_1 - Q_2)}{Q_1 \cdot Q_2 \cdot (C_1 - C_2)}$$

### Експериментальна частина

Підготовка до вимірів. Перемикач роду роботи поставити в положення «уст.нуля», ручку «рівень» - у крайнє ліве положення. Включити тумблер «мережа», при цьому повинна загорітися індикаторна лампочка.

Після 15-хвилинного прогріву перемикач «шкали» поставити в положення «60». Ручкою «нуль» і «нуль рівня» установити нулі лампових вольтметрів.

Перевести перемикач роду роботи в положення «калібрування». Ручкою «рівень» установити стрілку вольтметра «рівень» на червону риску, а потенціометром із гравіруванням «60», ручка якого виведена під шліц на передню панель, установити стрілку  $Q$  вольтметра на кінцеву риску шкали 60.

Для контролю повторити операції установки нуля й калібрування. Таким же методом установити нулі вольтметрів і відкалібрувати шкали 200 і 600, регулюючи відповідно потенціометрами із гравіруванням «200» і «600». Перемикач роду роботи поставити в положення "вимір". Прилад готовий до вимірів.

Проведення вимірів. Приєднати вимірювану котушку до клем « $L$ » на кришці приладу. «Перемикач «шкали  $Q$ » поставити в положення «600».

Ручками «діапазони» і «частота» установити частоту, на якій повинна бути заміряна добротність котушки.

Ручкою «рівень» поставити стрілку приладу «рівень» на червону риску й підтримувати її в цьому положенні під час виміру.

Обертаючи ручку вимірювального конденсатора «ємність  $C$ » і сполучаючи з нею ручку підстроювального конденсатора « $\Delta C$ », налаштувати контур на резонанс по максимуму відхилення  $Q$  вольтметра й відрахувати величину  $Q$  по його шкалі, зазначеної перемикачем «шкали  $Q$ ». Якщо відлік лежить у початковій частині шкали, перемикач «шкали  $Q$ » варто перевести на меншу межу. При переході на іншу шкалу перевірити і якщо буде потреба встановити нуль  $Q$  вольтметра.

По закінченні вимірів перемикач «шкали  $Q$ » поставити в положення «Вимк».

Подібні виміри проводяться 2 рази (без зразка й зі зразком скла).

#### **Питання для самопідготовки:**

1. Що таке діелектричні втрати?
2. Назвіть формули для розрахунку діелектричних втрат?
3. Приведіть формули для практичних визначень діелектричних втрат. (кут діелектричних втрат або тангенс цього кута).
4. З яких складових складаються діелектричні втрати в стеклах?
5. Охарактеризуйте втрати провідності, релаксаційні і структурні втрати у склі.
6. Які втрати, серед трьох видів втрат у дослідницькій практиці мають вирішальне значення?
7. Хід виконання роботи.
8. Які висновки щодо будови скла або склокристалічних матеріалів можна робити, знаючи величину діелектричних втрат?

## Лабораторна робота № 6.

**Тема: Визначення коефіцієнту пропускання стекол у видимому діапазоні світла**

**Мета роботи** – закріпити теоретичний матеріал по темі, навчитися визначати коефіцієнт пропускання стекол у видимому діапазоні світла.

### Теоретичні відомості

Денне світло, проходячи скрізь скло, так чи інакше послаблюється. Цей процес можна охарактеризувати коефіцієнтом пропускання  $T$ . Коефіцієнт пропускання є відношення інтенсивності світлового потоку, що пройшов скрізь скло -  $I$ , до інтенсивності потоку, що падає на скло  $I_0$ .

$$T = \frac{I}{I_0}, \text{ або } T = \frac{I}{I_0} \cdot 100\%$$

Коефіцієнт пропускання можна виражати у частках одиниці або у відсотках.

Денне світло відповідає діапазону електромагнітних коливань приблизно від 400 до 760 нм. Якщо коефіцієнт пропускання для всіх довжин хвиль значний і приблизно однаковий, то скло сприймається як біле. При зменшенні коефіцієнта пропусканні скло стає у тому чи іншому ступені «сірим». А у граничному випадку ( $T \rightarrow 0$ ) - чорним. В усіх таких випадках скло може бути назване як «ахроматичне» (безколірне).

Інакше складається ситуація, якщо коефіцієнт пропускання змінюється в залежності від довжини хвилі. В такому разі має місце вибіркоче пропускання. Скло забарвлюється. Якщо значення коефіцієнта пропускання переважають у короткохвильовій області спектра, то домінують фіолетові, сині, блакитні кольори, якщо в середній частині, то зелені, в довгохвильовій, то жовті помаранчеві, червоні. Якщо зменшення коефіцієнта пропускання спостерігається в середній частині спектра, то

скло забарвлюється в так звані пурпурні кольори. Це є «суміш» синє-фіолетових та червоних кольорів.

Наочно це може бути представлено спектральною кривою залежності коефіцієнта пропускання від довжини хвилі. Більш коректно буде називати пропускання – монохроматичним, тобто таке, що відноситься до даної довжини хвилі. На рис. 14-16 наведені деякі спектральні криві пропускання для трьох механізмів забарвлення: іонного, молекулярного і колоїдного (товщина пластини 2 мм).

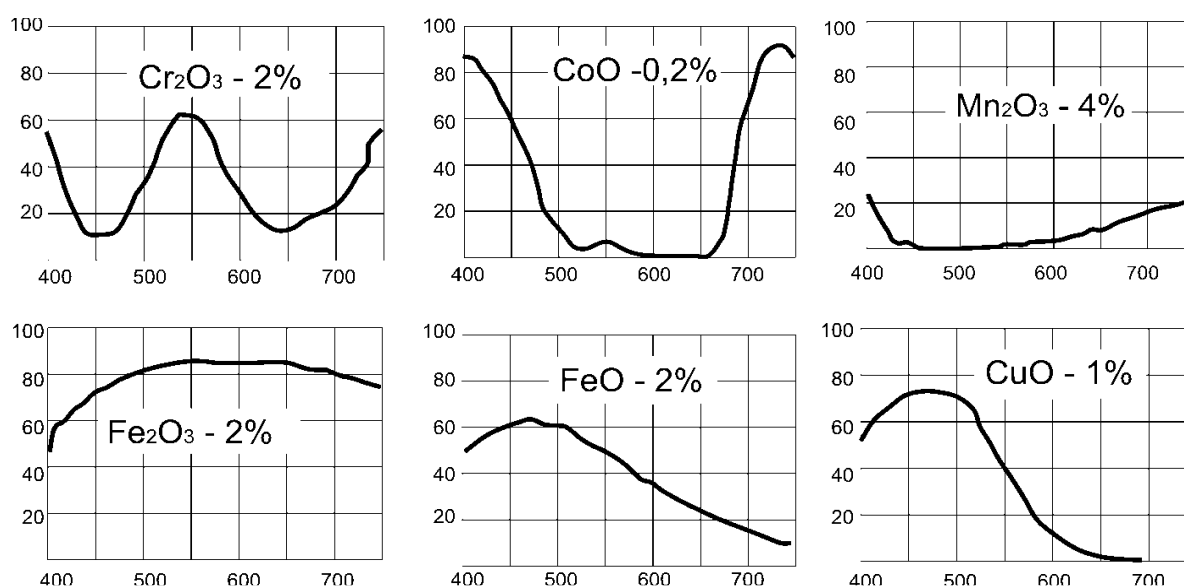


Рис. 14.Спектри пропускання деяких іонних барвників

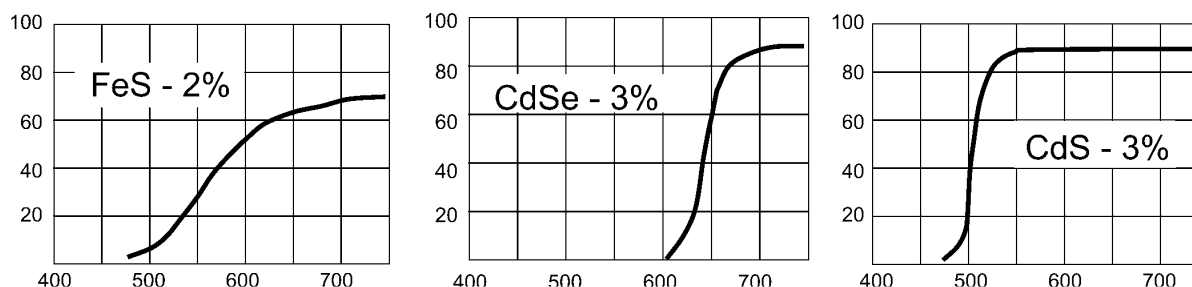


Рис. 15.Спектри пропускання деяких молекулярних барвників

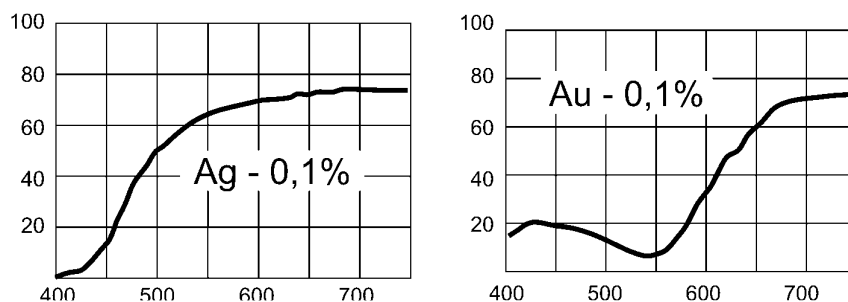


Рис. 16. Спектри пропускання деяких колоїдних барвників

Іншою характеристикою є оптична щільність  $D$ .

$$D = -\lg T = -\lg \frac{I}{I_0}$$

Коефіцієнт пропускання і оптична щільність самі по собі не є характеристикою власне скла, а тільки самого виробу, скляної деталі. Характеристикою самого скла може бути коефіцієнт поглинання  $K$ . Він з'являється в формулюванні закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-KH}$$

Де  $K$  – коефіцієнт поглинання,  $H$  – товщина пластини.

Звідки:

$$K = -\frac{\lg T}{H \cdot \lg e}$$

Коефіцієнт поглинання не залежить від товщини виробу, а тільки від природи барвника і його концентрації.

З чисто фізичної точки зору складне випромінювання цілком визначається його спектральною кривою розподілу енергії.

На підставі дослідних даних встановлено, що для точного визначення кольору необхідно задати три незалежних між собою його характеристики - три координати кольору. Найбільш наочно колір виражається у координатах: довжина хвилі, чистота, яскравість. Система



ця заснована на тому положенні, що усі колірні відчуття можна одержати, змішуючи монохроматичне випромінювання з більшою або меншою кількістю білого світла. У цій системі координати мають таке визначення.

*Довжина хвилі кольору або колірний тон* - зазначає довжину хвилі монохроматичного випромінювання, що у суміші з білим випромінюванням дає колір, який не відрізняється від даного.

Існує, проте, й виняток - пурпурні кольори, відсутні в спектрі, але відчуються оком. Їх одержують, змішуючи крайні кольори спектра - червоні з фіолетовими, або з білого - шляхом ослаблення середньої частини спектра, залишаючи крайні частини його незмінними. Через відсутність у спектрі пурпурних кольорів їх позначають довжиною хвилі того спектрального кольору, який необхідно послабити в білому світлі, щоб одержати даний пурпурний, при цьому над числом, що позначає довжину хвилі, ставиться штрих, наприклад,  $\lambda - 550'$  нм. Таким чином, дане позначення показує у якому спектральному кольору даний пурпурний колір є додатковим, тобто доповнює його до білого.

*Чистота кольору* -  $P$  показує яскравість монохроматичного кольору відносно загальної яскравості даного випромінювання, тобто

$$P = \frac{B_{\lambda}}{B_0 + B_{\lambda}},$$

де  $B_{\lambda}$  - яскравість монохроматичного випромінювання,

$B_0$  - яскравість білого випромінювання, яким розбавлений монохроматичний. Чисті спектральні кольори мають чистоту, що дорівнює одиниці ( $P=1$ ). Чистота білого, сірого (ахроматичного) світла дорівнює нулю ( $P=0$ ).

*Яскравість* —  $V$  є кількісною характеристикою кольору. Яскравість кольору даного тіла залежить від інтенсивності освітлення. Кольори, що відрізняються тільки за яскравістю, викликають у нас цілком різноманітні відчуття. Наприклад, кольори жовтий і коричневий можуть мати однакову довжину хвилі кольору і чистоту, відрізняючись лише яскравістю. Кольори білий, сірий і чорний відрізняються також тільки за яскравістю. Для характеристики кольору самого тіла, незалежно від інтенсивності освітлення, у якості третьої координати (яскравість) для прозорих тіл беруть коефіцієнт пропускання  $\tau$ , а для непрозорих - коефіцієнт відбиття. Для визначення перших двох координат колірності використовується діаграма, наведена на рис. 17.

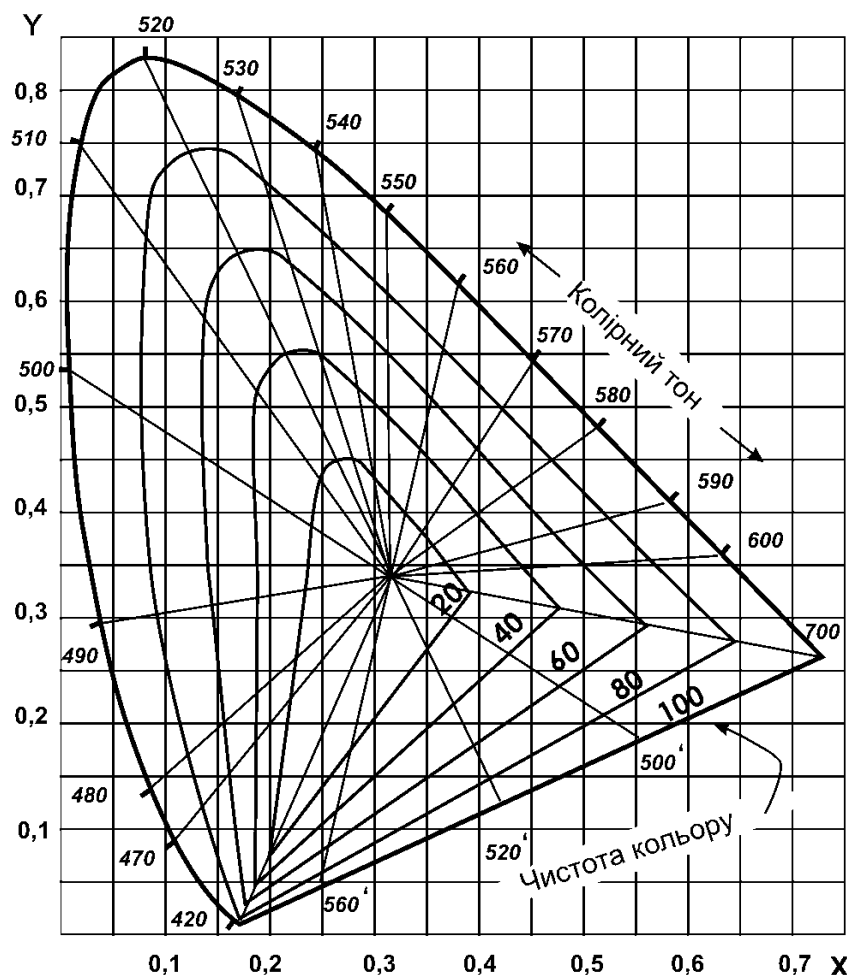


Рис. 17. Діаграма кольоровості

## Прилади, установки, дослідні зразки

Принцип дії й схеми спектрофотометра. Спектральні характеристики стекол досліджуються на спектрофотометрах.

В основу роботи спектрофотометра СФ-46 покладений принцип виміру відношення двох світлових потоків: потоку, що пройшов через досліджуваний зразок, і потоку, що падає на досліджуваний зразок. Структурна схема спектрофотометра представлена на рис. 18. Світловий потік з освітлювача надходить в монохроматор через вхідну щілину й розкладається дифракційною решіткою в спектр. У монохроматичний потік випромінювання, що виходить із вихідної щілини в кювет не відділення, по черзі вводиться або виводиться досліджуваний зразок. Випромінювання, що пройшло без зразка або через зразок, попадає на катод фотоелемента в приймально-підсилювальному блоці. Електричні сигнали на фотоелементі пропорційні цим потокам випромінювання.

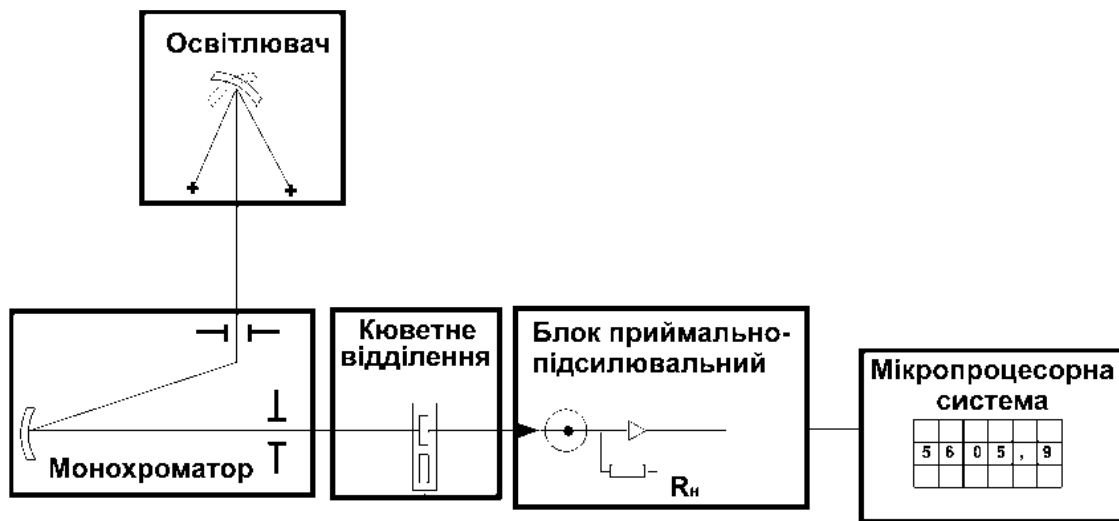


Рис. 18. Структурна схема спектрофотометра

Мікропроцесорна система запам'ятовує ці обидва електричні сигнали і розраховує коефіцієнт пропускання досліджуваного зразка. Значення

обмірюваної величини висвітлюється на цифровому фотометричному табло.

Для забезпечення роботи спектрофотометра в широкому діапазоні спектра використовуються два фотоелементи й два джерела випромінювання. Сурм'яно-цезієвий фотоелемент із вікном з кварцового скла застосовується для вимірів в області спектра від 186 до 700 нм, киснево-цезієвий фотоелемент - для вимірів в області спектра від 600 до 1100 нм. Дейтерієва лампа призначається для роботи в області спектра від 190 до 350 нм, лампа розжарювання - для роботи в області спектра від 340 до 1100 нм.

Призначення органів керування й індикації показано на рис. 19.

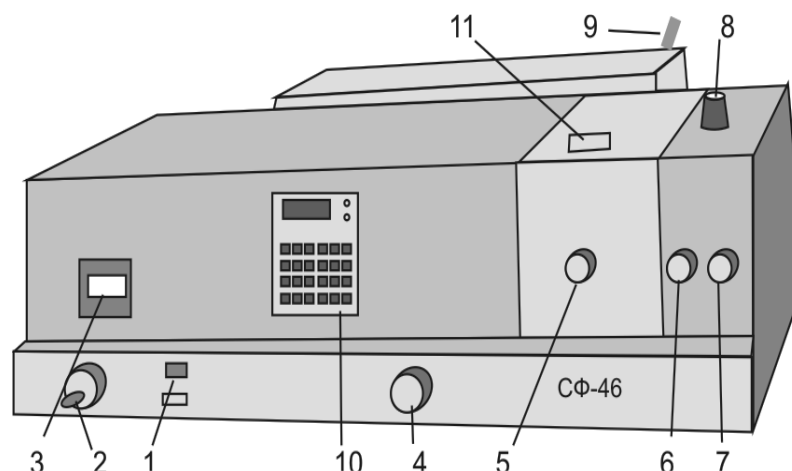


Рис. 19. Органи керування та індикації спектрофотометра

Кнопка МЕРЕЖА (1) служить для вмикання й вимикання спектрофотометра, розташована над нею індикаторна лампа сигналізує про його стан.

Рукоятка (2) призначена для установки необхідних довжин хвиль, значення яких знімається по відліковому пристрою (3).

Перемикач (4) служить для вибору щілин, які необхідно міняти по спектральному діапазону. Значення спектральної ширини щілин у нанометрах вигравірувано на передній панелі спектрофотометра.

Рукоятка (5) служить для вводу й виводу зі світлового пучка дослідного зразка.

Рукоятка (6) призначена для відкривання шторки (положення ВІДКР) і закривання її (положення ЗАКР).

Рукояткою (7) провадиться компенсація темного струму фотоелементів при установці рукоятки (6) у положення ЗАКР.

Рукоятка (8) призначена для зміни фотоелемента, а важелем (9) провадиться перемикання джерел випромінювання.

Клавіатура МПС (10) призначена для керування системою й ручним вводом даних.

Клавіша ПУСК служить для вмикання МПС, про що сигналізує кома, що висвітлюється на табло.

При натисканні клавіш «Ш (0)» і «К (1)» визначаються вихідні напруги при неосвітленому фотоелементі («Ш (0)») і при світловому потоці, що пройшов через контрольний зразок («К (1)»). Значення вихідних напруг висвітлюється на фотометричному табло у вольтах.

При натисканні клавіш «τ (2)» відбувається обчислення й висвітлення на фотометричному табло коефіцієнта пропускання у відсотках.

Клавіша «Ц/Р» служить для переведення МПС із разового режиму в циклічний і навпаки, про що сигналізує палаючий індикатор «Р» (разовий) або «Ц» (циклічний).

При натисканні клавіші в лівій частині фотометричного табло висвітлюється символ, що відповідає режиму роботи МПС.

### Увімкнення спектрофотометра.

1. Закрити фотоелемент, поставивши рукоятку (6) (рис.6) шторки в положення ЗАКР, і рукояткою (4) встановити ширину щілини 0,15 нм.
2. Натиснути кнопку «МЕРЕЖА», після чого повинна загорітися сигнальна лампа «МЕРЕЖА», і натиснути клавішу «ПУСК» на клавіатурі МПС, після чого повинна висвітитися кома на табло МПС.
3. При установці важеля (9) у положення «Н» лампа розжарювання загоряється відразу після натискання кнопки «МЕРЕЖА», при установці важеля (9) у положення «D» дейтерієва лампа загоряється автоматично після хвилинного прогріву.
4. Стабільна робота спектрофотометра забезпечується через півгодини після його увімкнення.
5. Вимикання спектрофотометра здійснюється натисканням кнопки «МЕРЕЖА».

### Підготовка до роботи

1. Увімкніть спектрофотометр, як зазначено вище.
2. Установіть у тримач кюветного відділення (11) досліджуваний зразок скла.
3. Установіть початкову довжину хвилі (380 нм), обертаючи рукоятку довжин хвиль (2).
4. Установіть важелем (9) у робоче положення джерело випромінювання (позиція Н) і рукояткою (8) фотоелемент (позиція Ф), що відповідає початковому (короткохвильовому) спектральному діапазону виміру.

### Початковий і поточний контроль функціонування установки

1. Установіть рукоятку (6) у положення «ЗАКР». Натисніть клавішу «Ш (0)», при цьому на фотометричному табло висвітиться значення сигналу у вольтах, пропорційне значенню темного струму фотоелемента.

Установіть рукояткою (7) на фотометричному табло числове значення в діапазоні від 0,05 до 0,1. Показання табло знімайте, натискаючи клавішу «Ш (0)» до появи показання, що відрізняється від попереднього не більше ніж на 0,001. Останнє показання заноситься у пам'ять МПС і залишається там до наступного натискання клавіші «Ш (0)».

2. Вилучіть на шляху потоку випромінювання контрольний зразок, переміщаючи каретку рукояткою (5). Установіть рукоятку (6) перемикачів шторки в положення ОТКР. Натисніть клавішу «К (1)» і зніміть показання з фотометричного табло. Ліворуч на табло висвітлюється індекс «1». Це показання повинне бути в межах 0,5—5,0. При показанні менше 0,5 варто збільшити ширину щілини. При показанні більше 5,0 на табло висвітлюється індекс «П». У цьому випадку варто зменшити ширину щілини й натискати клавішу «К (1)» кілька разів до появи показання, що відрізняється від попереднього не більше ніж на 0,001.

### **Експериментальна частина**

1. Установіть за допомогою рукоятки (2) чергове задане значення довжини хвилі (380, 390, ....740, 750 нм).

2. Усуньте зі шляхи потоку випромінювання досліджуваний зразок, переміщаючи каретку рукояткою 5.

3. Натисніть на фотометричному табло клавішу «К (1)». (При показанні, що виходить за межі 0,5- 5,0 діяти відповідно до пункту 2 розділу "Початковий і поточний контроль функціонування установки").

4. Натисніть клавішу «т (2)», при цьому на фотометричному табло повинне з'явитися показання  $100,0 \pm 0,1$ , а ліворуч індекс «2». Якщо показання має інше значення, необхідно ще раз ввести значення сигналу порівняння, нажавши клавішу «К (1)».

5. Введіть у шлях потоку випромінювання досліджуваний зразок, переміщаючи каретку рукояткою 5.

6. Натисніть клавішу «т (2)», при цьому на фотометричному табло повинне з'явитися показання пропускання у %.

Пункти (1- 6) повторюються для кожного значення довжини хвилі. Не забувати, що при роботі в області спектра 190—(620÷670) нм рукоятка (8) перемикає фотоелементи перебуває в положення «Ф», а при роботі в області спектра (620÷670) — 1100 нм — у положення «К». Перехід на новий фотоелемент може бути зроблений у діапазоні (620÷670) нм. При цьому обов'язкова процедура по пункту 1 розділу «Початковий і поточний контроль функціонування установки».

#### Обробка результатів експерименту

1. Отримані дані по пропусканню  $T$  (в%) для кожної довжини хвилі заносяться в таблицю 1 (стовпчик 2).

2. У колонках 3,4,5 записуються табульовані значення коефіцієнтів  $K_X$ ,  $K_Y$ ,  $K_Z$ , для досліджуваних довжин хвиль і для джерела світла з колірною температурою 4870К. (табл.4)

3. У колонках 6,7,8 записуються значення спектральних компонентів, що розраховуються відповідно по формулах:

$$X_i = \frac{T \cdot K_X}{100} \quad Y_i = \frac{T \cdot K_Y}{100} \quad Z_i = \frac{T \cdot K_Z}{100}$$

4. У колонку 9 записуються значення оптичної щільності, що розраховуються по формулі:

$$D = -\lg\left(\frac{T}{100}\right)$$

5. У колонку 10 записуються значення коефіцієнта поглинання, що розраховуються по формулі:

$$K = \frac{D}{H \cdot \lg(e)}$$



де  $H$  - товщина зразка,  $e$  - основа натуральних логарифмів.

6. Підсумовуючи значення  $X_i, Y_i, Z_i$ , одержуємо величини  $X', Y', Z'$ :

$$X' = \sum X_i, \quad Y' = \sum Y_i, \quad Z' = \sum Z_i$$

7. Розраховуємо координати кольору  $X, Y, Z$  по формулах:

$$X = \frac{X'}{X'+Y'+Z'}, \quad Y = \frac{Y'}{X'+Y'+Z'}, \quad Z = \frac{Z'}{X'+Y'+Z'}$$

8. По отриманим експериментальним (стовпчик 2) і розрахунковим значенням (стовпчика 9, 10) будуються графіки залежності коефіцієнта пропускання, оптичної щільності й коефіцієнта поглинання від довжини хвилі.

9. За даними, отриманими в пункті 7 позначаємо точку координати кольору на рис. 12. Даємо загальну оцінку кольору, визначаємо колірний тон, чистоту кольору.

Таблиця 3. Результати обробки експериментальних даних.

Довжина хвилі $\lambda$ , нм	Пропускання $T, \%$	$K_x$	$K_y$	$K_z$	$X_i$	$Y_i$	$Z_i$	Оптична щільність, $D$	Коеф. поглинання $K, \text{см}^{-1}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
380									
750									

Таблиця 4. Табульовані значення коефіцієнтів  $K_x$ ,  $K_y$ ,  $K_z$ 

$\lambda$	$K_x$	$K_y$	$K_z$	$\lambda$	$K_x$	$K_y$	$K_z$
0,380	0,003	-	0,014	0,570	7,472	9,334	0,021
0,390	0,013	-	0,060	0,580	8,843	8,396	0,016
0,400	0,056	0,002	0,268	0,590	9,728	7,176	0,010
0,410	0,217	0,006	1,033	0,600	9,948	5,909	0,007
0,420	0,812	0,024	3,899	0,610	9,436	4,734	0,003
0,430	1,983	0,081	9,678	0,620	8,140	3,630	0,002
0,440	2,689	0,178	13,489	0,630	6,200	2,558	-
0,450	2,744	0,310	14,462	0,640	4,374	1,709	-
0,460	2,454	0,506	14,085	0,650	2,815	1,062	-
0,470	1,718	0,800	11,319	0,660	1,655	0,612	-
0,480	0,870	1,265	7,396	0,670	0,876	0,321	-
0,490	0,295	1,918	4,290	0,680	0,465	0,169	-
0,500	0,044	2,908	2,449	0,690	0,220	0,080	-
0,510	0,081	4,360	1,371	0,700	0,108	0,039	-
0,520	0,541	5,072	0,669	0,710	0,053	0,019	-
0,530	1,458	7,594	0,372	0,720	0,026	0,009	-
0,540	2,689	8,834	0,188	0,730	0,012	0,004	-
0,550	4,183	9,603	0,084	0,740	0,006	0,002	-
0,560	5,840	9,773	0,038	0,750	0,002	0,001	-

### Питання для самоконтролю

1. Які барвники надають склу жовто-червоні кольори?
2. Що може забарвлювати скло у кольори, які відносяться до категорії пурпурних?
3. Що таке ахроматизм, ахроматична точка?
4. Який діапазон довжин хвиль припадає на спектр видимого світла?
5. Чому в спектрофотометрі використовуються два джерела світла і два фотоелемента?
6. Навіщо іноді треба змінювати ширину щілини на шляху потоку випромінювання?

7. Яка розмірність кожної з трьох характеристик: коефіцієнта пропускання, оптичної щільності і коефіцієнта поглинання?
8. В чому полягають переваги і недоліки у використанні трьох вищеназваних характеристик?
9. Кожна конкретна спектральна крива пропускання однозначно визначає координати колірному тону і чистоти кольору. А чи можуть бути отримані ті ж самі координати на основі кривих, що мають інший хід?
10. Як, за допомогою діаграми кольоровості, можна спрогнозувати дії для придушення небажаного забарвлення (фізичне знебарвлення)?

### **Лабораторна робота № 7**

**Тема:** Термоградієнтний аналіз (полі термія) стекол.

**Мета роботи:** закріпити вивчений теоретичний матеріал та навчитися визначати кристалізаційну здатність стекол.

#### **Теоретичні відомості**

Скло – нерівноважна субстанція. При певних температурах воно може зазнавати фазові перетворення: кристалізацію або ліквідацію. В обох випадках скло втрачає прозорість – зазнає глушіння.

Перетворення скловидної речовини в кристалічну називають кристалізацією. В технології скляних виробів цей процес є дуже небажаним. По-перше, скло втрачає свою прозорість, по-друге, на гранях кристалічних новоутворювань, завдяки різниці ТКЛР кристалів і залишкової скловидної фази, при охолодженні утворюються значні механічні напруження, що послаблює скло. Кристали є концентраторами таких залишкових напружень. Тому у звичайному традиційному склоробстві намагаються уникнути кристалізації. А така спонтанна кристалізація зветься – розсклуванням, заруханням або девітрифікацією.

Натомість, в технології ситалів кристалізація є бажаним процесом. Вона вже не має бути спонтанною, випадковою, а керованою, ініційованою, каталізованою.

Дослідження скла на кристалізаційну здатність є доцільними як у традиційному склоробстві, так в технології ситалів. У першому випадку - заради мінімізації імовірності небажаної кристалізації, у другому – для стимуляції кристалізації.

Для кожного конкретного складу скла перебіг процесів кристалізації визначається термодинамічними факторами, тобто часом перебування при тій чи іншій температурі, або швидкістю проходження певних температурних інтервалів, інакше кажучи, - термічною історією.

Процес кристалізації скла може відбуватися в так званій, температурній області переохолодження (нижче температури ліквідусу). Переохолоджений стан, за Тамманом, характеризується двома показниками: числом центрів кристалізації (ЧЦК), що утворюються в одиниці об'єму в одиницю часу, і лінійною швидкістю кристалізації (ЛШК), що представляє собою відношення лінійного росту кристалів до часу (рис. 20). Як правило, температурний максимум ЛШК не збігається з максимумом ЧЦК і спостерігається при більш високих температурах.

Відомо, що залежно від характеру взаємного розташування кривих ЧЦК і ЛШК переохолоджений розплав може перейти або до склоподібного стану, або частково або повністю закристилізуватися. Взаємним розташуванням кривих ЧЦК і ЛШК визначається також структура закристизованих стекол.

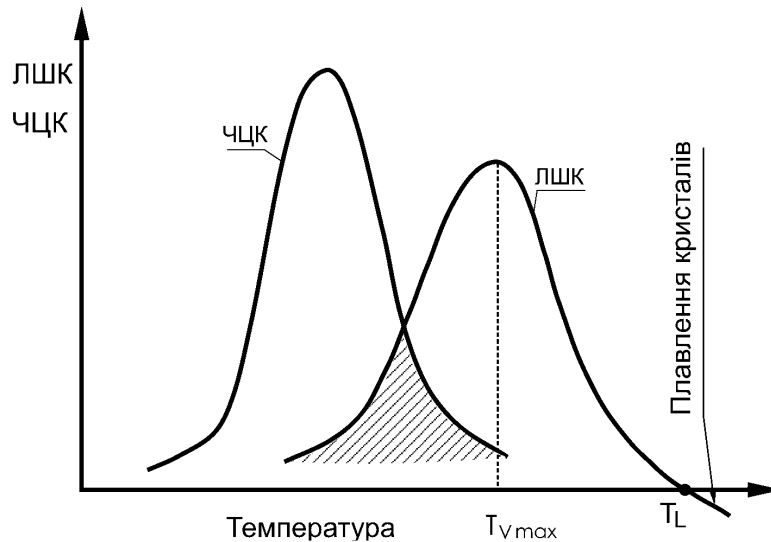


Рис.20. Кінетика кристалізації за Тамманом

На практиці суттєвими є значення температур, що охоплюють інтервал кристалізації: температури верхньої і нижньої меж кристалізації. Температура верхньої межі кристалізації - це температура, при якій можуть з'являтися перші кристали в скломасі. На рис.15 – це точка  $T_L$  (температура ліквідусу). Температура нижньої межі кристалізації – це температура, при якій в'язкість скла настільки значна, а дифузійні процеси настільки загальмовані, що подальше зростання центрів кристалізації і перетворення їх у реальні кристали стає неможливим. Ця температура не бути визначена тільки орієнтовно.

Аналізуючи хід кривих рис.20, можна стверджувати, що в міру охолодження розплавленого скла імовірність кристалізації теоретично починається від точки  $T_L$ . При подальшому охолодженні критичною точкою постає  $T_{Vmax}$ . Саме при цій температурі спостерігається максимальна швидкість росту кристалів (ЛШК). Але ризик спонтанної кристалізації мінімальний, оскільки в скломасі ще відсутні центри (зародки) кристалізації. В традиційному склоробстві виріб завжди

проходить інтервал, в якому може бути значною швидкість утворення центрів кристалізації (ЧЦК). Але вони є утворенням субмікроскопічного розміру. Вони не спотворюють загальну гомогенність системи. Ця обставина є сприятливою для звичайного склоробства. Імовірно небажаної спонтанної кристалізації не можна знехтувати в температурному інтервалі, де значення обох швидкостей (ЧЦК, ЛШК) суттєві і їх зони перекривають одна одну (заштрихована область).

В технології ситалів, де кристалізація є бажаною, виріб після формування швидко охолоджують до температури, при якій спостерігається максимум (ЧЦК). Дається витримка для утворення великої кількості центрів майбутніх кристалів. Потім виріб нагрівається до  $T_{Vmax}$ , і також дається витримка. В цьому разі зародки ростуть, і отримується ситал бажаної структури.

Отже, інформація, яку надає діаграма рис. 21 може бути вкрай корисною для технології як скла, так і ситалів. Але її отримання пов'язане з високотемпературною мікроскопією.

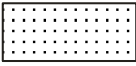

Кристалізаційну здатність стекол можна визначати і іншими спрощеними методами. Один з них є політермічний метод. Він ще має назву метода стабільного падіння температур, або метод градієнтної кристалізації.

### **Прилади, устаткування, дослідні зразки**

Суть методу. Метод полягає в тому, що зразки скла розміщують по довжині градієнтної печі, температура в якій рівномірно лінійно збільшується від завантажувального отвору в глиб печі. Контроль розподілу температур по довжині печі здійснюють кількома термопарами, стаціонарно встановлених в певних точках печі по її довжині. Піддослідні стекла витримують заданий час (від 0,5 до 1,5 год) у певному інтервалі температур, який охоплює весь температурний інтервал можливої

кристалізації. Після витримки зразки швидко вилучають з печі. За отриманим графіком залежності температури від довжини печі відзначають розподіл температур по довжині досліджуваних зразків. На поперечних зрізах (зламах) зразків скла вивчають вплив термообробки на кристалізаційну здатність стекол для різних температур досліджуваного інтервалу. Вивчення проводять як візуально, так і під мікроскопом. Розшифровку кристалічних фаз проводять за допомогою рентгеноструктурного аналізу.

Таблиця 5- Якісна оцінка ступеня кристалізації

№	Характеристика кристалізації стекол	Умовне позначення ступеня фазового перетворення
1	Відсутність ознак кристалізації	
2	Опалесценція (кристали колоїдних розмірів)	
3	Поверхнева кристалізація у вигляді плівки	
4	Поверхнева кристалізація у вигляді кірки	
5	Розповсюдження кристалізації по об'єму.	
6	Умовно повна кристалізація (ситалоподібна структура)	
7	Плавлення скла без ознак кристалізації	

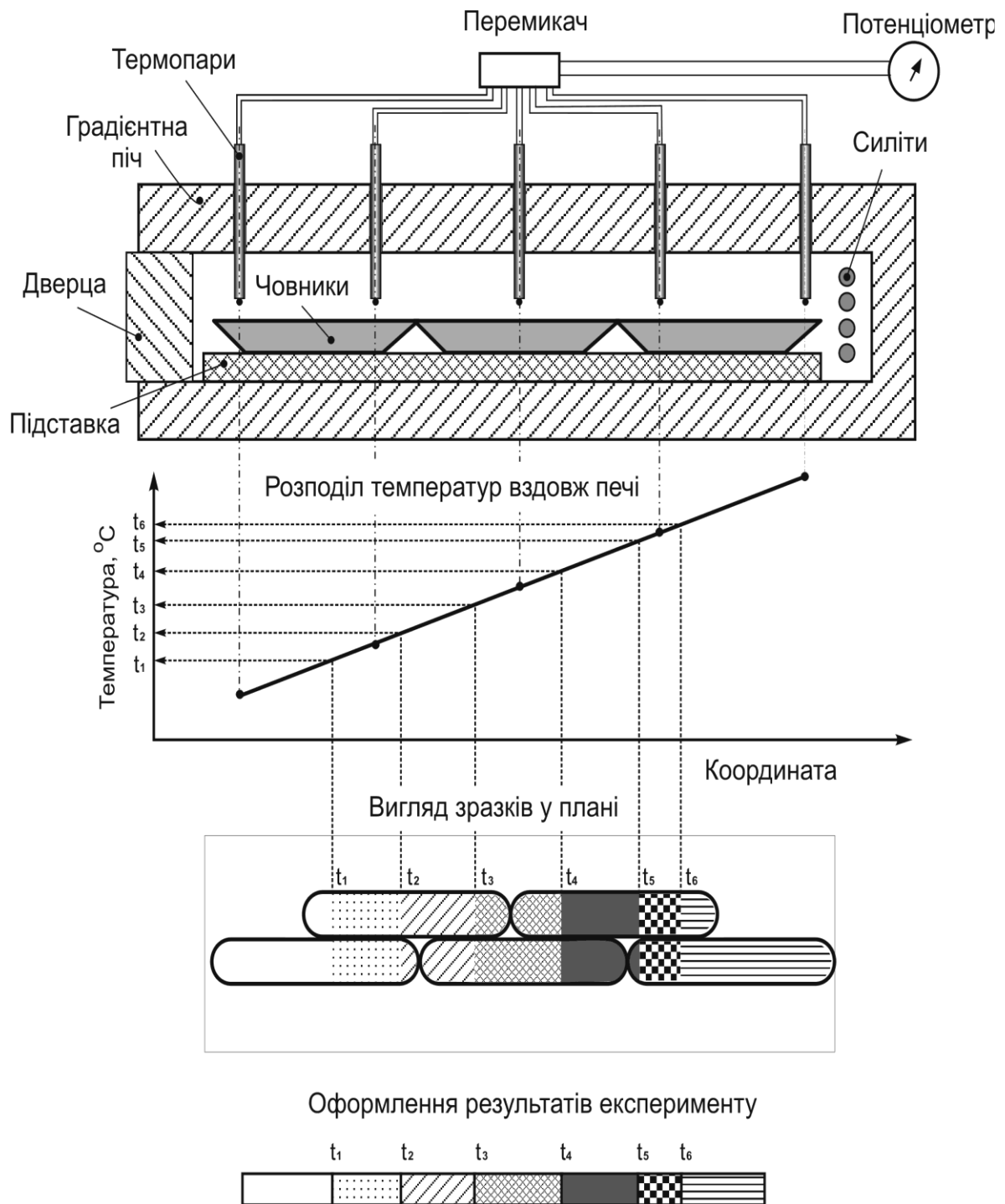


Рис. 21. Схема проведення і обробки результатів експерименту



Якісну оцінку ступеня кристалізації стекел звичайно надають за наступною шкалою (табл.5). Результати досліджень надаються у вигляді отриманого температурного графіка (рис. 21), поєднаного з діаграмою з умовними позначками (табл.5). Результати спостережень записують у табл.6.

Таблиця 6 – Обробка результатів експерименту

№ ділянки	Інтервал температур	Якісна оцінка ступеня кристалізації
1	$< t_1$	Відсутність ознак кристалізації
2	$t_1 \div t_2$	Опалесценція (кристали колоїдних розмірів)
3	$t_2 \div t_3$	Поверхнева кристалізація у вигляді поверхневої тонкої плівки
4	$t_3 \div t_4$	Поверхнева кристалізація у вигляді поверхневої кірки
5	$t_4 \div t_5$	Умовно повна кристалізація (ситалоподібна структура)
6	$t_5 \div t_6$	Розповсюдження кристалізації по об'єму
7	$> t_6$	Плавлення скла без ознак кристалізації

### Експериментальна частина

1. Вмикаємо градієнтну піч. За допомогою ЛАТРу підбираємо таку напругу, що подається на силітові нагрівачі, щоб температури між крайніми термопарами повністю перекривали температурний діапазон, в якому очікуються фазові перетворення. Для цього періодично (один раз на 10 хв) контролюємо розподіл і стабілізацію температур по довжині печі за допомогою термопар, пропущених через склепіння печі. Контроль проводимо потенціометром, підключеним до термопар через перемикач. З плином часу в печі має встановитися стаціонарний режим, про що свідчитиме стабільність показань усіх п'яти термопар у часі.

При цьому можливе кількаразове корегування напруги живлення силітів. Якщо температурний інтервал, що встановлюється самочинно не

відповідаю бажаному, то можна його скорегувати наступним чином: підвищити температуру 5-ї термопарі можна, збільшуючи напругу на силіти; зменшити температуру на 1-й термопарі можна відкриваючи потроху дверці печі.

2. Поки піч виходить на заданий режим, на що потрібно до 2-х годин, готуємо дослідні зразки. Ці зразки можуть бути представлені у двох варіантах. Це може бути скло маса, попередньо зварена або розплавлена. Це може бути скло у вигляді уламків.

Зразки скла поміщаємо або в фарфорові човники, як це показано на рис. 2, або у повздовжні канавки спеціально виготовленої підкладки з керамічної маси. Човники або канавки заповнюємо уламками скла, або розплавом скла.

3. Човники або кераміку зі склом поміщаємо на підставку (рис. 2). Човники мають встановлюватися принаймні у два ряди, щоб не було «мертвих» зон. Підставку зі зразками попередньо підігріваємо в окремій муфельній печі до температури, що приблизно відповідає середній температурі в градієнтній печі.

4. Підставку з підігрітими зразками скла переносимо в градієнтну піч. Попередній її підігрів виключить можливість термоудару і розтріскування кераміки або скла. Відкривання градієнтної печі і внесення зразків призведе до декотрого спотворення стаціонарного температурного поля в печі. Але відносно швидко температурне поле в градієнтній печі знову стабілізується (контроль повторюємо як у п.1)

5. Після стабілізації температур даємо витримку із заданим терміном у часі.

6. Вилучаємо зразки і здійснюємо їх візуальний аналіз, як це зазначено вище

## **Питання для самоконтролю**

1. Які фазові перетворення можуть самочинно відбуватися у склі?
2. Що є рушійною силою спонтанних фазових перетворень?
3. Які види кристалізації можуть відбуватися у склі? В яких випадках вони шкідливі або корисні?
4. Які термодинамічні параметри обумовлюють ту або іншу імовірність спонтанної кристалізації?
5. Чому самочинна кристалізація є вадом у звичайному склоробстві?
6. Чому розглянутий метод дослідження кристалізаційної здатності має назву «політермічний» або «градієнтний»?
7. Яким чином в градієнтній печі встановлюється лінійний розподіл температур?
8. Які градації ступеню фазових перетворень можуть бути прийняті до уваги при візуальному аналізі ступеню кристалізації скла?
9. Чому в технології ситалів виробу витримують при двох температурах? Які є ці температури? Яку корисну інформацію щодо їх значень можуть надати результати полі термічних досліджень?
10. Що таке «термічна історія» скла. ? В яких технологіях (окрім ситалової) вона має прийматися до уваги?

## **Лабораторна робота № 8**

**Тема: Визначення температури відпалу**

**Мета роботи:** Визначити температуру, при якій зникають напруження, що виникли в склі при різкому охолодженні, для того щоб рекомендувати цю температуру як технологічний параметр відпалу скла.

### **Теоретичні відомості**

Напруження у склі. При швидкому охолодженні скла від температур вище температури початку розм'якшення скла в результаті нерівномірного

охолодження зовнішнього й внутрішнього шарів скла в ньому виникають внутрішні напруження.

Зовнішній шар, охолоджуючись швидше, твердіє раніше внутрішнього, котрий твердіє під уже міцною й твердою поверхневою кіркою, що створює стискальне зусилля в зовнішньому шарі. Внутрішній шар, навпаки, зазнає розтяжне зусилля. Виникаючі напруження створюють у склі явища подвійного променезаломлення. Якщо через таке скло пропустити поляризований промінь, то він розпадається на дві складові, причому один промінь поширюється у склі повільніше, ніж інший. Таке уповільнення називається різницею ходу. У полярископі (аналізаторі) обидва промені зводяться в одну площину, відбувається явище інтерференції: в аналізаторі видна складна кольорова картина, що залежить від значення подвійного заломлення (значення внутрішніх напружень).

Внутрішні напруження можуть бути настільки значними, що невелике зовнішнє зусилля призведе до розтріскування скла або виробу руйнуються самочинно.

Залишкові внутрішні напруження в скловиробах внаслідок їх надмірно великої величини й нерівномірного розподілу шкідливі, тому їх потрібно усунути або в значній мірі зменшити. Через те, що виникнення залишкових внутрішніх напружень пов'язане із пластичними деформаціями, що відбуваються в процесі швидкого охолодження, видалити напруження можна шляхом нагрівання виробів до температури, при якій починаються пластичні деформації.

Термічна обробка скла, метою якої є усунення залишкових напружень, називається відпалом. Температура, при якій внутрішні напруження повинні зникнути майже миттєво, є  $t_g$ , отже, фіксуючи температуру, при нагріванні до якої подвійне променезаломлюваність скла

зникне (зникне кольорова картина в аналізаторі), можна досить точно визначити  $t_g$  скла.

### Прилади, устаткування та дослідні зразки

Температуру зникнення напруги в склі визначають за допомогою установки, яка зветься полярископом (ПКС) і зображеної на рис.22.

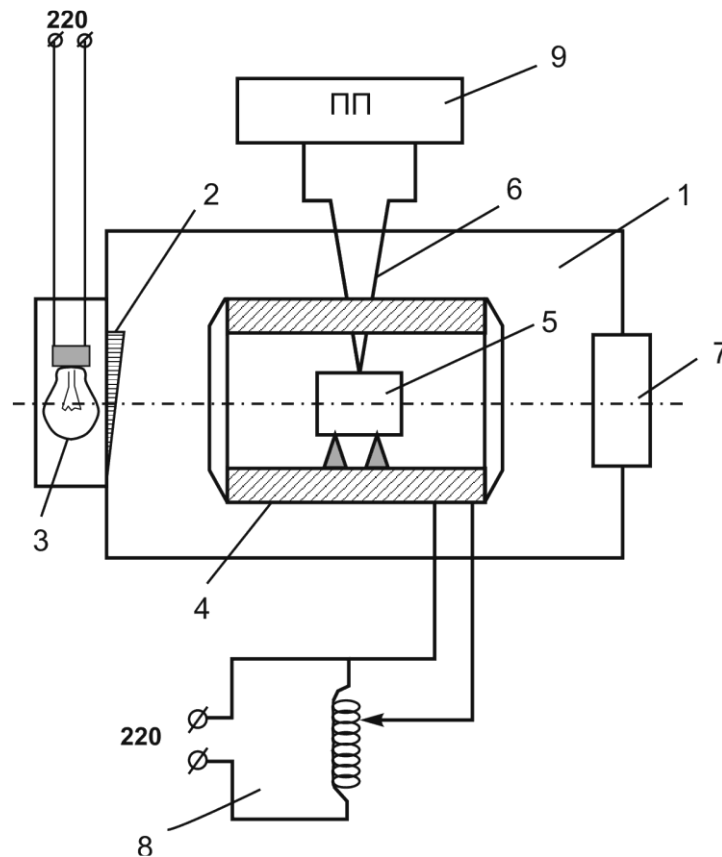


Рис. 22. Схема установки для визначення температура зникнення напруг у склі

На полярископі ПКС 1 встановлена трубчаста електрична піч 4, усередині якої перебуває зразок скла 5, що має внутрішні напруження. У поверхні зразка перебуває спай термопар 6, з'єднаної з потенціометром 9, Промінь світла від лампочки розжарювання 3 проходить через поляризатор 2. Поляризований промінь падає на досліджуваний зразок і, пройшовши

через нього, попадає в збірну лінзу 7, що служить аналізатором. Нагрівання печі здійснюється за допомогою ЛАТРа 8.

### **Експериментальна частина**

1. Встановити зразок скла на підставку в піч.
2. Включити полярископ і переконатися в наявності в склі внутрішніх напружень (спостерігається кольорова картина).
3. Включити піч й за допомогою ЛАТРа встановити нагрівання зразка зі швидкістю  $5^{\circ}\text{C}$  на хвилину.
4. Починаючи з  $300^{\circ}\text{C}$ , не виключаючи полярископа, вести спостереження за зміною кольорової картини, зафіксувати температуру, при якій вона зникне, що й указати у висновку.
5. Накреслити графік режиму відпалу в координатах: температура - час.

### **Питання для самоконтролю**

1. Чому у скляному виробі впродовж охолодження після його формування утворюються залишкові механічні напруження?
2. Чому зовнішні шари виробу набувають напружень стиску, а внутрішні – розтягу?
3. Як величина таких напружень буде залежати від швидкості охолодження і габаритів самого виробу?
4. Чому при розгляданні зразка із залишковими напруженнями у поляризованому світлі спостерігається кольорове зображення?
5. Як зветься температура, при якій зникають залишкові напруження у склі?
6. Чому залишкові напруження дуже шкідливі?

### **Перелік посилань та рекомендована література**

1. Пашенко А.А., Мясников А.А., Мясникова Е.А. и др. Физическая химия силикатов. Учебник для вузов. – М.: Высш. шк., 1986.
2. Бережний А.С., Питак Я.М., Пономаренко О.Д., Соболев Н.П. Фізико-хімічні системи тугоплавких неметалічних і силікатних матеріалів. Навчальний посібник. –К.: НМК ВО, 1992.
3. Бобкова Н.М., Силич Л.М., Терещенко И.М. Сборник задач по физической химии силикатов и тугоплавких соединений. Учебное пособие для вузов. – Минск: Университет, 1990.
4. Бабушкин В.Н., Матвеев Г.М., Мчедлов-Петросян О.П. Термодинамика силикатов. – М.: Стройиздат, 1986. – 350 с.
5. Брановицька С.В. Обчислювальна математика та програмування. Обчислювальна математика в хімії і хімічній технології. – К: 2004. – 220 с.
6. Корнілович Б.Ю. Фізична хімія кремнезему і нанодисперсних силікатів: навчальний посібник / Корнілович Б.Ю., Андрієвська О.Р., Племянніков М.М., Спасьонова Л.М.; за редакцією чл.-кор. НАН України Б.Ю. Корніловича. – К.: «Освіта України», 2013. – 178.

### **Додаткова література**

1. Торопов Н.А. и др. Диаграммы состояния силикатных систем. Справочник. Вып. 1. Двойные системы. М.Л. , Наука, 1967; Вып.3, Тройные системы. Л., Наука, 1972.
2. Павлушкин Н.М. Основы технологии ситаллов. М., Стройиздат, 1980.
3. Крупа О.А., Племянніков М.М. Фізико-хімія та діаграми стану силікатних систем (Потрійні системи). Методичні вказівки по вивченню дисципліни «Фізична хімія тугоплавких неметалевих та силікатних матеріалів», 1999.