

材料的软化温度测定

一、实验目的意义

在无机材料的制备过程中，材料的软化温度指标相当重要，掌握该指标就能够指导控制无机材料的制备。无机材料中玻璃的成形是从高温到低温，陶瓷、耐火材料的制作是从低温到高温，三者的制备都需要软化温度指标作参考，由此制定和采用合理的制备工艺及工程技术。

本实验的目的：

了解材料转变温度范围的基本原理。

掌握材料软化温度的测试方法。

二、实验基本原理

材料的耐火度、熔融温度或软化温度都是同一个概念，所不同的是从不同的技术角度、材料制作进行称呼而已。在陶瓷、耐火材料的制作过程中常使用耐火度这一名称，而在玻璃的成形制作过程中则更多地称呼软化温度。

无机材料的转变与特征温度：

玻璃制备涉及熔体与玻璃体(含晶体)的结构转变，陶瓷、耐火材料的制作涉及固体与玻璃体的结构转变。玻璃的转变区域以玻璃液体的粘度值大小进行衡量，转变区域以软化温度(T_f)为上限，转变温度(T_g)为下限。陶瓷、耐火材料的转变区域可以用烧结温度范围进行确定(见烧结温度测定)。

1. 操作点

操作温度范围的上限温度是指适合于成形操作的温度，其粘度值约为 10^{3-4} 泊，操作温度范围的下限温度是指保持形状不出现变化时的温度，其粘度值为 $>10^{4-7}$ 泊。

2. 软化点

将 $\Phi 0.55\sim 0.75\text{mm}\times 255\text{mm}$ 的玻璃纤维以 $4\sim 6^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度进行加热时，其伸长速度达到 $1\text{mm}/\text{min}$ 时的温度，此时的粘度值约为 10^{7-9} 泊。

3. 退火点

将 $\Phi 0.65\times 460\text{mm}$ 的玻璃纤维在 1kg 荷重作用下，以 $4^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度进行冷却时，其伸长速度达到 $0.135\text{mm}/\text{min}$ 时的温度时，此时的粘度值约为 10^{12-13} 泊。在该温度下，材料的应力能够在几分钟内消除。

4. 应变点

将 $\Phi 0.65\times 460\text{mm}$ 的玻璃纤维在 1kg 荷重作用下，以 $4^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度进行冷却时，其伸长速度达到 $0.0043\text{mm}/\text{min}$ 时的温度时，此时的粘度值约为 $10^{14.5}$ 泊。在该温度下，材料的应力能够在几个小时内消除。

5. 转变温度(T_g)

无机材料的熔体从液态向玻璃态(含晶态)转变有一个区域范围,转变区域以软化温度(T_f)为上限,转变温度(T_g)为下限。无机材料的转变温度(T_g)不是固定不变的,它取决于材料成形的冷却速度。在转变区域范围内有一些性能指标会发生突变,如膨胀系数、比热等,这是判断材料成形过程中转变区域的一个方法。一般无机材料的转变温度(T_g)所对应的粘度值约为 10^{13-14} 泊。

6. 熔点(T_m)

无机材料的各种化合物的综合熔点,该熔点涉及各种单一化合物的熔点、材料的化学组成比例以及所形成的晶相。

三、实验仪器及装置

测定材料软化温度的实验仪器装置见图 6.1:

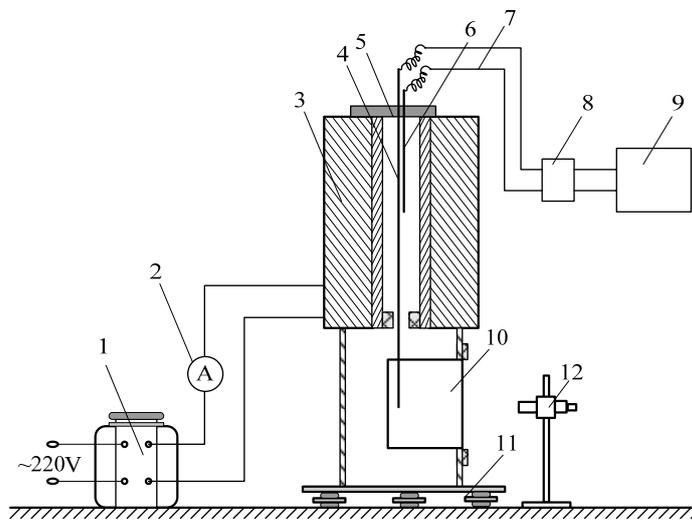


图6.1 软化温度实验装置

测定材料软化温度的实验相关配套仪器为:

(1), (2) 电炉温度控制器; (3) 立式电炉; (4) 玻璃丝棒; (5) 电炉顶盖; (6) 悬挂玻璃丝棒样品的金属片; (7) 测温元件(热电偶)、秒表、显微镜; (8) 温度补偿元件、不锈钢桶、手套等; (9) 电位差计; (10) 状态观察系统; (11) 水平调节系统; (12) 显微镜; (13) 秒表、悬挂支架。

四、实验样品的要求及制备

1. 选择样品(A) 玻璃丝棒。
2. 样品的制作(大小尺寸 Φ 、长度 L 由实验指导教师规定)。
3. 样品的数量(由实验指导教师规定)。
4. 样品的质量检查(气泡、杂质、结石、表面裂纹状况)。
5. 样品的保存(由实验指导教师规定)。

五、实验步骤

1. 检查材料软化温度实验炉与电源控制器的工作状态。
2. 样品(玻璃丝棒)的安置到位。
3. 水平调节系统、状态观察系统(显微镜内样品影像)的调节。
4. 设定升温加热曲线($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)。
5. 启动实验炉电源控制器，加热开始。
6. 观察显微镜内样品影像与记录温度值(影像长度 mm/min)。
7. 当样品影像长度到达软化点附近时样品影像观察与记录温度值的频率增加。
8. 到软化点后实验结束，关闭实验炉电源控制器。

操作注意点：

- 1、操作该仪器设备由于涉及高温必须在实验教师指导下进行，严格执行操作程序，安全防护措施必须到位。
- 2、该实验涉及的样品(玻璃丝棒)为脆性物体，操作时必须小心。

六、实验结果与数据处理

1. 记录设定升温加热曲线($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)，制作图表。
2. 制作样品影像伸长与记录加热温度速度值对应表。

七、实验结果与讨论

1. 为什么要正确设定升温加热曲线？
2. 材料提高或者降低软化点的途径与方法。