ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ΓΟCT P 71639— 2024

КЕРАМИКА ВАКУУМПЛОТНАЯ

Метод определения температурного коэффициента линейного расширения

Издание официальное

Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Российский научно-исследовательский институт «Электронстандарт» (АО «РНИИ «Электронстандарт»)
- 2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 303 «Электронная компонентная база, материалы и оборудование»
- 3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 октября 2024 г. № 1332-ст
 - 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.rst.gov.ru)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КЕРАМИКА ВАКУУМПЛОТНАЯ

Метод определения температурного коэффициента линейного расширения

Vacuum-tight ceramics. Test method for linear thermal expansion coefficient

Дата введения — 2025-03-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вакуумплотную керамику и устанавливает метод определения температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) в интервале температур от 20 °C до 900 °C.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.018 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел от $0.01 \cdot 10^{-6}$ до $100 \cdot 10^{-6}$ К диапазоне температуры от 90 до 3000 К

ГОСТ 2789 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики К⁻¹

ГОСТ 6507 Микрометры. Технические условия

ГОСТ 8711 (МЭК 51-2-84) Приборы аналоговые показывающие электроизмерительные прямого действия и вспомогательные части к ним. Часть 2. Особые требования к амперметрам и вольтметрам

ГОСТ 9696 Индикаторы многооборотные с ценой деления 0,001 и 0,002 мм. Технические условия ГОСТ 10978 Стекло и изделия из него. Метод определения температурного коэффициента линей-

ГОСТ Р 8.704 Государственная система обеспечения единства измерений. Дилатометры рабочие. Методики поверки

ГОСТ Р 70658 Керамика вакуумплотная. Термины и определения

При мечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 70658, а также следующие термины с соответствующими определениями:

- 3.1 **температурный коэффициент линейного расширения**; ТКЛР: Относительное изменение длины образца при изменении его температуры на один градус.
- 3.2 **температурный коэффициент линейного расширения образца** $\alpha_{\Delta t}$, **K**⁻¹: ТКЛР, измеренный для образца в заданном диапазоне температур.

4 Сущность метода

Метод заключается в измерении изменения длины образца, изготовленного из вакуумплотной керамики, при увеличении его температуры.

5 Требования к средствам измерения и вспомогательному оборудованию

- 5.1 Для определения ТКЛР применяют следующие дилатометры: ДКВ-4; ДКВ-4А; ДКВ-2М; ДКС-900; ДКВ-1, ДКВ-2, ДКВ-5А, ДКСД-900 и др., которые должны удовлетворять нижеприведенным требованиям.
- 5.1.1 Для измерения образцов с ТКЛР более $20 \cdot 10^{-7}$ K $^{-1}$ должны обеспечивать допускаемую погрешность удлинения не более $2 \cdot 10^{-5}$, а для измерения образцов с ТКЛР менее или равным $20 \cdot 10^{-7}$ K $^{-1}$ допускаемую погрешность не более $4 \cdot 10^{-6}$ от длины образца.
 - 5.1.2 Измерительное устройство не должно создавать усилие на образец более 3 Н.
- 5.1.3 Приборы и устройства дилатометра, предназначенные для измерения изменения температуры, должны обеспечивать погрешность не более 0,5 °C—1,5 °C в зависимости от измеряемого диапазона температур.
- 5.1.4 Конструкция измерительного устройства дилатометра должна обеспечивать на датчике в процессе проведения измерений одну из температур интервала (20 ± 10) °C, при этом отклонение от установленной температуры не должно быть более ± 3 °C.
- 5.1.5 Градиенты температур в печи дилатометра в зоне расположения образца при скорости нагревания от 1 до 3 °С/мин не должны быть более 0,6 °С/см.
 - 5.1.6 Предельный перепад температуры по длине образца не должен быть более 3 °C.
- 5.1.7 Дилатометры должны быть поверены. Условия поверки указаны в соответствии с приложением А.
- 5.2 При измерении на таких дилатометрах, как ДКВ-1, ДКВ-2, ДКВ-4, ДКВ-4А, ДКВ-5А, ДКВ-2М, или другого соответствующего типа применяют образцы длиной 50 мм.

При измерении на дилатометрах ДКС-900, ДКСД-900 и др. соответствующего типа применяют образцы длиной 10 мм.

- 5.3 В установку с дилатометром ДКВ-1 входят:
- автотрансформатор типа ЛАТР-1М или РНО-250-2;
- амперметр переменного тока типа Э-30 или Э-421 на 3 А или 5 А по ГОСТ 8711;
- индикатор многооборотный с ценой деления 0,001 мм по ГОСТ 9696;
- сосуд Дьюара вместимостью от 0,5 до 1 л с термометром 3-A2.
- 5.4 Для измерения длины образцов применяют микрометр типа МК по ГОСТ 6507.

6 Требования к образцам

6.1 Образцы должны быть круглого сечения диаметром от 3,5 до 4 мм или квадратного сечения 3.5 × 3.5 мм.

Допускаются образцы прямоугольного сечения и трубки площадью сечения от 11,5 до 12,5 мм² при максимальном линейном размере по сечению не более 6 мм, а при испытании по 8.4 — образцы площадью сечения более 12,5 мм² при максимальном линейном размере по сечению не более 10 мм.

- $6.2\,$ Длина образцов $I_{\rm o}$ должна быть не менее 50 мм или не менее 10 мм в зависимости от типа дилатометра.
- 6.3 Параметр шероховатости поверхности *Ra* не должен превышать 1,25 мм в соответствии с ГОСТ 2789.

- 6.4 Допуск параллельности поверхности торцов должен быть в пределах от 0,005 до 0,02 мм в зависимости от длины образца.
 - 6.5 Для испытания отбирают не менее двух образцов.

7 Подготовка к измерениям

- 7.1 Проводят подготовку дилатометра к измерению согласно инструкции, прилагаемой к прибору.
- 7.2 Измеряют длину образцов микрометром с погрешностью ±0,01 мм.
- 7.3 Устанавливают образец в измерительное устройство в соответствии с инструкцией к дилатометру.
- 7.4 Проверяют расположение рабочего конца термометра и устанавливают его на расстоянии 1 мм от поверхности образца в его средней части.
 - 7.5 Помещают свободные концы термометра в сосуд Дьюара при температуре 0 °C.
 - В процессе измерения эту температуру измеряют и поддерживают постоянной.

8 Проведение измерений

- $8.1\,$ Выдерживают образец перед первым измерением при температуре (20 ± 10) °C в печи дилатометра не менее $30\,$ мин.
- 8.2 Проводят измерения на дилатометре в нестационарном или стационарном температурном режиме согласно инструкции к дилатометру.

8.3 Проведение измерений в нестационарном режиме

8.3.1 Устанавливают скорость возрастания температуры в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Интервал температур, °С	Скорость возрастания температуры, °С/мин, не более		
От 20 ± 10 до 100	1		
» 100 » 200	2		
» 200 » 500	3		
Св. 500	4		

8.3.2 Проводят одновременно отсчет термоЭДС и удлинения образца не более чем через 50 °C.

8.4 Проведение измерений в стационарном режиме

8.4.1 Выдерживают образец при температурах в интервале от 20 °C до 300 °C не менее 20 мин, при температурах в интервале свыше 300 °C до 900 °C — не менее 15 мин.

Выдержку проводят через каждые (50 ± 5) °C.

8.4.2 Скорость нагревания между двумя устанавливаемыми температурами должна быть не более 10 °С/мин.

9 Обработка результатов измерений

- 9.1 ТКЛР в установленном интервале: 20—100, 20—200, 20—900 °C или 100—200, 200—300, ..., 800—900 °C.
 - 9.2 Вычисляют ТКЛР в установленном интервале температур $\alpha_{\Lambda t}$, K⁻¹, по 9.1 по формуле

$$\alpha_{\Delta t} = \frac{1}{I_0} \cdot \frac{\Delta I}{\Delta t} + \alpha_{K \Delta t},\tag{1}$$

где I_0 — длина образца при температуре (20 ± 10) °C, мм;

 ΔI — удлинение образца в установленном интервале температур, мм;

ГОСТ Р 71639—2024

- Δt установленный интервал температур, в котором вычисляют ТКЛР, °С;
- $\alpha_{K \; \Delta t}$ ТКЛР плавленого кварца в установленном интервале температур, K⁻¹.
- 9.3 При необходимости определения удлинения при любых требуемых температурах строят график зависимости относительного удлинения образца $\frac{\Delta I}{I_0}$ от температуры t, °C.

Для этого по оси абсцисс откладывают значения температуры в масштабе 1 мм = 2 °C по оси ординат — относительное удлинение образца в масштабе 1 мм = $20 \text{ ммк/м} = 2 \cdot 10^{-5}$.

- 9.4 Пример дилатометрический кривой приведен на рисунке Б.1.
- 9.5 Значения ТКЛР кварцевого стекла (плавленого кварца) в установленных интервалах температур в соответствии с ГОСТ 10978 приведены в таблице В.1.
 - 9.6 Пример записи результатов измерений и расчета ТКЛР приведены в приложении Г.

Приложение А (обязательное)

Поверка дилатометров

- А.1 Поверку дилатометров проводят по ГОСТ 8.018, ГОСТ Р 8.704 и другим документам по поверке данного дилатометра.
- А.2 Поверку дилатометров проводят перед началом эксплуатации после каждых 50 измерений, замены измерительного устройства, термометрического термометра, потенциометра или другого прибора, предназначенного для измерения температуры, после ремонта печи дилатометра.

Приложение Б (справочное)

Дилатометрическая кривая для вакуумплотной керамики марки ВК-94-1 (22 XC)

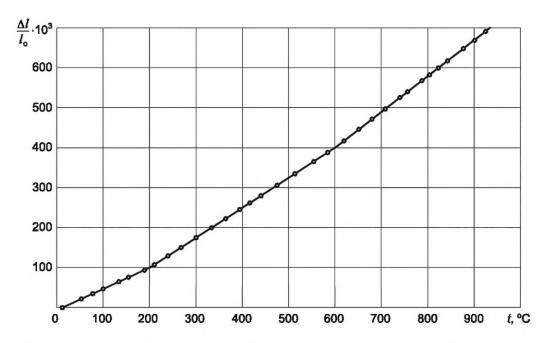


Рисунок Б.1 — Дилатометрическая кривая для вакуумплотной керамики марки ВК-94-1 (22 ХС)

Приложение В (обязательное)

ТКЛР кварцевого стекла по ГОСТ 10978

Таблица В.1

Интервал температур, °С	$\alpha \cdot 10^7$, ТКЛР, К $^{-1}$			
20—100	5,3			
20—200	5,9			
20—300	5,9			
20—400	5,8			
20—500	5,7			
20—600	5,5			
20—700	5,3			
20—800	5,0			
20—900	4,9			
100—200	6,3			
200—300	6,1			
300—400	5,6			
400—500	5,0			
500—600	4,9			
600—700	3,8			
700—800	3,0			
800—900	2,6			

Приложение Г (справочное)

Пример записи результатов измерений и расчета ТКЛР

Г.1 Дата измерений —
Тип дилатометра — ДКВ-1.
Марка материала — вакуумплотная керамика марки ВК 94-1 (22XC)
Длина образца — 50.0 мм.

Таблица Г.1

№ по пор.	Время					Δ/ -	
	ч	мин	<i>U</i> , мВ	t, °C	Δ/, мм	$\frac{\Delta I}{I_0} \cdot 10^5$	Примечание
1	2	3	4	5	6	7	8
1	9	30	0,80	20	0	0	
2		12	2,40	59	9	18	
3	10	34	3,25	80	13	26	
4		55	4,10	100	19	38	
5		20	5,74	140	30	60	
6	11	35	6,76	166	38	76	
7		50	7,90	194	47	94	
8		00	8,73	215	54	108	
9		16	10,08	248	65	130	
10	12	30	11,30	278	76	152	
11		39	12,22	300	83	166	
12		54	13,86	340	98	196	
13		05	15,00	367	108,5	217	
14		17	16,30	398	120	240	
15	- 13	26	17,32	422	129	258	
16		40	18,84	458	143	286	
17		46	19,60	476	150	300	
18		54	20,65	500	159	318	

Окончание таблицы Г.1

№ по пор.	Время			4		Δ/ -	
	ч	мин	<i>U</i> , мВ	t, °C	Δ/, мм	$\frac{\Delta I}{I_0} \cdot 10^5$	Примечание
19	. 14	06	22,26	538	174,5	349	
20		16	23,62	570	188	376	
21		26	25,00	602	201	402	
22		38	26,60	640	218	436	
23		47	27,88	670	231	462	
24		57	29,15	700	244	488	
25		0,8	30,65	736	260	520	
26		13	31,27	751	267	534	
27		22	32,56	782	280	560	
28	15	27	33,32	800	289	578	
29		33	34,12	820	297	594	
30		39	34,95	840	306	612	
31		53	36,40	876	323	646	
32	16	02	37,35	900	335	670	
33		10	38,16	921	345	690	

По данным таблицы построена дилатометрическая кривая (без учета поправки на плавленый кварц) (см. приложение Б).

$$1\,\alpha_{20-200} = \frac{90\cdot 10^{-5}}{180} + 5,9\cdot 10^{-7} = \left(55,0+5,9\right)\cdot 10^{-7} = 60,9\cdot 10^{-7}\,\text{K}^{-1};$$

$$2 \; \alpha_{20-500} = \frac{318 \cdot 10^{-5}}{480} + 5,7 \cdot 10^{-7} = \left(66,2+5,7\right) \cdot 10^{-7} = 71,9 \cdot 10^{-7} \; \text{K}^{-1};$$

$$3 \; \alpha_{20-900} = \frac{670 \cdot 10^{-5}}{880} + 4,9 \cdot 10^{-7} = \left(76,1+4,9\right) \cdot 10^{-7} = 81,0 \cdot 10^{-7} \, \text{K}^{-1}.$$

УДК 666.638:536.413 2 08:006.354

OKC 31.100

Ключевые слова: вакуумплотная керамика, температурный коэффициент линейного расширения, метод определения

Технический редактор В.Н. Прусакова Корректор Р.А. Ментова Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой

Сдано в набор 03.10.2024. Подписано в печать 13.10.2024. Формат $60\times84\%$. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта