

玻璃内应力测定法

内应力系指物件由于外因（受力或湿度、温度变化等）而变形时，在物件内各部分之间会产生相互作用的内力，以抵抗这种外因的作用，当外部载荷消除后，仍残存在物体内部的应力，它是由于材料内部宏观或微观的组织发生了不均匀的体积变化而产生的。如果玻璃容器中残存不均匀的内应力，将会降低玻璃的机械强度，在药品包装的生产、使用及储存中易出现破裂等问题。

通常玻璃为各向同性的均质体材料，当有内应力存在时，它会表现各向异性，产生光的双折射现象。本法使用偏光应力仪测量双折射光程差，并以单位厚度光程差数值来表示产品内应力大小。双折射光程差的测量原理，是由光源发出的白光通过起偏镜后成为直线偏振光，直线偏振光通过有双折射光程差的被测试样和 1/4 波片后，其振动方向将旋转一个角度 θ ，角度 θ 的数值（单位为度）与被测试样的双折射光程差 δ 成正比，其关系式： $\delta = 565 \theta / 180 = 3.14\theta$ ，因此当被测玻璃样品存在内应力时，通过旋转检偏镜可以测得这个角度，即可测得被测试样的双折射光程差 δ 。内应力的测定主要用于药用玻璃容器退火质量的控制。

仪器装置 偏光应力仪应符合的技术要求：在使用偏光元件和保护件进行观察时，光场边沿的亮度不小于 120 cd/m^2 ；所采用的偏振元件应保证亮场时任何一点偏振度都不小于 99%；偏振场不小于 85mm；在起偏镜和检偏镜之间能分别置入 565nm 的全波片（灵敏色片）及四分之一波片，波片的慢轴与起偏镜的偏振平面成 90° ；检偏镜应安装成能相对于起偏镜和全波片或四分之一波片旋转，并且有旋转角度的测量装置。

测定法 供试品应为退火后未经其它试验的产品，须预先在实验室内温度条件下放置 30 分钟以上，测定时应戴手套，避免用手直接接触供试品。

1. 无色供试品的测定

无色供试品底部的检验：将四分之一波片置入视场，调整偏光应力仪零点，使之呈暗视场。把供试品放入视场，从口部观察底部，这时视场中会出现暗十字，如果供试品应力小，则这个暗十字便会模糊不清。旋转检偏镜，使暗十字分离成两个沿相反方向移动的圆弧，随着暗区的外移，在圆弧的凹侧便出现蓝灰色，凸侧便出现褐色。如测定某选定点的应力值，则旋转检偏镜直至该点蓝灰色刚好被褐色取代为止。绕轴线旋转供试品，找出最大应力点，旋转检偏镜，直至蓝灰色被褐色取代，记录此时的检偏镜旋转角度，并测量该点的厚度。

无色供试品侧壁的检验：将四分之一波片置入视场，调整偏光应力仪零点，使之呈暗视场。把供试品放入视场中，使供试品的轴线与偏振平面成 45° ；这时侧壁上出现亮暗不同的区域。旋转检偏镜直至侧壁上暗区聚会，刚好完全取代亮区为止。绕轴线旋转供试品，借以确定最大应力区。记录测得最大应力区的检偏镜放置角度，并分别测量两侧壁的厚度（记录两侧壁壁厚之和）。

2. 有色供试品的测定

检验步骤与1相同。当没有明显的蓝色和褐色以及玻璃透过率较低时，较难确定检偏镜的旋转终点，深色供试品尤为严重，这时可以采用平均的方法来确定准确的终点。即以暗区取代亮区的旋转角度与再使亮区刚好重新出现的总旋转角度之和的平均值表示。

结果计算

$$\delta = T/t = \theta \times 3.14 / t$$

式中 δ 为供试品的内应力，nm/mm；

T 为供试品被测部位的光程差，nm；

t 为供试品被测部位通光处的总厚度，mm；

θ 为检偏镜旋转角度（在测得最大应力时）；

3.14为采用白光光源（有效波长约为565nm）时的常数，检偏镜每旋转1°约相当于光程差3.14nm（ $T = \theta \times 3.14$ ）。

起草单位：中国食品药品检定研究院

电话：010-67095721

复核单位：江西省药品检验检测研究院