



中华人民共和国国家标准

GB/T 28195—2011

玻璃软化点测试方法

Determination of softening point for glass

(ISO 7884-6:1987, Glass—Viscosity and viscometric fixed points—
Part 6: Determination of softening point, MOD)

2011-12-30 发布

2012-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 7884-6:1987《软化点的测定》。

本标准与 ISO 7884-6:1987《软化点的测定》的主要差异是：

——去掉了原文中第 1 章“目的”；

——去掉了原文中第 3 章“参考资料”。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国玻璃仪器标准化技术委员会(SAC/TC 178)归口。

本标准起草单位：国家轻工业玻璃产品质量监督检测中心。

本标准主要起草人：杜玉海、原苓玉、刘柏军、杨建新、梁叶、袁春梅。

玻璃软化点测试方法

1 范围

本标准规定了玻璃软化点的测试方法。

本标准适用于所有批量生产玻璃软化点的测试。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

软化点 softening point

为一近似温度,高于此温度玻璃容易变形。

3 原理

将一根直径为 0.65 mm,长为 235 mm 的圆形玻璃纤维,放置在以 $(5 \pm 1)^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温速度的特制炉子中,对其上部 100 mm 长度的玻璃纤维进行加热,借自身重力作用,玻璃纤维以每分钟伸长 1 mm 时的温度即为玻璃软化点。

注:本方法所用设备与纤维伸长粘度计相同。若试样、操作步骤及装置严格符合要求,则测出的软化点重复性会很好,但相应的粘度值会略有差别。

4 仪器

4.1 电炉

在各主要方面,电炉应符合附录 A 中的规定。在有条件的情况下,可使用相同材料。

4.2 炉台

支撑电炉的一种装置,使玻璃纤维能够挂在电炉下边。此炉台应有水平调整装置。附录 A 的炉台便于同读数显微镜或望远镜和刻度尺一起使用。

4.3 加热速度控制器

为使电炉的加热速度为 $(5 \pm 1)^\circ\text{C}/\text{min}$,应备有适当的控制器。

注:连续可调的变压器能有效控制加热速度。

4.4 温度测量和指示设备

4.4.1 铂铑₁₀-铂(IEC 584-1 定义为 S 型)热电偶或是镍铬-镍铝(镍铬-镍硅)热电偶(IEC 584-1 定义为 K 型)应呈现低热惯性(导线的直径不能超过 0.5 mm)。热电偶应放在双孔瓷管中(与附录 A 要求一致)。

4.4.2 测量热电偶应按附录 A 中的规定置于炉子的中心部位。测量热电偶应经过校准,并定期检查

校准值。

4.4.3 热电偶的电输出可用电位差计在没有电流的情况下测出,也可用灵敏度为 $1\ \mu\text{V}$ 的高阻电子放大器来检测 S 型热电偶的电输出,或用灵敏度为 $4\ \mu\text{V}$ 的高阻电子放大器来检测 K 型热电偶的输出。在测试期间,要采取措施使放入冷接点的冰槽保持在 $0\ ^\circ\text{C}$ 。若测温设备具有自动冷端补偿,可不使用冰槽。

4.5 纤维伸长测量设备

测量纤维伸长应选用在整个伸长期间能测出纤维端位置的装置,其精确度为 $0.02\ \text{mm}$ 。

注:已证明,光学设备或电子设备能有效地测量伸长。对于这些设备来说,适于配备炉台(如用矮的光学工作台)。

4.6 纤维直径测量设备

用最小分度值为 $0.01\ \text{mm}$ 的千分尺来测量纤维的直径。

4.7 计时器

应使用精度为 $1\ \text{s}$ 的计时设备。

5 试验样品的制备

5.1 纤维样品应符合如下要求:

- a) 圆形;
- b) 平滑,无孔隙和杂质;
- c) 平均直径为 $0.65\ \text{mm} \pm 0.1\ \text{mm}$,在纤维的全长范围内,最大直径与最小直径之差不大于 $0.02\ \text{mm}$;
- d) 长度为 $235\ \text{mm} \pm 1\ \text{mm}$ (不包括顶端球);
- e) 试验过程中玻璃不能发生失透。

5.2 纤维样品的制备:用两根不易熔化的棒(如铂棒、瓷棒或石英玻璃棒)分别连在清洁的试验样品两端,用火焰灼烧样品直至玻璃完全熔化并拉制成玻璃纤维。若样品是长棒形,则可直接用火焰烧制,不必加把手。从拉成的玻璃纤维上截取符合要求的区段,将此区段的一端用火焰烧成一个球,另一端按规定长度截下,若有要求,可对此端用火焰精加工。也可使用任何适当的设备来拉制纤维。

6 操作步骤

6.1 用参考标准玻璃进行校准

选择与试验玻璃软化点接近的参考标准玻璃,测量参考标准玻璃的软化点,对仪器进行校准。计算用参考标准玻璃所测得的软化点的平均值与标准玻璃软化点标准值之间的差值。重复上述试验,求出这两次试验差值的平均值。若平均差值与标准值的偏差大于 $1\ ^\circ\text{C}$,则将此偏差作为修正值,对测出的试验玻璃软化点需加上或减去此修正值。

6.2 测量

6.2.1 为使电炉的热分布均匀,将电炉加热到比试验玻璃预测的软化点高 $30\ ^\circ\text{C}$ 左右,然后降温,使炉温达到低于预测软化点 $20\ ^\circ\text{C}$ 左右。调节加热速度控制器使加热速度为 $(5 \pm 1)\ ^\circ\text{C}/\text{min}$,测出此时的控制位置。

6.2.2 重复上述试验,降温并使炉温保持在比预测软化点低 20 °C 的温度上。把纤维插入炉中,将纤维的球端放在炉子的样品支架上。检查纤维是否自由悬挂在炉子中央。必要时,可重新调整炉子的水平,预备好温度测量装置并调好伸长测量装置。

6.2.3 调节炉温控制器,使加热速度为 $(5 \pm 1)^\circ\text{C}/\text{min}$ 。在炉子加热时观察纤维,当纤维开始以大约 0.1 mm/min 的速度伸长时,记下纤维的长度,精确至 0.02 mm。每隔 1 min 读出纤维长度和炉温,或每隔 0.5 min 读一次长度。连续读出和记录长度、温度,直至每分钟内的伸长为 1.2 mm 或大于 1.2 mm 时为止。当 1 min 内的伸长超过 1.2 mm 时,取出纤维,使炉子冷却至备用状态,以便再次进行测量。

另一种方法是在 0.5 min 或 1 min 时读出长度,在 0.25 min 和 0.75 min 读出温度,连续读出并记录长度和温度,直到每 0.5 min 内的伸长为 0.6 mm 或大于 0.6 mm 时为止。

7 结果的表示

7.1 计算方法

使用任何可靠的方法来测定伸长为 1 mm/min 的温度。下面描述了其中一种方法,将数据画在半对数纸上。电位差计读数或温度读数画在均匀分度的横坐标上,单位时间的伸长率画在半对数纵坐标上,通过这些数据点画一直线,此直线与伸长 1.0 mm/min 这条线的交点即为软化点。若有必要,可按 6.1 中的规定作校准修正。

如果两根纤维所测结果之间的差值大于 2 °C,则重新备样,重复全部试验。

7.2 精度和准确性

此种方法测出的软化点重复性为 1 °C。

可用校准操作步骤(6.1)中规定的参考标准玻璃测定软化点,来检查测量结果的准确性。

8 试验报告

试验报告应包括:

- a) 样品的种类;
- b) 抽样方法;
- c) 试验样品的数量;
- d) 制备方法;
- e) 所用软化点仪器的类型;
- f) 计算方法(7.1);
- g) 加入的校正值;
- h) 软化点温度,单位为摄氏度,为两次试验的平均值;
- i) 在试验中和试验后观察到的玻璃的任何变化。

附 录 A
(规范性附录)
软化点炉的结构

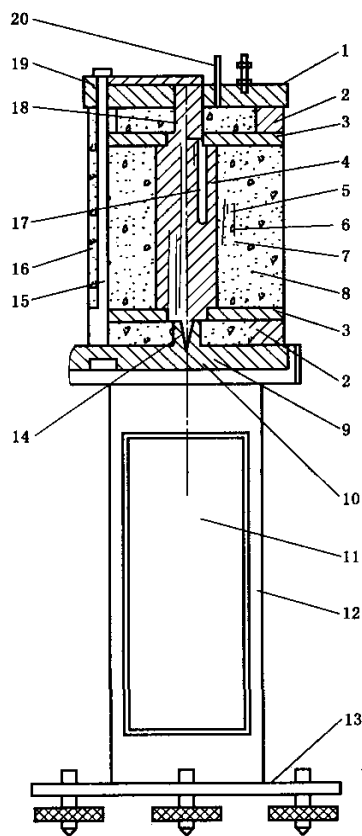


图 A.1 软化点炉结构图

软化点炉结构各部分名称和要求：

- 1——炉顶：厚度为 12.7 mm，直径为 100 mm，中心有一直径为 12.7 mm 的孔。在 82.5 mm 的圆周上有三个直径为 5.6 mm 的孔，它们之间相距 120°，用来装入连接杆。在适当的位置上有两个小孔用来放置热电偶导线；还有两个接线柱，接线柱附近有使加热导线穿入的小孔。材料为纤维增强水泥，数量为 1。
- 2——隔离圈：厚度为 12.7 mm，外径为 94 mm，内径为 70 mm，上面有一个直径为 5.6 mm 的孔用来装连接杆。材料为纤维增强水泥，数量为 2。
- 3——连接板：厚度为 6.5 mm，直径为 94 mm，中心有一个 19 mm 的孔。在 51 mm 的圆周上，间隔 60°有 6 个 19 mm 的孔。还有一个 5.6 mm 的孔用来装连接杆。材料为纤维增强水泥数量为 1。
- 4——炉芯：高 95 mm，直径为 29 mm。在两端各有一厚 6.5 mm，直径为 19 mm 的台，中心有一个 5.6 mm 的孔。在尽可能靠近中心孔的地方从两端对称地钻两个孔，深度为 47.5 mm，孔的直径为 3.2 mm~5.6 mm。材料为镍，数量为 1。

- 5——芯套:用双层厚度的云母片制造。
 - 6——线圈:用 No. 20 的镍铬合金 V 导线(电阻约为 $12\ \Omega$)绕在炉芯上,总长为 82 mm。
 - 7——三氧化二铝涂层。
 - 8——隔热层:由硅藻土或同等材料组成。
 - 9——炉底:厚度为 12.7 mm,直径为 115 mm。中心有一直径为 12.7 mm 的孔,从顶端算起,此孔的深度为 6.4 mm,超过 6.4 mm 之后,此孔的直径为 5.6 mm,贯穿整个炉底。在 82.5 mm 的圆周上,间隔 120° 钻有三个安装连接杆的孔,这三个孔径为 12.7 mm,孔深 6.4 mm,超过 64 mm 之后这三个孔以 5.6 mm 的直径贯穿整个炉底。在圆周为 105 mm 的地方有三个 5.6 mm 的孔。材料为纤维增强水泥,数量为 1。
 - 10——平板:厚度为 10 mm,直径为 115 mm。紧紧地固定在下部工作室上(如焊接在上面)。上面有三个孔为装配炉底的边缘孔。中心有一个直径为 5.6 mm 的孔。材料为钢,数量为 1。
 - 11——玻璃样品:长 (235 ± 1.0) mm,不包括顶部球。直径为 (0.65 ± 0.10) mm,其均匀度为 0.02 mm。
 - 12——下部工作室:包括一个 200 mm 长,直径为 80 mm 的圆柱体,上面有一个 60 mm $\times$ 150 mm 的平板玻璃窗,材料为镀锌钢或适当的不锈钢,数量为 1。
 - 13——底盘:厚度为 80 mm,直径为 150 mm。紧紧地固定在下部舱室上(如焊在上面)。在 135 mm 的圆周上有三个调水平螺钉。材料为钢,数量为 1。
 - 14——圆柱体:高 19 mm,外径为 12.7 mm,内径为 3.2 mm,如图 A.1 所示,其顶端有一锥形孔。材料为纤维增强水泥,数量为 1。
 - 15——连接杆:4 mm $\times$ 153 mm,两端有螺纹,材料为钢,数量为 3。
 - 16——炉壳:内径 95 mm,长 122 mm。焊接而成。材料为镀锌钢板,最好选用不锈钢板,数量为 1。
 - 17——双孔陶瓷管:直径为 3 mm $\sim$ 5 mm(先插入 3 mm $\sim$ 4 mm,以便将热电偶与炉芯隔离开来)。材料为瓷,数量为 1。
 - 18——圆柱体:高 19 mm,外径 12.7 mm,内径 3.2 mm,底端与热电偶导线分离,如图 A.1 所示。材料为纤维增强水泥,数量为 1。
 - 19——纤维支撑架:60 mm $\times$ 12 mm $\times$ 3 mm,在其中心线上距一端 6.4 mm 处有一个 0.8 mm 的孔,另一端有一个 6.4 mm 的孔,两孔中心距为 40.4 mm。材料为黄铜,数量为 1。纤维支架固定在某一个连接杆上,不要让支架碰到炉子的上盖(离开 2 mm $\sim$ 3 mm),这样炉芯的热膨胀变化就不会传到支架上。
 - 20——热电偶导线。
-