

中华人民共和国国家标准

GB/T 43873—2024

超薄玻璃退火上下限温度试验方法

Test method for upper and lower limit annealing temperatures of ultra-thin glass

(ISO 7884-3: 1987 Glass—Viscosity and viscometric fixed points—Part 3:
Determination of viscosity by fibre elongation viscometer, NEQ)

2024-04-25 发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件参考 ISO 7884-3:1987《玻璃 黏度和黏度固定点 第 3 部分：用纤维伸长黏度计测定黏度》起草，一致性程度为非等效。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国工业玻璃和特种玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 447)归口。

本文件起草单位：北京工业大学、彩虹显示器件股份有限公司、四川虹科创新科技有限公司、蚌埠市产品质量监督检验院、深圳市深中原科技有限公司、东莞市银泰丰光学科技有限公司、河北视窗玻璃有限公司、咸宁南玻光电玻璃有限公司、江西沃格光电股份有限公司、重庆鑫景特种玻璃有限公司、蓝思科技股份有限公司、唐山市蓝欣玻璃有限公司、济宁市质量计量检验检测研究院(济宁半导体及显示产品质量监督检验中心、济宁市纤维质量监测中心)、东旭集团有限公司、河南安彩高科股份有限公司、中国国检测试控股集团股份有限公司、北京中天标科标准化技术研究院集团有限公司、贵州省建材产品质量检验检测院、北京旭辉新锐科技有限公司。

本文件主要起草人：田英良、李森、李青、徐莉华、胡树强、夏志强、李彦涛、王霖、钟应、王明忠、汤占刚、易伟华、杨禧龙、林加富、巩瑞龙、张俊、张迅、张开、黄昊、何毅敏、梁新辉、胡正宜、李俊杰、高淑慧、赵志永、田雪洁、何峰、吴玉锋、王辉、国丽。

超薄玻璃退火上下限温度试验方法

1 范围

本文件规定了超薄玻璃退火上下限温度的原理、试验装置、试样制备、试验步骤、数据处理与结果表示、试验报告。

本文件适用于超薄玻璃的退火上下限温度测量,其他形态玻璃参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 4167 砝码
- GB/T 21389 游标、带表和数显卡尺
- GB/T 28857 直流差动变压器式位移传感器

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

退火上限温度 upper limit annealing temperature
玻璃材料或制品在短时间内消除 95%热应力所对应的温度值。
注:一般对应玻璃黏度值为 10^{13} dPa·s,亦称退火点温度,记为 T_a 。

3.2

退火下限温度 lower limit annealing temperature
玻璃材料或制品在短时间内消除 5%热应力所对应的温度值。
注:一般对应玻璃黏度值为 $10^{14.5}$ dPa·s,亦称应变点温度,记为 T_{st} 。

4 原理

圆柱形玻璃丝试样在垂直负载作用下,将其进行局部或整体加热,其在退火范围内将产生黏滞伸长效应。试样伸长速度与试样直径、负载质量和黏度的关系符合式(1)。将退火上限温度和退火下限温度对应的黏度值代入式(1)中即可得出对应的伸长速度,通过对伸长速度取对数与温度绘制曲线,最终确定退火上限温度和退火下限温度。

$$dL/dt = \frac{8mgL}{\pi d^2 \eta} \times 10^5 \dots\dots\dots (1)$$

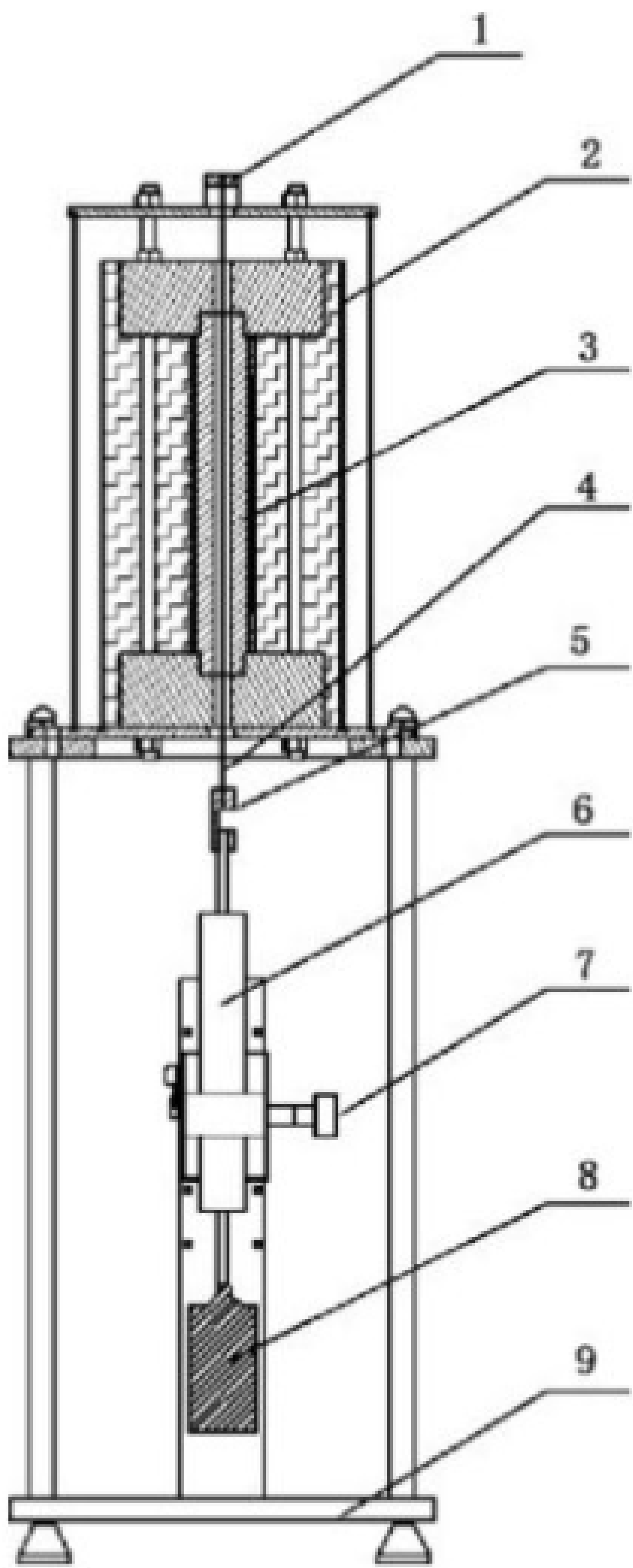
式中:
 η ——黏度值,单位为分帕斯卡秒(dPa·s);
 m ——负载质量,单位为克(g);

- g ——重力加速度,单位为米每二次方秒(m/s^2),取 9.8 m/s^2 ;
- L ——受热区试样长度,单位为毫米(mm);
- d ——试样直径,单位为毫米(mm);
- dL/dt ——受热区试样伸长速率,单位为毫米每分(mm/min)。

5 试验装置

5.1 退火温度测试仪

退火温度测试仪为垂直结构,其由悬挂件、加热炉、连接件、位移传感器、砝码、固定支架、底座和测量软件构成,如图 1 所示。悬挂件用于试样悬挂,加热炉最高加热温度不低于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$,控温精度不大于 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$,加热炉匀温区长度为 $70\text{ mm}\sim 100\text{ mm}$ 。匀温区宜采用匀热铜芯,结构如图 2 所示,匀热铜芯外径不小于 29 mm ,长度为 $150\text{ mm}\sim 170\text{ mm}$,沿匀热铜芯轴线方向钻 2 个直径 $4\text{ mm}\sim 6\text{ mm}$ 圆孔,分别为热电偶孔(盲孔)和中心孔(通孔),分别用于热电偶和试样放置,两孔的孔壁间距宜为 2 mm ,热电偶孔深度宜为匀热铜棒长度的 50% 。连接件用于试样下端与位移传感器的连接;位移传感器用于测量试样长度变化,应符合 GB/T 28857 要求,最大量程为 $20.000\text{ }0\text{ mm}$,最小分度值应不大于 $0.000\text{ }1\text{ mm}$,位移传感器安装在固定支架上;砝码用于试样加载,应符合 GB/T 4167 要求,砝码质量 $800\text{ g}\sim 1\text{ }000\text{ g}$,最大允许误差小于或等于 F1 等级;底座用于承载和安装加热炉和固定支架;测量软件用于温度、时间、长度、负载质量和位移值数据的记录和处理。



- 标引序号说明：

1——悬挂件；

2——加热炉；

3——匀热铜芯；

4——试样；

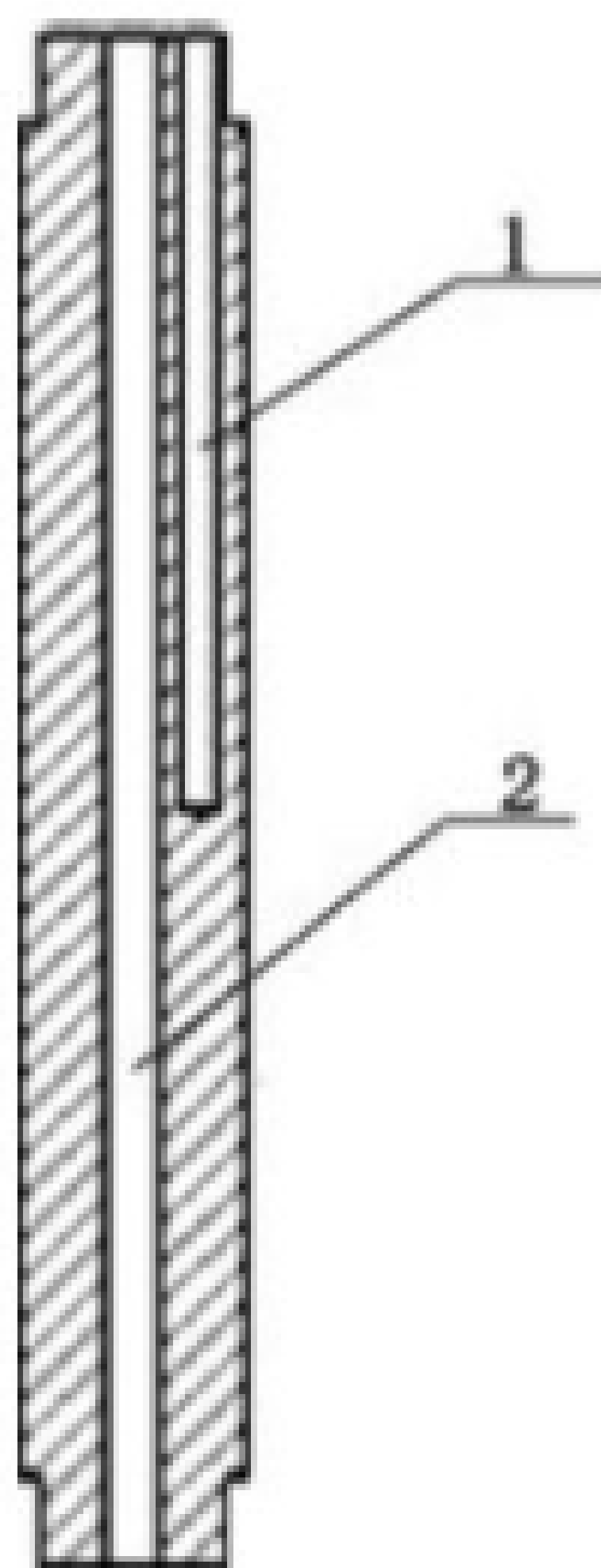
5——连接件；
- 6——位移传感器；

7——固定支架；

8——砝码；

9——底座。

图 1 退火温度测试仪结构示意图



- 标引序号说明：
- 1——热电偶孔(用于热电偶放置)；
- 2——中心孔(用于试样放置)。

图 2 匀热铜芯结构示意图

5.2 拉丝机

拉丝机用于玻璃材料或制品的重熔拉制成直径均匀的玻璃丝,拉丝机为垂直机构,由加热炉、成型器、牵引装置构成。加热炉加热温度应不小于 1 450 ℃,控温精度应不大于 1 ℃。

5.3 数显卡尺

数显卡尺应符合 GB/T 21389 的要求,测量范围为 0 mm~150 mm,最小分度值为 0.01 mm。

5.4 喷枪

喷枪用于试样两端烧圆,宜为丙烷或丁烷的火焰喷枪,火焰最高温度可达 1 600 ℃。

6 试样制备

试样制备流程如下。

- a) 选取无气泡、无结石、无条纹等缺陷的均质玻璃材料或制品,质量宜为 100 g~300 g,通过拉丝机将其拉制成均匀直径的玻璃丝,玻璃丝不应出现气泡、失透和结晶。预制玻璃丝直径优选 0.60 mm~0.80 mm,整根玻璃丝直径极差小于 0.02 mm(圆周方向测量不少于 3 次,纵向方向测量不少于 5 次),长度 300 mm~500 mm,直线度小于 0.5%。
- b) 根据退火温度测试仪对试样长度实际要求,对预制玻璃丝进行截取。用喷枪将玻璃丝两端进行加热熔融形成圆球状玻珠,玻珠直径宜为玻璃丝直径 2 倍,可满足玻璃丝与悬挂件及连接件的连接。
- c) 试样制作数量应不少于 3 根。

7 试验步骤

7.1 直径测量

随机选取 1 根试样,在试样受热区均匀选取 5 个点,使用数显卡尺测量试样直径,取平均值,保留至小数点后两位。

7.2 试样装载

将测量直径后的试样沿加热炉顶部的悬挂件中心孔和匀热铜芯中心孔穿过,试样上端玻珠悬挂于悬挂件中心孔位置,试样下端依次与连接件、位移传感器和砝码相连,使试样处于垂直受力状态,试样应不与匀热铜芯相接触。

7.3 位移传感器调节

调节固定支架旋钮使位移传感器长度输出值处于最佳线性范围,然后锁定固定调节支架旋钮。

7.4 加热炉升温

加热炉以 5 ℃/min 进行升温,并记录温度值和位移值,计算试样伸长速度,当试样伸长速度为 0.4 mm/min~0.6 mm/min 时,停止升温。

7.5 加热炉降温

加热炉以 3 ℃/min ~5 ℃/min 进行降温,并记录温度和位移值,计算试样伸长速度,当试样伸长

速度小于 0.01 mm/min 时,测试结束。

7.6 数据记录

在测试过程中应采用电脑采集数据,采集数据包括时间、温度值、位移值,数据采集周期为 1 s~12 s。并计算试样伸长速度。

8 数据处理与结果表示

8.1 数据处理

按照试样加热温度、试样直径、负载质量、受热区长度(仪器厂商提供)、时间、位移长度值,计算试样伸长速度,见表 1。

将电脑采集数据计算所得试样伸长速度,然后取常用对数(lg)作为纵坐标(y 轴),取值范围为 0~-3,加热温度作为横坐标(x 轴),将两者绘制成曲线,进行线性拟合并向 x 轴与 y 轴交点方向延伸,如图 3 所示。将式(2)取常用对数(lg)后,将该值按纵坐标位置绘制水平线,与拟合线相交,通过相交点绘制垂直线,相交横坐标(加热温度),垂直相交处温度即为退火上限温度,绘制的辅助线见图 3;将式(3)取常用对数(lg)后,按照退火上限温度的绘图方法,获取退火下限温度。

$$dL/dt = 2.5 \times 10^{-7} \frac{mL}{d^2} \dots\dots\dots (2)$$
$$dL/dt = 7.9 \times 10^{-9} \frac{mL}{d^2} \dots\dots\dots (3)$$

表 1 测量结果记录表

时间(<i>t</i>) s	温度(<i>T</i>) ℃	负载质量(<i>m</i>) g	试样直径(<i>d</i>) mm	受热区长度(<i>L</i>) mm	伸长变化值(<i>dL</i>) mm	伸长速度(<i>dL/dt</i>) mm/min

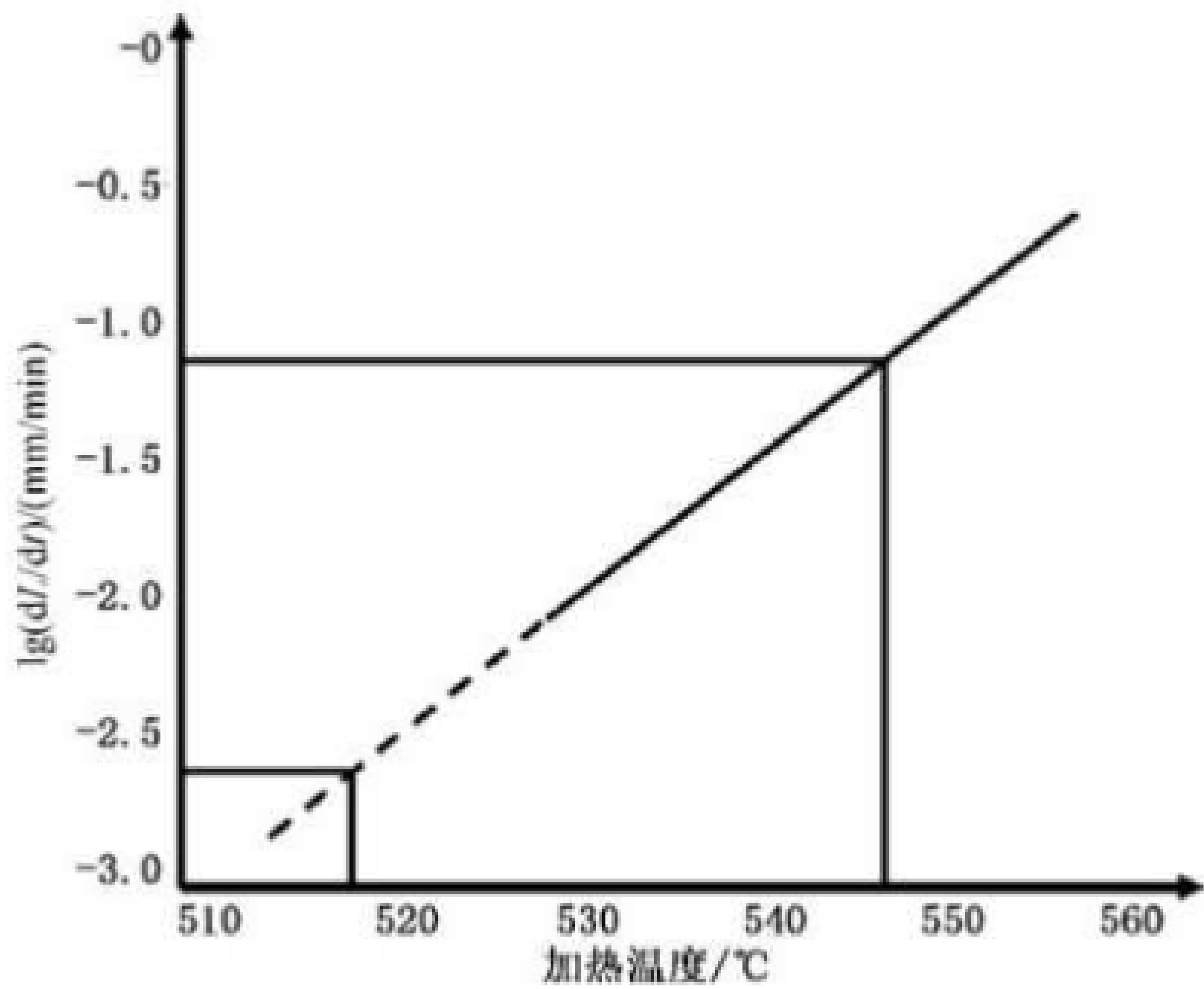


图 3 试样伸长速度对数与加热温度曲线

8.2 结果表示

退火上限温度 *T*_u 和退火下限温度 *T*_s 应保留整数,单位为摄氏度(℃)。

示例：退火上限温度为 546 °C，即 $T_{\text{上}}=546\text{ °C}$ ；退火下限温度为 518 °C，即 $T_{\text{下}}=518\text{ °C}$ 。

9 仪器核查

必要时使用标准物质 GBW(E)030006 对退火温度测试仪进行核查。按照第 7 章和第 8 章对标准物质进行测试和数据处理。若偏差值(实测值与标准值)不大于标准物质规定的不确定度值，将实测值同步加/减偏差值，也可对测量软件或温控仪表直接进行修正；若偏差值大于标准物质的不确定度值，应对退火温度测试仪进行系统检查或返修。

10 试验报告

试验报告至少包括以下内容：

- a) 依照文件(本文件编号)；
- b) 试样名称；
- c) 试验时间；
- d) 测试结果；
- e) 检验人、审核人、日期；
- f) 其他相关信息。

参 考 文 献

- [1] GBW(E)030006 钠钙硅玻璃退火点与应变点标准物质
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
超薄玻璃退火上下限温度试验方法
GB/T 43873—2024

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.net.cn

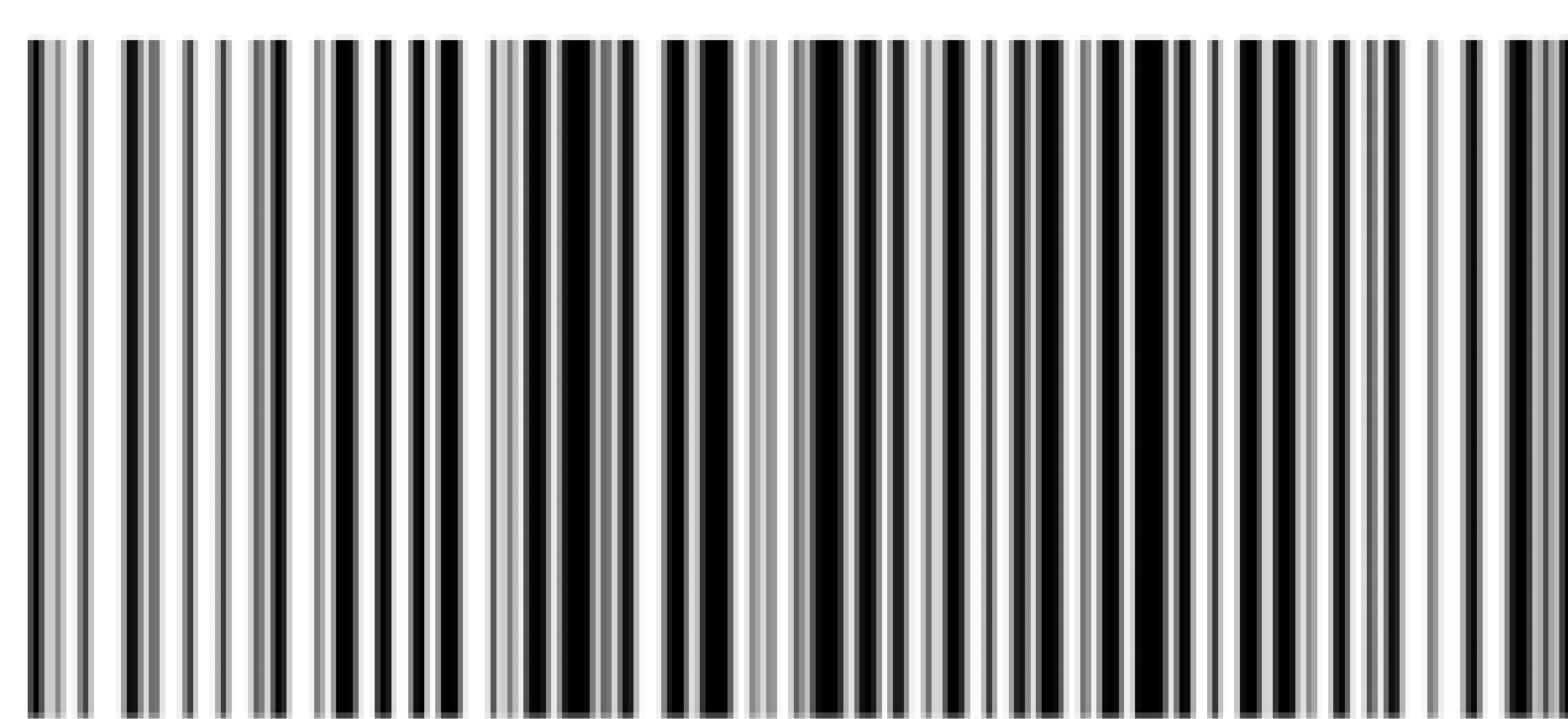
服务热线:400-168-0010

2024年4月第一版

*

书号:155066·1-75729

版权专有 侵权必究



GB/T 43873-2024