



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 42414—2023

---

## 玻璃黏度测定 旋转黏度计法

Glass viscosity measurement—Rotational viscometer method

(ISO 7884-2:1987, Glass—Viscosity and viscometric fixed points—  
Part 2: Determination of viscosity by rotation viscometers, MOD)

---

2023-03-17 发布

2023-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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。

本文件修改采用 ISO 7884-2:1987《玻璃 黏度及黏度特征点 第 2 部分：旋转黏度计法测定黏度》。

本文件与 ISO 7884-2:1987 相比，在结构上有较多调整，两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 7884-2:1987 相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线( | )进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

本文件做了以下编辑性改动：

——为与现有标准协调，将标准名称改为《玻璃 黏度测定 旋转黏度计法》；

——增加了附录 C(资料性)“参考玻璃的编号、组成类型及其黏度与对应温度数据”。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国玻璃仪器标准化技术委员会(SAC/TC 178)归口。

本文件起草单位：齐鲁工业大学、山东力诺特种玻璃股份有限公司、北京市药品包装材料检验所、泰山玻璃纤维有限公司、清远南玻节能新材料有限公司、湖北戈碧迦光电科技股份有限公司、山东华鹏玻璃股份有限公司。

本文件主要起草人：刘世权、张海翔、袁春梅、刘红刚、李永艳、吴林海、赵寿建、单志涛、刘莎莎、平文亮、李辉。

# 玻璃黏度测定 旋转黏度计法

## 1 范围

本文件描述了玻璃黏度测定的旋转黏度计试验方法。

本文件适用于牛顿流体型玻璃熔体黏度在  $1 \text{ Pa} \cdot \text{s} \sim 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$  范围内的测量。

## 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 16839.1 热电偶 第1部分:电动势规范和允差 (GB/T 16839.1—2018, IEC 60584-1:2013, IDT)

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**牛顿流体 Newtonian liquid**

符合牛顿黏度定律的液体。

注:此类流体黏度与剪切速率无关,温度一定时黏度恒定。

### 3.2

**流动场 field of flow**

玻璃熔体填充的空间及其与坩埚内表面、转轴和转子外表面之间的边界。

### 3.3

**特定仪器常数 special instrument constant**

$k^*$

综合考虑了流动场系数、量纲系数、黏度计表头系数、转子黏度系数而集成的仪器常数。

注: $k^*$ 与扭矩、转速和黏度无关。

### 3.4

**熔化温度 melting temperature**

对应黏度  $10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$  的温度。

### 3.5

**工作温度 working temperature**

对应黏度  $10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$  的温度。

### 3.6

**VFT 方程 VFT-equation**

描述玻璃黏度与温度之间关系的经验公式。

注:VFT为Vogel-Fulcher-Tammann的简称。

#### 4 原理

采用旋转黏度计测定玻璃熔体的高温黏度时,电机驱动转子在玻璃熔体中连续转动,转子表面与接触的玻璃熔体界面间产生摩擦力,该摩擦力大小与玻璃熔体的黏度有关。因此,转子的转速和扭矩的变化即反映出玻璃熔体黏度的大小。扭矩越大,玻璃熔体的黏度越大。转速越高,玻璃熔体的黏度越小。反之亦然。实验测得转子在玻璃熔体中的扭矩和转速,采用公式(1)计算出玻璃熔体的黏度。

$$\eta = k \cdot \frac{\tau}{n} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

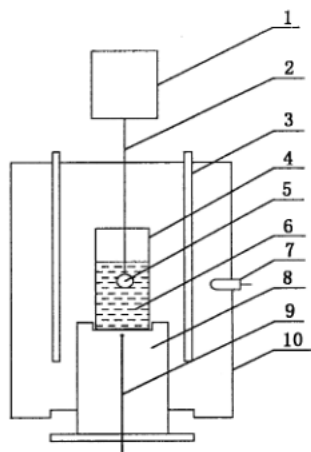
- $\eta$  ——黏度,单位为帕秒(Pa·s);
- $k$  ——特定仪器常数;
- $\tau$  ——施加于转子上的扭矩,单位为牛米(N·m);
- $n$  ——转子的转速。

玻璃熔体的高温黏度主要与玻璃的组成和温度有关,特定组成的玻璃熔体在不同温度下测得的黏度作图即构成玻璃的黏度-温度曲线。

#### 5 仪器设备

##### 5.1 旋转黏度计主体结构

旋转黏度计主体结构如图 1 所示。



标引序号说明:

- |           |             |
|-----------|-------------|
| 1——黏度计表头; | 6——玻璃熔体;    |
| 2——转轴;    | 7——控温热电偶;   |
| 3——加热元件;  | 8——可升降坩埚底座; |
| 4——坩埚;    | 9——样品测温热电偶; |
| 5——转子;    | 10——高温炉。    |

图 1 旋转黏度计的主体结构示意图

## 5.2 旋转黏度计配置

### 5.2.1 高温炉

仪器配备的立式高温炉,最高使用温度不应低于 1 600 ℃。高温炉内流动场区域或其临近空间的温度波动度应为 $\pm 2$  ℃,温度均匀度不应超过 1 ℃/cm。

### 5.2.2 热电偶

应使用 GB/T 16839.1 规定的 B 型热电偶,其精度等级不低于 2 级。控温热电偶应靠近高温炉加热元件,以便快速响应。测温热电偶的热端应紧靠流动场。

### 5.2.3 坩埚

根据坩埚对玻璃熔体耐腐蚀性要求,应使用贵金属材质的坩埚。贵金属坩埚优选铂或铂铑合金材质的,使用后需要清洗(如在氢氟酸中浸泡)。坩埚容积宜为 150 mL~250 mL。

### 5.2.4 转子

转子应采用贵金属材质,优先选用铂铑合金。转子与长转轴相连,确保两者轴线一致,转轴向上伸出炉体与黏度计表头相连。转轴可全部是贵金属材质,或插入熔体部分采用贵金属材质,而其余部分为陶瓷材质。

为避免气泡粘附于转子上造成测试数据的离散,转子不应有尖锐棱边。宜采用的转子结构式样如图 2 所示,其中,图 2a)为上下端呈锥形的圆柱体转子,图 2b)为球形转子。

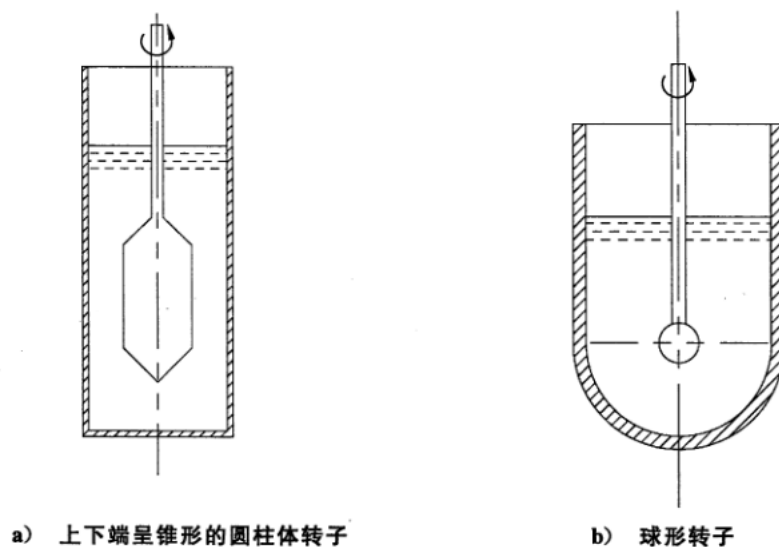


图 2 转子结构式样图

## 5.3 实验辅助装置及器具

5.3.1 电子天平,实际分度值为 0.1 g,使用环境温度 18 ℃~28 ℃。

5.3.2 带铂金头的坩埚钳,铂金头最高使用温度不低于 1 600 ℃。

5.3.3 刚玉陶瓷杆,直径 3 mm~10 mm,长约 400 mm。

5.3.4 玻璃碎样工具(如不锈钢材质锤头)。

5.3.5 耐高温防护手套。

### 5.3.6 红外防护镜。

## 6 样品

6.1 除非特别约定,玻璃应是近 1 周内制成。

6.2 样品应无气泡、条纹、结石等缺陷。

6.3 样品挥发和失透倾向的判断。将待测玻璃在高温炉中置于最高待测温度下进行重熔、保温,并随炉冷却,通过成分分析和肉眼、显微镜观察,以判断玻璃的挥发和失透倾向。对于常规商业化大规模生产玻璃的日常黏度测定可省略此步骤。

6.4 待测试玻璃样品应大于 3 mm。如果样品尺寸大于坩埚内径,需进行破碎,破碎时应避免污染。

6.5 样品经超声清洗、干燥后使用。

6.6 根据玻璃密度、坩埚容积、尺寸确定所需要玻璃样品的质量。玻璃熔体高度不超过坩埚高度的 2/3。平行测试时,使用的玻璃质量偏差应 $\leq\pm 3\%$ 。

## 7 测试步骤

### 7.1 旋转黏度计校准

7.1.1 热电偶使用前应经过检定或校准。

7.1.2 黏度计首次启用或维修后,应对其进行校准。校准时,应使用标准牛顿流体(如附录 C 中的参考玻璃)。当参考玻璃测得的黏度值与附录 C 中同一黏度值对应的温度偏差不大于 10 °C 时,可直接使用;当参考玻璃测得的黏度值与附录 C 中同一黏度值对应的温度偏差大于 10 °C 时,应调整仪器状态至符合使用要求。

### 7.2 测试

7.2.1 将盛有待测玻璃样品的坩埚装入黏度计的高温炉中,应确保坩埚在底座上平稳放置。

7.2.2 设置测试条件参数,包括高温炉的加热速率(建议 5 °C/min~10 °C/min)、上限温度、下限温度、保温时间、测试过程中的冷却速率(建议 1 °C/min~3 °C/min)、测试后的再升温速率。设置上限温度时,除了考虑玻璃熔体与坩埚及转子材料可能的化学反应外,还需要考虑玻璃的挥发和失透倾向。

对于易挥发玻璃,上限温度不宜过高,能充分排出气泡即可(可参照玻璃熔体 100 Pa·s 对应的温度)。对于易失透玻璃,测定时宜采用较快速度降温。温度变化速率宜参照用标准玻璃校验仪器时设置的数据。设置参数时,应在短时间内测量,以避免长时间测量时玻璃的化学或物理性质发生变化。黏度测量可在匀速降温条件下进行,或在降温过程中在特定的温度下进行保温设定,并进行黏度的连续测定。

7.2.3 开始加热升温,将样品加热到设定的上限温度,保温不少于 10 min。

7.2.4 设置黏度计初始转速。

7.2.5 将转子缓慢放下,并开启转子旋转。当转子底部接触到熔融玻璃的瞬间,黏度计表头的扭矩由 0 开始升高,表明转子已接触玻璃熔体表面,然后再下放转子,确保转子完全浸入玻璃熔体内,且保证每次测试时转子浸入玻璃熔体内的位置一致。

7.2.6 测量正式开始,在降温过程中连续读取转子的转速、扭矩。

7.2.7 待炉温按设定测试程序降低至设定的下限温度或在测定黏度达到最大设定值时,停止转子旋转。但在发现转子转速急剧变小时,可在炉温仍高于设定下限温度时,停止转子旋转,避免因玻璃熔体黏度过大,导致转子及转轴发生变形。

7.2.8 待炉温快速回升到设定值时,提升转子至完全离开玻璃熔体表面,待残留玻璃熔体从转子上滴

落后,降下坩埚底座,取出坩埚并倾倒出其中的玻璃熔体。

如遇仪器出现突然故障或玻璃出现分相及析晶时,应采用手动停止转子旋转,并应立即重设升温程序,以提高玻璃熔体温度,方便转子及表头的抬升。

7.2.9 抬升坩埚底座复位后,停止仪器加热系统。

7.2.10 关停仪器或继续采集样品温度及炉温数据后关机。

### 7.3 测试结束

7.3.1 当测试样品冷却到室温以后,应对它的外观非均匀性(如失透、坩埚和转子材料溶解的痕迹、气泡、脱色)进行观察。所有与玻璃熔体接触材料的异常变化都应加以考虑和记录。

7.3.2 用氢氟酸浸泡清洗冷却后的铂金转子。如使用铂金坩埚,其中的残余玻璃料可通过酸洗方式清除。

## 8 数据处理

### 8.1 数据计算

根据仪器参数及系统记录的转子转速和扭矩,由公式(1)计算并给出各温度对应的玻璃黏度值。同一样品两次平行测试时同一黏度对应的温度误差应不大于  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。否则,应重测或校准仪器后重测。

### 8.2 结果表示

测量结果应是测试数据或黏度-温度曲线,温度为横轴,黏度为纵轴(如图3所示)。其中,温度单位为  $^{\circ}\text{C}$ ,数据精确到整数位;黏度单位为  $\text{Pa}\cdot\text{s}$ ,取  $\eta$  值时精确到小数点后一位,取  $\lg\eta$  时精确到小数点后两位。根据需要,采用 VFT 方程拟合所得曲线上的  $10\text{ Pa}\cdot\text{s}$  和  $10^3\text{ Pa}\cdot\text{s}$  对应的温度点,确定玻璃熔化温度和工作温度。

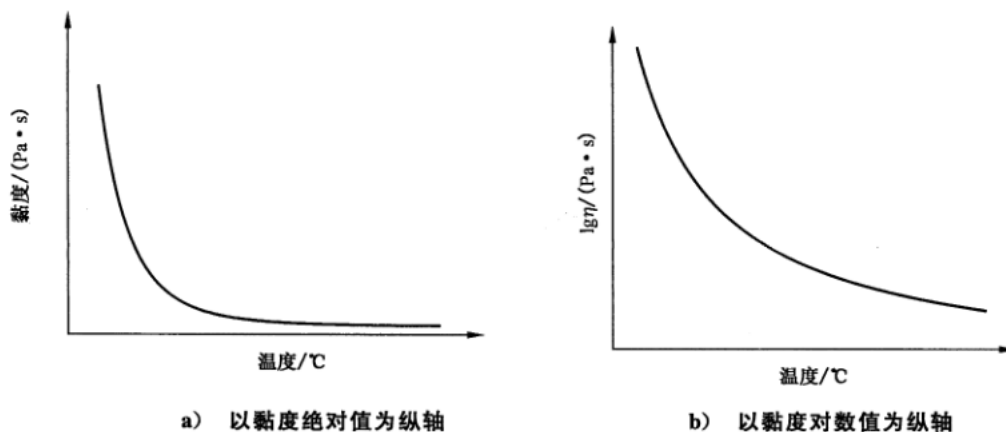


图3 玻璃黏度-温度曲线(示例)

## 9 测试报告

测试报告应包括:

- 测量依据(本文件编号);
- 样品名称;
- 取样方法;

- 测试样品质量；
- 试验样品的熔化时间和温度；
- 坩埚和转子的材料、形状和尺寸；
- 测量的全时温变过程；
- 样品的黏度、温度数据；
- 样品的黏度-温度曲线；
- 试验过程中及试验后观察到的玻璃及其接触材料的变化。



## 附录 A

(资料性)

## 本文件与 ISO 7884-2:1987 结构编号变化对照情况

表 A.1 给出了本文件与 ISO 7884-2:1987 结构编号变化对照一览表。

表 A.1 本文件与 ISO 7884-2:1987 结构编号变化对照情况

本文件结构编号	ISO 7884-2:1987 结构编号
1	1
2	2
3	3
3.1	—
3.2	3.1.1
3.3	3.2.3,3.2.4
3.5	—
3.6	—
4	3.2.1,3.2.2,3.2.3
5	4
5.1	附录 B
5.2	4.2,4.3.1,4.4.1, 附录 A 部分内容
6	5
7	6
7.1	6.1
7.2	6.2,6.3,6.4
7.3	6.5
8	7
8.1	7.1,7.4
8.2	7.5
9	8
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	—
—	0, 3.1.2,3.1.3,3.2,3.3,4.1, 4.3.2,4.3.3,4.5, 4.6, 7.2, 7.3

## 附录 B

(资料性)

## 本文件与 ISO 7884-2:1987 的技术差异及原因

表 B.1 给出了本文件与 ISO 7884-2:1987 技术差异及原因的一览表。

表 B.1 本文件与 ISO 7884-2:1987 的技术差异及原因

本文件结构编号	技术差异	原因
1	关于范围,做了文字及黏度上限的调整,具体调整如下: 本文件描述了玻璃黏度测定的旋转黏度计试验方法。 本文件适用于牛顿流体型玻璃熔体黏度在 $1 \text{ Pa} \cdot \text{s} \sim 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 范围内的测量	根据 GB/T 1.1—2020 格式进行了修改。 将原标准引用 ISO 7884-1 关于测定对象的说明直接描述为“适用于具有牛顿流体型玻璃熔体”。 根据现有仪器情况,将原标准中拓展黏度上限 $10^7 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 调整为实际常测到的 $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。 删除对温度、扭矩、转动频率范围的描述
3	增加了“牛顿流体、熔化温度、工作温度、VFT 方程”术语,删除了“坩埚、转子、摩擦扭矩、机械损失扭矩”术语	由于 ISO 标准中的部分术语是关于仪器装置涉及的术语,在本文件中不合适,无需进行说明。部分原理公式涉及的术语移至原理部分
4	增加了测试原理的描述	对于方法类标准,增加测试原理有利于专业人员理解黏度的物理意义、测试过程及测试数据的来源及仪器使用
5.1	删除了原文件 4.1 中关于黏度计类型的介绍	ISO 标准涉及 Searle 和 Couette 两种类型,由于现行市场产品均为 Searle 型,因此删除关于二者结构差异的介绍
	将原文件附录 B 装置结构图修改后移至本文件的 5.1	由于原结构图过于复杂,且现代仪器已高度集成,所以按国内标准格式进行调整
5.2	删除原文件 4.5,4.6 中关于“玻璃室温密度测定、熔体液位观测及流动场校准装置”的描述	现代仪器采用固定的铂金坩埚尺寸放置在固定位置,测量时确保每次转子位置一致即可。因此实际操作时没有测定或观看液位距坩埚上沿距离、流动场矫正、转子与坩埚对中过程
5.2.2	用等同采用国际标准的 GB/T 16839.1,代替了 IEC 60584-1	引用我国现行有效的国家标准,增加标准的适用性
5.2.3	删除了原文件 4.4.1 中关于陶瓷坩埚的使用说明	验证实验发现部分玻璃熔体对陶瓷坩埚有腐蚀,并影响黏度测试结果
5.2.4	将原文件附录 A 转子图删除 Couette 型后移至本文件的 5.2.4	按国内标准格式进行调整

表 B.1 本文件与 ISO 7884-2:1987 的技术差异及原因 (续)

本文件结构 编号	技术差异	原因
7.2	将黏度测定全过程(包括装样、测试条件参数设置及测试过程)的步骤具体化	原文件测试步骤太简单,强调说明性文字过多,难以指导实际操作
8	删除了原文件的 7.2、7.3 和 7.4	目前国内外玻璃高温黏度测量数据均实现由仪器自带软件直接计算出结果。实践中是采用标准玻璃校准仪器后,再通过修正仪器系数,使测试数据趋近于标准参考数据,以消除测量误差
8.2	增加了 VFT 方程拟合步骤	现在电脑数据处理普适和准确性相比较原先三点计算整个区间黏度准确度更优异

附录 C

(资料性)

参考玻璃的编号、组成类型及其黏度与对应温度数据

表 C.1 给出了参考玻璃的编号、组成类型及其黏度与对应温度数据。

表 C.1 参考玻璃的黏度及其对应温度数据

参考玻璃 编号	参考玻璃 组成类型	参数	黏度及其对应温度										
		黏度 dPa·s	10 <sup>2</sup>	10 <sup>3</sup>	10 <sup>4</sup>	10 <sup>5</sup>	10 <sup>6</sup>	10 <sup>7</sup>	10 <sup>8</sup>	10 <sup>9</sup>	10 <sup>10</sup>	10 <sup>11</sup>	10 <sup>12</sup>
NBS710	钠钙硅 玻璃	对应温度 ℃	1 434.3	1 181.7	1 019.0	905.3	821.5	757.1	706.1	664.7	630.4	601.5	576.9
NBS711	铅硅酸盐 玻璃		1 327.1	1 072.8	909.0	794.7	710.4	645.6	594.3	552.7	518.2	489.2	464.5
NBS717	硼硅酸盐 玻璃		1 545.1	1 248.8	1 059.4	927.9	831.2	757.1	698.6	651.1	611.9	579.0	550.9
DGG1	钠钙硅 玻璃		1 453.4	1 193.5	1 023.7	904.8	817.8	751.7	699.8	657.8	622.9	593.0	566.9