

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C03C 13/00 (2006.01)

C03B 37/022 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910026759.6

[43] 公开日 2009年10月7日

[11] 公开号 CN 101549958A

[22] 申请日 2009.5.5

[21] 申请号 200910026759.6

[71] 申请人 中材科技股份有限公司

地址 211112 江苏省南京市江宁科学园彤天路99号

[72] 发明人 祖群 陈汉仪 刘建勋

[74] 专利代理机构 南京天翼专利代理有限责任公司

代理人 汤志武

权利要求书1页 说明书6页

[54] 发明名称

高性能玻璃纤维用组成物

[57] 摘要

本发明涉及一种高性能玻璃纤维用组成物，包含： $\text{SiO}_2$ ：55 ~ 63wt%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ：23 ~ 26wt%、 $\text{MgO}$ ：11.5 ~ 14.5wt%、 $\text{CeO}_2$ ：0.5 ~ 2.5wt%、 $\text{Li}_2\text{O}$ ：0 ~ 0.5wt%、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ：0 ~ 1.5wt%、 $\text{WO}_3$ ：0 ~ 1.5wt%，其余为不可避免的杂质；前述  $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{WO}_3$  的含量不同时为零。采用本发明为原料，可用现有耐火材料构造的熔窑、拉丝炉进行熔制和拉丝生产高性能玻璃纤维，降低了生产难度，成本低，具备良好的可生产性，适应工业的连续化生产，并可节约能源，且生产出的高性能玻璃纤维可作为树脂基复合材料的增强材料，具有强度高、耐腐蚀、耐高温、质量轻的特性。

1、一种高性能玻璃纤维用组成物，其特征在于包含：

SiO<sub>2</sub>: 55~63wt%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 23~26 wt%、MgO: 11.5~14.5 wt%、CeO<sub>2</sub>: 0.5~2.5 wt%、Li<sub>2</sub>O: 0~0.5 wt%、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0~1.5 wt%、WO<sub>3</sub>: 0~1.5 wt%，其余为不可避免的杂质；前述 Li<sub>2</sub>O、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WO<sub>3</sub> 的含量不同时为零。

2、如权利要求 1 所述高性能玻璃纤维用组成物，其特征在于所述不可避免的杂质为 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>O、CaO，其总含量控制在 1.0 wt% 以内，其中：

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0~0.5 wt%；

Na<sub>2</sub>O+ K<sub>2</sub>O: 0~0.3 wt%；

CaO: 0~0.2 wt%；

3、如权利要求 1 所述高性能玻璃纤维用组成物，其特征在于 CeO<sub>2</sub>、Li<sub>2</sub>O、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WO<sub>3</sub> 四种改性氧化物的总含量为 2~6wt%。

4、采用权利要求 1 至 3 任意一项所述高性能玻璃纤维用组成物熔制的玻璃，其特征在于可以采用常规的火焰加热装置、电加热或火电结合加热装置进行熔制，从而形成均质玻璃。

5、如权利要求 4 所述的玻璃，其特征在于熔融玻璃的粘度为 10<sup>3</sup>dPa·s 时的玻璃纤维成型温度为 1380℃ 左右，析晶上限温度为 1410℃ 左右，拉丝作业温度为 1460℃ 左右。

6、如权利要求 1 至 3 任意一项所述组成物制备的的玻璃纤维，其特征在于通过控制玻璃纤维成型工艺参数，将玻璃纤维的直径控制在 5μm 至 22μm。

7、如权利要求 6 所述的玻璃纤维，其特征在于玻璃纤维新生态强度为 4600~4800MPa。

8、如权利要求 6 所述的玻璃纤维，其特征在于玻璃纤维软化点温度为 965~970℃。

9、如权利要求 6 所述的玻璃纤维，其特征在于玻璃纤维耐酸性质量损失率小于 4.5%。

10、权利要求 6 至 9 任意一项所述的玻璃纤维作为增强材料在制备具有高机械、高耐腐蚀性、高耐热性要求的复合材料中的应用。

## 高性能玻璃纤维用组成物

### 技术领域

本发明涉及一种高性能玻璃纤维用组成物，该玻璃纤维可在高强度、高耐温、高耐酸等高性能要求的先进复合材料领域应用，属于特种玻璃纤维成分领域。

### 背景技术

玻璃纤维是一种性能优良的无机纤维材料，用它增强树脂可以制得性能优良的复合材料。目前国际上各领域所用的玻璃纤维 90%以上是无碱玻璃纤维（E-玻璃），其单丝拉伸强度约在 3038~3430MPa 之间，弹性模量约为 72000MPa，远远不能满足火箭发动机壳体、导弹壳体、轻型军事武器，飞机构件、风力发电、高级体育用品等高性能复合材料产品需要。因此自二十世纪六十年代以来，各国竞相开发研制出各种成分的高强度玻璃纤维，它们的强度大约在 3920~4580MPa 以上，用它们制得的复合材料，强度高、质量轻，主要适用于航天、航空、军事武器等方面。

E-玻璃纤维组合物为： $\text{SiO}_2$ ：52~66 wt%； $\text{CaO}$ ：16~26 wt%； $\text{Al}_2\text{O}_3$ ：12~16 wt%； $\text{B}_2\text{O}_3$ ：5~10 wt%； $\text{MgO}$ ：0~5 wt%； $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ ：0~2 wt%； $\text{TiO}_2$ ：0~0.8 wt%； $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ：0~5 wt%；氟：0~1.0 wt%。E-玻璃的特点是液相温度低，约为 1149℃，其允许的生产玻璃纤维的操作温度宽，约为 1038℃~1316℃。Advantex™玻璃纤维组成物（US 5789329）： $\text{SiO}_2$ ：59~62 wt%； $\text{CaO}$ ：20~24 wt%； $\text{Al}_2\text{O}_3$ ：12~15 wt%； $\text{MgO}$ ：1.0~4.0 wt%； $\text{Na}_2\text{O}$ ：0~2 wt%； $\text{K}_2\text{O}$ ：0~2 wt%； $\text{TiO}_2$ ：0~0.9 wt%； $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ：0~0.5 wt%；氟：0~0.5 wt%； $\text{SO}_3$ ：0~0.5 wt%。在成分设计上与 E-玻璃纤维成分相比，最大的特点是去掉了  $\text{B}_2\text{O}_3$ ，由于含  $\text{B}_2\text{O}_3$  的原料价格昂贵，去掉  $\text{B}_2\text{O}_3$  即为了实现玻璃纤维的低成分生产，不使用  $\text{B}_2\text{O}_3$  同时也改善了对环境污染的问题。Advantex™玻璃的熔化温度比 E-玻璃高，玻璃纤维成型温度也比 E-玻璃纤维高，所以 Advantex™玻璃在窑炉设计、熔化技术、纤维成型技术等方面进行了提高，克服了其在熔制和纤维成型方面的困难。

美国 AGY 公司生产的 S-2™高强玻璃纤维（US3402055），其成分最初被设计为在高强度的应用中使用，如火箭发动机壳体等，目前在防弹装甲中也有大量应用。其成分仅为硅、铝、镁的氧化物组成，其含量为  $\text{SiO}_2$ ：65wt%， $\text{Al}_2\text{O}_3$ ：25wt%， $\text{MgO}$ ：10wt%，

玻璃纤维的特点是拉伸强度高(4600~4800MPa),但玻璃成型温度较高,其液相温度为1471℃,拉丝漏板温度高达1571℃,需使用特殊的耐火材料及铂、铑等贵金属材料制成内衬的窑炉进行熔制,拉丝工艺条件苛刻,生产成本低,在我国难以进行工业化生产。英国专利1006524,其成分设计不够合理,其 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 在玻璃中不是最佳紧密堆积状态, $\text{Li}_2\text{O}$ 引入量过大,不仅提高了成本,而且降低了化学稳定性,该成分设计还引入了较多的有毒物质( $\text{Sb}_2\text{O}_3$ )作澄清剂,既影响人体健康,又易造成环境污染。中国专利申请94111349.3在成分设计上为了促进玻璃液的澄清,玻璃料成分中加入一定含量的 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,虽然可以起到澄清的作用,但同时带来玻璃的透热性差、熔制性能变差等问题, $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 引入过量明显使玻璃纤维着色,影响玻璃纤维应用于复合材料的颜色,影响复合材料外观。另外,过多的 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 也易与铂电极发生还原反应生成单质Fe,导致铂金漏板产生中毒事故。

## 发明内容

本发明的目的在于针对上述存在的问题,提出一种合理成分设计的高性能玻璃纤维组成物,采用该组成物制备的高性能玻璃纤维在提高玻璃纤维的拉伸强度的同时提高玻璃纤维的耐温性和耐酸性。

本发明所述高性能玻璃纤维用组成物包含如下组分:

$\text{SiO}_2$ : 55~63wt%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 23~26 wt%、 $\text{MgO}$ : 11.5~14.5 wt%、 $\text{CeO}_2$ : 0.5~2.5 wt%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 0~0.5 wt%、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ : 0~1.5 wt%、 $\text{WO}_3$ : 0~1.5 wt%,其余为原料引入的杂质,前述 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{WO}_3$ 的含量不同时为零。

上述组分中, $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 是本发明的主要成分,在本发明中的总含量为94~98wt%,其中, $\text{SiO}_2$ 为主要玻璃骨架成分,其含量适量提高可以提高玻璃的强度、耐酸性、耐温性,但含量过高会使玻璃的高温粘度升高,从而使玻璃的熔制性能和拉丝性能下降,本发明适合的 $\text{SiO}_2$ 含量为55~63 wt%。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 可以提高玻璃的强度、耐温性、化学稳定性,改善配合料的熔化性能,改善玻璃的失透性能,随着 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 含量的增加,玻璃结构致密,玻璃纤维强度随之提高,但超过26%以后由于 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 配位数的改变,反而使玻璃结构松弛,造成强度降低,因此合理的设计 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的最高含量不应超过26%。 $\text{MgO}$ 可以降低玻璃纤维成形温度,延长拉丝漏板的作业寿命,含量过低可以使玻璃熔化性能变差,玻璃的高温粘度增大,含量过高时易使玻璃失透,本发明适合的 $\text{MgO}$ 含量为11.5~14.5 wt%。

上述 $\text{SiO}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO}$ 系统玻璃熔制温度高、高温粘度大,熔制、澄清、均化难,

从而导致玻璃纤维强度等性能降低。为了降低玻璃的高温粘度、降低改系统玻璃的熔制温度，使玻璃容易熔制，在本发明的成分设计中引入了  $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$  等熔制改性氧化物， $\text{Li}_2\text{O}$  是一种强助熔剂，能在较低的温度下与  $\text{SiO}_2$  反应生成硅酸盐，能降低玻璃的熔制温度，降低玻璃液的粘度，加快玻璃的熔制速度。但引入量不宜过大，因为过量的  $\text{Li}_2\text{O}$  容易破坏玻璃结构中的硅氧键结构 ( $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ ) 而形成  $\text{Si}-\text{O}-\text{Li}$  键，这样就造成了玻璃微裂纹增多，强度下降，而且引入  $\text{Li}_2\text{O}$  的原料如  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  价格昂贵，明显地提高了成本，从生产成本角度考虑亦不能过多加入； $\text{Bi}_2\text{O}_3$  用作为高强玻璃的助熔剂，在熔制高强玻璃过程中，尤其是在玻璃纤维成型过程中，适量的  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  将能保证玻璃熔制的均匀，使玻璃具有适当的粘度和析晶温度，从而保证玻璃纤维拉丝工艺的稳定性。为了确保玻璃液的澄清质量，充分排除玻璃液中的气泡，得到充分均化的玻璃，在本发明的成分设计中引入  $\text{CeO}_2$ 、 $\text{WO}_3$  等澄清改性氧化物。 $\text{CeO}_2$  是我国资源丰富的稀土矿产的代表物质，无毒、蕴含丰富、产量大、成本低，它不仅能降低玻璃的粘度，而且在高温下发生变价反应，放出  $\text{O}_2$ ，起到良好的澄清作用， $\text{CeO}_2$  的加入，还能改善玻璃纤维成型性能，使高强玻璃纤维的生产工艺难度降低。 $\text{WO}_3$  又称表面张力活性剂，能显著降低玻璃液的表面张力，从而有利于玻璃的澄清。

本发明中所引入的  $\text{CeO}_2$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{WO}_3$  等改性氧化物的总含量为 2~6wt%，通常引入其中的 2~4 种。加入这些改性氧化物后可使玻璃易于熔制、均化、澄清且不降低纤维的使用性能，能达到容易熔制均质玻璃且玻璃透热性好的目的。

本发明中不可避免的杂质是由矿物原料带入  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$  等物质，此类物质的总含量应控制在 1.0 wt% 以内，否则会降低玻璃的透热性和玻璃纤维的强度等性能。其中， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的含量控制在 0~0.5 wt%； $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$  的含量控制在 0~0.3 wt%； $\text{CaO}$  的含量控制在 0~0.2 wt%；

本发明中所含  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  完成是由原料中的杂质带入的， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  引入过多，会使玻璃颜色变深，透热性差。而本发明将  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  含量控制在 0.5wt% 以下，玻璃的透热性较好，玻璃纤维颜色较浅。因此，采用本发明熔制玻璃时的热源可以用火焰加热方式、电加热方式进行熔制、火电结合方式进行熔制，与深色玻璃相比，增加了可用的熔制手段，由该玻璃纤维制成的复合材料，也可避免深色玻璃纤维导致的复合材料外观问题。

采用本发明所述高性能玻璃纤维用组成物熔制玻璃，可采用常规的火焰加热装置、电加热或火电结合加热装置进行熔制，从而形成均质玻璃。熔制玻璃时的炉窑可采用耐火材料氧化硅、氧化锆—氧化硅、氧化锆—氧化铝—氧化硅、氧化铬、氧化铝、莫来石

或白泡石构造的熔窑进行。

采用本发明所述高性能玻璃纤维用组成物制备玻璃纤维时，可采用耐火材料氧化锆—氧化硅、氧化锆—氧化铝—氧化硅、氧化铬、氧化铝、莫来石或白泡石构造的熔窑通路进行一步法拉丝生产，或者采用上述耐火材料构造的拉丝炉进行二步法拉丝生产，即先采用本发明所述高性能玻璃纤维组成物熔制玻璃，再用玻璃拉制玻璃纤维。

采用本发明所述高性能玻璃纤维用组成物熔制的玻璃，其特征在于熔融玻璃的粘度为  $10^3 \text{dPa}\cdot\text{s}$  时的玻璃纤维成型温度为  $1380^\circ\text{C}$  左右（所谓的熔融玻璃的粘度为  $10^3 \text{dPa}\cdot\text{s}$  时的玻璃纤维成型温度为  $1380^\circ\text{C}$  左右，表示在熔融玻璃的高温状态下，粘度是 1000 泊（poise）的温度为  $1380^\circ\text{C}$  左右），玻璃液析晶上限温度为  $1410^\circ\text{C}$  左右，拉丝作业温度为  $1460^\circ\text{C}$  左右。本发明克服了美国 S-2™ 产品生产时的熔制温度高、生产设备成本昂贵的缺点，也克服了 S-2™ 玻璃纤维成型温度高（ $1471^\circ\text{C}$ ）、拉丝作业温度高（ $1571^\circ\text{C}$ ）等拉丝工艺条件苛刻的问题。

上述高性能玻璃纤维的性能特征是强度高（新生态强度  $4600\sim 4800\text{MPa}$ ），高于 Advantex™ 玻璃纤维（新生态强度  $3100\sim 3800\text{MPa}$ ）、耐温性高（软化点温度约为  $965\sim 970^\circ\text{C}$ ），高于 Advantex™ 玻璃纤维（软化点温度约为  $916^\circ\text{C}$ ）；耐酸性高（质量损失率为 4.38%），高于 Advantex™ 玻璃纤维（质量损失率为 6.2%）。美国 OCV 公司于 2006 年推出的新一代高性能玻璃纤维 Hiper-tex™ 产品（中国专利 CN101300199A、CN101300200A），其新生态强度为  $4100\sim 4650\text{MPa}$ ，软化点为  $940\sim 960^\circ\text{C}$ 。Hiper-tex™ 的组成物中含有碱土金属氧化物中的 MgO、CaO，总量为  $16\sim 20\text{wt}\%$ ，耐酸质量损失率为 5.5%，而本发明的高性能玻璃纤维组成物主要仅含 MgO，含量为  $11.5\sim 14.5\text{wt}\%$ ，CaO 以杂质形式带入，含量不超过  $0.3\text{wt}\%$ ，耐酸质量损失率为 4.38%。因此本发明的高性能玻璃纤维的强度、耐温性、耐酸性均高于 Hiper-tex™ 及现有国内高强玻璃纤维。

用本发明制备的高性能玻璃纤维作为增强材料的树脂基复合材料，强度高、耐腐蚀、耐高温、质量轻，主要适用于航天、航空、船舶、兵器、能源、建筑、交通运输、电子、环保、风力发电、高级体育用品等领域。

本发明所述高性能玻璃纤维用组成物充分利用了我国资源丰富的矿物原料，原料源广、品位高、价格低廉，通过加入使玻璃易于熔制、均化、澄清的改性氧化物，达到容易熔制均质玻璃且玻璃透热性好的目的。采用本发明所述高性能玻璃纤维用组成物为原料，可用现有耐火材料构造的熔窑、拉丝炉进行熔制和拉丝生产高性能玻璃纤维，降低了生产难度，成本低，具备良好的可生产性，适应工业的连续化生产，并可节约能源。

本发明所述高性能玻璃纤维用组成物，力学性能、耐高温性能、耐酸性能皆高于现有高度强玻璃纤维（HS2™、HS4™）产品。

#### 具体实施方式

本发明的实施例与 S-2™、Advantex™、Hiper-tex™、HS2™、HS4™ 玻璃纤维对比数据如下表所示：

| 序号              | 实施例                                |           |           |           | 比较例       |           |            |           |           |           |
|-----------------|------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------|-----------|-----------|-----------|
|                 | 1                                  | 2         | 3         | 4         | S-2™      | Advantex™ | Hiper-tex™ | HS2™      | HS4™      |           |
| 含量<br>wt<br>%   | SiO <sub>2</sub>                   | 60        | 60.2      | 60.5      | 60        | 65.5      | 59.0~62.0  | 62.45     | 55~57     | 56~58     |
|                 | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>     | 24.5      | 24.2      | 24        | 24.5      | 25        | 12.0~15.0  | 19.51     | 23~25     | 24.5~26.5 |
|                 | MgO                                | 12.5      | 12        | 13        | 13        | 9.5       | 1.0~4.0    | 6.2~11.3  | 11~13     | 14~16     |
|                 | CaO                                | —         | —         | —         | —         | —         | 20.0~24.0  | 4.5~11.2  | <0.3      | <0.3      |
|                 | CeO <sub>2</sub>                   | 1         | 1.5       | 1.5       | 1.5       | —         | —          | —         | 0.6~1.0   | 0.4~0.8   |
|                 | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>      | —         | —         | —         | —         | —         | —          | —         | 2.5~3.5   | 1.5~2.5   |
|                 | WO <sub>3</sub>                    | 1         | 1         | 0         | 0.3       | —         | —          | —         | —         | —         |
|                 | Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>     | 0.3       | 0.3       | 0.3       | 0         | —         | —          | —         | —         | —         |
|                 | Li <sub>2</sub> O                  | 0.2       | 0.2       | 0.2       | 0.2       | —         | —          | —         | <0.5      | <0.3      |
|                 | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>     | —         | —         | —         | —         | —         | 0~0.5      | 0.05~0.4  | <1.0      | <1.0      |
|                 | Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O | —         | —         | —         | —         | —         | 0.1~2.0    | 0.25~1.0  | <0.3      | <0.3      |
|                 | TiO <sub>2</sub>                   | —         | —         | —         | —         | —         | 0~0.9      | 0.01~0.75 | <0.4      | <0.4      |
|                 | F <sub>2</sub>                     | —         | —         | —         | —         | —         | 0~0.5      | —         | —         | —         |
| SO <sub>3</sub> | —                                  | —         | —         | —         | —         | 0~0.5     | —          | —         | —         |           |
| 性能              | 玻璃纤维成型温度/°C                        | 1388      | 1389      | 1381      | 1379      | 1471      | 1260       | 1380      | na        | na        |
|                 | 析晶上限温度/°C                          | 1400      | 1408      | 1410      | 1415      | 1464      | 1204       | 1280      | na        | na        |
|                 | 玻璃纤维拉丝温度/°C                        | 1460      | 1460      | 1460      | 1460      | 1571      | 1260       | 1380      | na        | na        |
|                 | 单丝新生态强度/MPa                        | 4600~4800 | 4600~4800 | 4600~4800 | 4600~4800 | 4600~4800 | 3100~3800  | 4100~4650 | 4200~4600 | 4600~4800 |
|                 | 软化点/°C                             | 966       | 964       | 968       | 965       | 970       | 916        | 940~960   | 920       | 940       |
|                 | 耐酸性(质量损失率/%)                       | 5.1       | 5.25      | 4.38      | 4.66      | 3.8       | 6.2        | 5.5       | 9.8       | 7.2       |

按上表所列各配方的化学组成计算出各种原料所需用量，准确称量后混合均匀配制成配合料，置于铂铑合金熔制坩锅中，在 1510℃~1550℃温度范围内，边搅拌边熔融，熔制 24 小时，得到澄清、均化的玻璃液，把熔制好的玻璃液流放到耐热钢板上，冷却后得到玻璃料块，再将熔制好的玻璃的一部分放入单孔铂铑拉丝炉内，在 1440℃~1450℃下再熔融，通过控制常规的玻璃纤维成型工艺参数（液面高度、热点温度、漏板温度、拉丝机转速等），拉制成直径为 5~22 $\mu\text{m}$  的连续玻璃纤维。测试直径为 7~8 $\mu\text{m}$  的上述各实施例玻璃纤维的新生态强度。玻璃纤维耐酸性测试是采用直径为 10 $\mu\text{m}$  的玻璃纤维在 10wt%HCl 溶液中，96℃条件下，浸泡 24 小时，测量其重量损失率。软化点的测试方法与其它玻璃纤维软化点测试方法相同，采用吊丝法测试。析晶上限温度的测定，采用定点析晶温度测试炉，将定点炉加热到指定温度，保温 60min 后，将待测玻璃放入定点炉中，然后再保温一段时间 30min，取出，在偏光显微镜下观察是否有晶体析出，根据观测结果调节定点炉温度，再进行测试，最终得到玻璃的析晶上限温度。高温粘度的测定是采用美国 BROOKFIELD 高温粘度仪测定。