

中國科學院冶金陶瓷研究所專刊

乙 種 第 4 號

真 空 管 玻 璃 研 究 報 告

賴 其 芳 柳 大 維

張 世 經 薛 志 麟

中國科學院冶金陶瓷研究所編輯

中 國 科 學 院 出 版

中國科學院冶金陶瓷研究所專刊

乙 種 第 4 號

真 空 管 玻 璃 研 究 報 告

賴 其 芳 柳 大 維

張 世 經 薛 志 麟



中國科學院冶金陶瓷研究所編輯

中 國 科 學 院 出 版

1 9 5 4 年

中國科學院冶金陶瓷研究所

專刊編輯委員會

主任委員 周 仁

副主任委員 周行健

委 員 汪厚基 李世瓊

李 林 張福康

真空管玻璃研究報告

中國科學院冶金陶瓷研究所編輯

中 國 科 學 院 出 版

上海藝文書局鑄字印刷廠印刷

新 華 書 店 發 行

書號：54003
(滬) 0001-2,200
字數：20,000

1954年5月 第 一 版
1954年5月第一次印刷
定價 3,000 元

內 容

一、工作經過	1
二、試驗概況	1
I. 工作性質	1
II. 仿製根據	2 /
III. 試驗計劃	3
IV. 試驗經過	3
1. 玻璃成份與用料種類	3
2. 初步試驗經過	3
3. 正式試驗經過	4
4. 改進試驗經過	5
5. 小型生產規模試驗經過	6
三、全部工作經驗總結	6
I. 原料	6
II. 玻璃成份和配方	9
III. 原料處理和拌和	9
IV. 熔製手續	10
1. 所用熔爐式樣及測溫方法	10
2. 坩堝預熱和處理	10
3. 加料手續	11
4. 熔製手續	11
5. 操作手續	12
6. 烘煉手續	12
V. 玻璃的物理性能檢驗	12
VI. 玻璃的化學成份分析	14
VII. 小規模成品生產試驗結果	16
四、討論	18

真空管玻璃研究報告

中國科學院冶金陶瓷研究所

一. 工作經過

本題是華東工業部電氣工業處，根據南京電工廠的需要，早在 1950 年委託本所進行研究的。本所三年來由於設備和人力的限制，以及主觀上重視和努力不夠，工作進行斷斷續續，因此直到今天才告初步結束。

三年來全部試驗工作的進行，可以分為四個階段：

1. 1950 年 6 月至 11 月：用 4—6 公斤容量，在一座小型以焦煤作燃料的鼓風式熔爐內進行。共熔製玻璃 13 次。對玻璃性能作了初步試探。並將熔成的玻璃樣品，測定膨脹係數，同時與鎢絲作了焊接試驗。

2. 1951 年 3 月至 4 月：用 30 公斤容量，在一座中型以柴油為燃料的熔爐內進行。共熔製玻璃 25 次。對玻璃的化學成份、用料情況、以及熔製手續作了比較有系統的試驗。並製出少量成品，送南京電工廠試製真空管。同時將試驗中各種成份的玻璃進行了物性檢定。

3. 1952 年 12 月至 1953 年 1 月：用 10 公斤容量，在一座小型以烟煤為燃料的熔爐中進行了 14 次熔製，把上一階段試驗結果中，最適合的配方，進行重點改進，修正了一部分用料情況和熔製手續。

4. 1953 年 1 月：最後用 80—90 公斤容量，在一座大型以柴油為燃料的熔爐內，進行了一次小型規模生產的試驗。

二. 試驗概況

I. 工作性質

本題是一個仿製性質的工作，仿製的對象是南京電工廠原先採用作製各種真空管的，Corning 公司出品的 G 702 P “Nonex” 玻璃。

*依照美國 Corning 公司 “Nonex” 真空管玻璃規格試製。

這種玻璃主要的特點是：

1. 化學成份很特殊，是一種含硼同時又含鉛的所謂鉛硼質玻璃 (lead borosilicate glass)。此外 SiO_2 的含量比較高，而鹼金屬氧化物的含量却很低。
2. 玻璃的膨脹係數比較低，要求能和鎢絲或膨脹係數與鎢絲近似的合金 (如 Fernico) 焊合。
3. 要求玻璃即使在較高的溫度，電阻係數仍能保持一定數字。

II. 仿製根據

我們的仿製工作是根據下面幾方面的資料進行的：

1. 前中央研究院工程研究所 (即本所前身) 對一種美貨真空管的玻殼的化學分析。

分析的結果如下表所列：

氧 化 物	SiO_2	B_2O_3	PbO	Na_2O	K_2O	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	CaO	MgO	As_2O_3	合 計
%	73.49	15.24	5.76	4.31	0.25	0.73	0.09	0.03	0.27	0.21	0.11	100.49

2. 文獻上所載的一個 G 702 P “Nonex” 玻璃的化學成份：

氧 化 物	SiO_2	B_2O_3	PbO	Na_2O	K_2O	合 計
%	73.0	16.5	6.0	4.5		100

3. Corning 公司出品目錄上所載的 G 702 P “Nonex” 玻璃的幾個物理性質的數據：

比重：	2.35	
膨脹係數：	36×10^{-7}	厘米/厘米/°C (25°C—325°C)
軟化點：	756°C	(玻璃黏度 4.5×10^7 泊 (poise))
烘煉點：	520°C	(玻璃黏度 2.5×10^{13} 泊)
應變點：	494°C	(玻璃黏度 4.0×10^{14} 泊)
電阻係數：	1170×10^6	歐姆/厘米 ³ (在 250°C)
	25.1×10^6	歐姆/厘米 ³ (在 350°C)

III. 試驗計劃

我們原定的試驗計劃大致是這樣：

1. 參考上述資料，擬定一種或二種初步的玻璃化學成份，於是根據一般玻璃配方理論，按所定的成份配置引入各種氧化物的主要原料，此外再酌加氧化劑，澄清劑等輔助原料，定出幾種玻璃大致的配方。於是進行初步熔製，將熔成的玻璃，測定膨脹係數與資料中所列的數據比較。

2. 根據上述測出的膨脹係數，決定變換玻璃化學成份的方向，系統的變換玻璃的化學成份，進行一系列的熔製；並將每種化學成份不同的玻璃，再進行膨脹係數的測定。然後根據膨脹係數，來選擇出合適的玻璃成份。

3. 待玻璃的化學成份決定之後，於是根據一般玻璃熔製理論，變換用料及熔製手續，逐步改進玻璃中存在的缺陷和製作性能，改進玻璃配方。

4. 選出最好的配方，進行重點改進。

5. 按最後決定的配方和熔製手續，進行小規模生產性的試驗，求得推廣的參考數據。

IV. 試驗經過

1. 玻璃成份與用料種類：我們所採用的玻璃成份祇含五種氧化物，即： SiO_2 , B_2O_3 , PbO , Na_2O 和 K_2O 。

引入這五種氧化物的原料如下：

SiO_2 用石英粉

B_2O_3 用硼酸 (H_3BO_3) 和硼砂 (即含水硼酸鈉 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)

PbO 用紅丹 (即四氧化三鉛 Pb_3O_4)

Na_2O 用硼砂及蘇打或純鹼 (即碳酸鈉 Na_2CO_3)

K_2O 用碳酸鉀 (K_2CO_3)

其次，由於玻璃中含 PbO ，為了使配方中具有充分氧化性質，所以再採用火硝 (即硝酸鉀 KNO_3) 和智利硝 (即硝酸鈉 NaNO_3) 作為氧化劑，代替一部分碳酸鉀和碳酸鈉。同時，由於玻璃中 B_2O_3 的含量較高，玻璃熔製過程中不易均勻一致，採用上述替代，可以增加配方中的氣體比，使玻璃在熔製過程中，得到充分的自然攪拌作用。此外，配合上述兩種氧化劑，再在配方中加入適當數量的白砒 (即三氧化二砷 As_2O_3) 作為澄清劑。

2. 初步試驗經過：用 4—6 公斤容量，在一座小型以焦煤為燃料的鼓風式

熔爐中進行。採用這種形式的爐灶，主要的目的在求得較高的爐溫。在這一初步試驗中，我們採用的玻璃成份有二種：

編號	% 氧化物					合 計
	SiO ₂	B ₂ O ₃	PbO	Na ₂ O	K ₂ O	
試 001 號	72.9	16.5	6.0	3.7	0.9	100
試 002 號	72.2	16.7	6.1	3.8	1.2	100

經過 13 次熔製，得到了如下一些情況：

- (1) 玻璃熔製溫度須在 1480°C—1500°C (坩堝內部溫度) 之間。
- (2) 熔製時間須在 10 小時左右。
- (3) 操作溫度須在 1350°C 以上。
- (4) 玻璃在操作時極容易有析晶的傾向。
- (5) 玻璃的澄清不很容易。
- (6) 玻璃中有極嚴重的條紋現象。

此外，由於熔製溫度過高，市售的國產坩堝，極易變形而破裂。

把熔成的玻璃取試樣，初步測定膨脹係數如下：

試 001 號：平均在 40×10^{-7} 厘米/厘米/°C (室溫至 350°C)

試 002 號：平均在 42×10^{-7} 厘米/厘米/°C (室溫至 350°C)

把玻璃吹成玻殼玻棒和玻管等，與錫絲作焊接試驗，製成 200 瓦特照明電燈泡，使用時無漏氣現象發生。

3. 正式試驗經過：用 30—50 公斤容量，在一座中型以柴油為燃料的熔爐內進行。根據上一階段試驗結果，我們在這個階段內，進行了下列幾個方向的試驗：

(1) 將玻璃的化學成份進行了比較有系統的變換，用測定每種成份不同的玻璃的膨脹係數，來選擇最適當的玻璃成份。變換的重點放在 Na₂O 和 K₂O 兩者的百分率上。兩者合併的總量 (即 K₂O+Na₂O 的百分率) 從 4.5% 逐漸變到 5%，維持 B₂O₃ 和 PbO 的百分率不變，而用增減 SiO₂ 的百分率來平衡上述變化。Na₂O 和 K₂O 兩者之間的關係，則從 Na₂O: K₂O=4:1 變到 Na₂O: K₂O=1:4。

(2) 為了解決玻璃中所發生的氣泡，條紋等缺陷，在用料上變換硼砂、硼酸、碳酸鉀、碳酸鈉、火硝、智利硝以及碎料的用量和它的配合關係，使玻璃在

熔製過程中，有適當的攪拌和澄清作用，同時並儘可能減低某些侵蝕性較大的粉料對坩堝的侵蝕作用。

(3) 爲了防止坩堝變形，減低玻璃熔製溫度到 1450°C (坩堝內部溫度) 左右。加長玻璃熔製時間到 12 小時左右。

試驗結果，得到下列一些初步結論：

(1) Na_2O 和 K_2O 的總量若低於 4.6%，玻璃極易析晶而使成品中起夾砂現象。

(2) $\text{Na}_2\text{O} : \text{K}_2\text{O} = 4 : 1$ 時，玻璃的製作性能比較好，可是膨脹係數比較大。
 $\text{Na}_2\text{O} : \text{K}_2\text{O} = 1 : 4$ 時，玻璃的膨脹係數最低，但玻璃的製作性能不好。

(3) 用料方面，如果使配方中的氣體比在 16% 左右對於玻璃的澄清，比較合適。

(4) 在粉料中滲用碎料可以改進玻璃中條紋現象，最高的用量可達粉料的 80% 左右。

此外，在這個階段的試驗中，我們還按南京電工廠供給我們的圖樣，將五種在化學成份上有代表性的玻璃製成 T-18 B2 型無線電發報機整流管玻殼，T-10-LL 電影放映燈玻殼，以及各種尺寸的玻管和玻桿，送請南京電工廠試製成品。

根據這個階段試驗結果，我們得到兩種性能比較優良的玻璃成份：008 號和 005 號，他們的化學成份和膨脹係數如下：

化學成份

玻璃編號 \ % 氧化物	SiO_2	B_2O_3	PbO	Na_2O	K_2O	合 計
008 號	72.9	16.5	6.0	3.7	0.9	100
005 號	72.9	16.5	6.0	2.3	2.3	100

膨脹係數

008 號： 41.2×10^{-7} 厘米/厘米/ $^{\circ}\text{C}$ (室溫至 350°C)

005 號： 39.9×10^{-7} 厘米/厘米/ $^{\circ}\text{C}$ (室溫至 350°C)

4. 改進試驗的經過：根據上一階段試驗的結果，玻璃成品中的幾種缺陷：

氣泡、條紋和起砂現象，雖有若干改進，但並沒有得到滿意的解決。主要是在試製正式玻管和玻殼時，能夠選得合格的成品數量很少，廢品率很高。因此，再進行重點改進試驗，目的把上一階段試驗結果，認為最滿意的兩種成份進行校正：化學成分，配方和熔製手續等等。經過在一小型以烟煤為燃料的熔爐中，用 10 公斤容量進行了 14 次熔製，獲得了比較滿意的結果；特別是把熔製溫度從 1450°C 左右再降到 1430°C 左右（均為坩內溫度），並將熔製時間增加到 20 小時以上之後，基本上消滅了玻璃中的起砂和氣泡的缺陷，有效地改進了條紋的現象。

5. 小型生產規模試驗的經過：最後，我們用 80 公斤容量，在一座大型柴油熔爐內進行了一次小規模生產性的試驗，產品仍舊是 T-18 B2 型整流管玻殼，T-10-LL 型放映燈玻殼和 3.6 毫米直徑到 30 毫米直徑的各種尺寸的玻管。求得了一些參考數據，和生產規模熔製中的工作方法。

三. 全部工作經驗總結

根據上述各階段試驗結果，我們把真空管玻璃（Nonex）的製造方法和其性能總結如下：

I. 原 料

我們試製所用的原料，如前所述，共有九種，現在分別介紹如下：

1. 石英粉：用以引入玻璃中 SiO_2 ，我們前後共用過兩種，其化學分析成分如下：

原料編號 \ % 成分	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	燒失量	合 計
無號	98.84	0.64	0.019	0.14	—	0.34	99.979
002	99.46	0.40	0.04	0.06	0.005	0.15	100.115

兩種都是間接從原料行或石粉廠買來，來時即已磨成粉狀，原石英石產地已經無法查考。我們在配料時，把它先後用 40 眼及 80 眼的篩子過篩，取用 40—80 眼之間的顆粒。過篩之後，由於其細顆的泥質被篩除，因此含 Al_2O_3 % 減低；我們曾將 002 號石英粉 40—80 眼之間的顆粒分析其主要成分，結果如右： SiO_2 99.7%， Al_2O_3 0.09%。一般說起來，對於製造本題這種玻璃用的石英粉或石英砂，要求 Al_2O_3 的含量愈低愈好。因為 Al_2O_3 對玻璃會有降低它的電阻性能的影響。

2. 紅丹 (即四氧化三鉛 Pb_3O_4) : 用以引入 PbO , 我們也採用過二種, 化學成份如下:

$\% \quad \text{成份}$ 編號	Pb_3O_4	PbO	Fe 總量	不溶物	合 計
1 號	95.68	4.46	0.004	0.012	100.156
3 號	94.96	4.38	0.003	痕跡	99.343

兩種都是進口貨, 牌號不明, 國產品紅丹雖然也不少, 但是大都用在做油漆上, 因此品質不太合用, 有害雜質含量太高; 所以採用的時候必須選用專門製造玻璃用的紅丹廠家的出品。

3. 硼酸 (H_3BO_3): 用以引入 B_2O_3 。化學成份如下:

$\% \quad \text{成份}$ 原料編號	H_3BO_3	Fe_2O_3	不 溶 物	合 計
003	99.92	0.001	0.001	99.922

係市售的進口貨, 牌號不明。

4. 硼砂 ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$): 用以引入 B_2O_3 及 Na_2O 。我們所採用的雖然是進口貨的商用規格, 但它的純度很高, 化學分析成分如下:

$\% \quad \text{成份}$ 原料編號	Na_2O	B_2O_3	H_2O	Fe	合 計
001	16.4	36.63	47.15	0.004	100.184
無號	16.15	36.53	47.12	0.004	99.804

5. 蘇打或純鹼 (即碳酸鈉 Na_2CO_3): 用以引入 Na_2O 。我們所採用的是國產永利公司出品。化學成分如下:

$\% \quad \text{成份}$ 原料編號	Na_2CO_3	Na_2SO_4	$NaCl$	Fe_2O_3	水份	不溶物	合 計
011	95.81	0.05	0.87	0.004	3.09	0.04	99.864

因為碳酸鈉比較容易受潮而增加含水量之百分率，因此我們在配料的時候，每次稱用之前，另外再用標準 HCl 酸液滴定 Na_2CO_3 含量之百分率，然後在料方中校正。

6. 碳酸鉀 (K_2CO_3)：用以引入 K_2O 。我們所採用的也購自原料行，出品廠家不明。我們前後用過三種，它的化學成份，經過分析，大致只含微量的 Na_2CO_3 、 K_2SO_4 、 Na_2SO_4 、 KCl 、 NaCl 和 Fe_2O_3 等雜質，對於本題試驗不足為害。至於 K_2CO_3 的含量，由於它極其容易潮解，分析的結果沒有參考價值。我們也是在每次配料稱用之前，用標準鹽酸溶液滴定當時其中實含 K_2CO_3 的百分率來校正料方。

7. 智利硝（即硝酸鈉 NaNO_3 ）：用作氧化劑和引入 Na_2O ，我們所採用的也是進口貨，純度接近 100%。

8. 火硝（即硝酸鉀 KNO_3 ）：用作氧化劑和引入 K_2O ，其製造廠家不明。化學成份如下：

原料編號 \ % 成份	KNO_3	Fe	Cl	水分	合計
015	99.74	0.003	0.04	0.2	99.983

9. 白砒（即三氧化二砷 As_2O_3 ）：用作澄清劑。化學成份如下：

原料編號 \ % 成份	As_2O_3	Sb_2O_3	Fe_2O_3	SO_4	揮發物	合計
009	98.35	0.85	0.018	0.06	1.26	100.538

總之，對於製造本題進行試驗的這種玻璃，在上述九種原料中，除了引入 SiO_2 用的石英粉和石英砂，要求儘可能採用含 Al_2O_3 不要太高者之外，對其餘的原料，只要它們的純度能夠達到一般製玻璃用原料的標準，並沒有其他特殊的要求。至於各種原料中的含鐵量，則愈低愈好，以減少玻璃的着色作用，使製成玻殼，用於真空管中的時候，熱易輻射外散，本身溫度不致太高。

此外，碎料方面，我們在試驗過程中所用的都是利用與玻璃粉料化學成份相同的廢品和料頭。用時先經過剔選，凡夾有砂屑和染有鐵銹的都剔除棄去，不再回爐。碎料的塊子大小，最大不超過直徑 2 厘米，最細的不超過 10 眼以下。回爐之前並用清水沖洗，除去其表面的塵屑。

II. 玻璃成份和配方

根據上述試驗結果，我們最後得到二種性能比較優良的成份如下：

玻璃編號 \ 氧化物 %	SiO ₂	B ₂ O ₃	PbO	Na ₂ O	K ₂ O	合 計
005號	72.9	16.5	6.0	2.3	2.3	100
008(2)號	73	16.5	6.0	3.5	1	100

其配方成份如下：

原 料 名 稱	005 號	008 (2) 號
石 英 粉 (SiO ₂)	100.00	100.00
硼 酸 (H ₃ BO ₃)	40.21	22.38
硼 砂 (Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O)	—	27.40
紅 丹 (Pb ₃ O ₄)	8.42	8.41
蘇 打 (Na ₂ CO ₃)	5.39	—
碳酸鉀 (K ₂ CO ₃)	2.82	—
智 利 硝 (NaNO ₃)	—	0.9
火 硝 (KNO ₃)	2.66	2.95
白 砒 (As ₂ O ₃)	1.00	1.00
碎 料	48.15	48.912
合 計	208.65	211.952

上列配方中所列的數字，都是按所用原料 100% 純度計算，實際配方時，每種原料都應該按它的化學分析所指示的純度校正。

III. 原料處理和拌和

由於這種玻璃在熔製中不易均勻，因此對於原料拌和的要求比較嚴格。我們在試驗過程中所採用的拌和的方法是這樣：

1. 把全部所用的原料，除石英粉用 40—80 眼之間的顆粒之外，其餘各種原料都在秤料之前，先行研細，使通過 30 眼左右的篩孔。

2. 在料秤齊之後，先用人工翻拌相當時間，最好仍用上述篩眼或比上述篩

眼較大的篩子反復篩拌。

3. 最後將已經初步拌和的全部原料，放在一正立方形，以其對角線為旋轉軸的拌料機中，再拌和一小時。拌料機的旋轉速度每分鐘在 60 轉左右。

至於料方中加入的碎料，根據我們的經驗，不宜同粉料一起拌和，因為它容易使易潮解的原料附着於它的表面，而影響原料拌和的均勻程度。所以我們採用的碎料和粉料拌和的方法如下：先將粉料用上述方法充分拌和之後，再用人工將碎料拌入粉料內，釉坩（手續詳見“坩埚預熱及處理”一節）的碎料則另行留開。

IV. 熔製手續

1. 所用熔爐式樣及測溫方法：

在我們試驗中，最後進行成品試造時所用的熔爐是一座二坩式。用中質柴油作為燃料的熔爐。坩埚的容量每坩可熔玻璃粉料 80 公斤左右。噴油的燈頭是一種直筒式高氣壓燈頭；柴油本身除了油塔高度所給予的壓力之外，不再加壓力；初級空氣則用壓縮空氣從燈頭中和油一起送入熔爐。壓力在 40—45 磅之間；次級空氣從煙道附近兩側，靠煙道拉力自然流入，祇是它的入道盤旋在煙道的隔牆中，略有預熱作用。煙道高度約 20 公尺左右。

熔爐內部的溫度，由爐頂中央部分插入鉑——鉑 10% 銠 (Pt—Pt 10% Rh) 合金的熱電偶絲測量。坩埚內部和熔融玻璃表面的溫度，則用光學測溫儀測量。

熔爐內部最高可達到 1550°C，坩埚內部最高可達到 1500°C。

2. 坩埚的預熱和處理：

本題所用的熔玻璃坩埚，係採用市售的國產坩埚，因為目前國產坩埚都用手工塑捏，坯質既不密緻，而且各廠習慣，只把坩埚烘燒至使它具有足夠強度可以搬運，即行出廠。故坯質內部瓷化程度也很低，空隙度很大。我們為增加這種坩埚對熔融玻璃侵蝕的抵抗能力，在使用的時候，再把它進行燒結手續；同時，在另一方面，為了照顧到坩埚在熱換時，不致因空隙度太小，容易引起裂痕起見，我們不把坩埚燒結手續在預熱爐內進行，而直接在玻璃熔爐內進行，就是在空爐熱換到熔爐之後，不立刻加料，而把它加熱到燒結溫度，燒結一相當時間，再進行加料。燒結的溫度和時間，要看坩埚的坯質成份而定。

上海各廠出品的坩埚，我們把它空燒到 1450—1480°C（坩埚內部溫度），並維持 6—8 小時，效果還不錯。

此外，為了防止玻璃粉料中一部分原料對坩埚的侵蝕，我們在加入粉料之前

把一部分玻璃碎料先行加入坩內，等它完全熔融之後，設法塗抹在坩埚內壁。

3. 加料手續：

因為本題玻璃的配方中，硼酸和硼砂的含量比較高，所以加料時不宜一次加入太多，否則在粉料熔化過程中，沸騰時很容易溢出坩外，影響玻璃成份，同時也不宜將加料次數增多，延長加料時間。我們試驗的結果，採用下列方式比較合適。

(1) 加料溫度：在整個加料過程中，熔爐內部儘可能維持 1450°C ，在第一次加料前，坩埚內部須到達 1400°C 。

(2) 加料次數、時間和數量：粉料共分五次加入坩內。次數、時間與數量如下表所列：

次 數	第 一 次	第 二 次	第 三 次	第 四 次	第 五 次	合 計
時 間	—	2 小時後	4 小時後	5 小時半後	6 小時半後	6 小時半
數 量	35%	35%	10%	10%	10%	100%

上列每次加料間隔時間，僅供參考，在實際上，每次加料之前，要看前次加入之料在坩內融化的情形來決定，大致在前一次加入之料經過沸騰平復之後，才能加入第二次料；而沸騰的快慢全看爐內溫度穩定與否決定。

4. 熔製手續：

等料加完，開始進行熔製時，熔爐內部溫度須保持在 1480°C 左右，坩埚內部則保持 1430°C 左右。熔爐內部溫度，在料加完之後，把空氣和油的供給量稍加調整，大約在 2 小時之後，即可到達。坩埚內部，由於原料熔化關係，大約在 8 小時之後才能到達。等到坩埚內部溫度到達 1430°C 左右，料已完全熔化，玻璃就開始進入澄清階段；大約再過 7 小時左右，玻璃便完全澄清。但這時不宜按一般玻璃熔製手續，立即開啓坩埚蓋，任玻璃迅速冷卻至操作溫度。根據我們的經驗，如果如此，玻璃中的條紋和起砂現象往往會很嚴重，有時甚至會發生氣泡現象。這時應該把油和空氣再行調節，同時只開啓坩埚蓋上挑樣之小孔，使熔爐內部溫度維持 1450°C 左右，坩埚內部維持 1400°C 左右，再 8 小時。然後再敞

開坩蓋，將燈頭逐漸關小，使玻璃冷却至操作溫度。

5. 操作手續：

根據我們試驗結果，玻璃操作溫度，在 1300°C — 1350°C 之間為最適宜（量熔融玻璃表面的溫度）。如果低於 1300°C ，玻璃開始發生析晶現象，成品中便會起砂。同時，在操作進行時，玻璃表面除了在開始的時候括料一次之外，隨時取料、隨時須看玻璃表面的情況進行括料。如果在製作過程中，其表面溫度已低於 1300°C ，所取得之料中開始發現起砂現象，應該把坩埚重行蓋起，再行加熱至 1300°C 以上，然後繼續製作。

6. 烘煉手續：

關於這種玻璃的烘煉溫度和應變溫度，本所因為限於設備，無法測定。根據我們實際試驗的結果，採用下列手續進行烘煉，可以使經過烘煉的玻璃，在應變檢驗儀中檢視時，便無顯著的應變可見。

(1) 烘煉溫度範圍： 490°C 至 510°C

(2) 烘煉時間：1—2 小時。就是在全部玻璃成品送入烘煉爐之後，封閉爐門，把爐溫維持在烘煉溫度 1—2 小時。

(3) 冷却速度：接着使爐溫慢慢下降，下降的速度如下：

$510-490^{\circ}\text{C}$ 之間，每小時下降 5°C ；

$490-440^{\circ}\text{C}$ 之間，每小時下降 10°C ；

$440-150^{\circ}\text{C}$ 左右，是把爐火熄滅，利用爐內餘熱，讓玻璃留在爐內，慢慢自然冷却；

150° 左右一室溫，可把玻璃自爐內取出，或敞開爐門，使其冷却。

在上述烘煉溫度範圍內，選擇烘煉溫度，一方面須看製品的厚薄，另一方面則要看冷却時溫度能否控制得很好而定。如果製品較薄，而在 $510-490^{\circ}\text{C}$ 之間無法控制每小時下降 5°C 這樣一個速度，則寧可選擇較低的烘煉溫度，而把烘煉時間加長到 2 小時以上。因為這樣，即使冷却速度稍快，使玻璃表面和中心之間發生溫度漸差，但由於烘煉溫度低，玻璃之黏度較大，不致失去過多的“暫時應變”。因此便可以避免當玻璃冷到室溫的時候，引起過大的“永久應變”。

V. 玻璃的物理性能檢驗

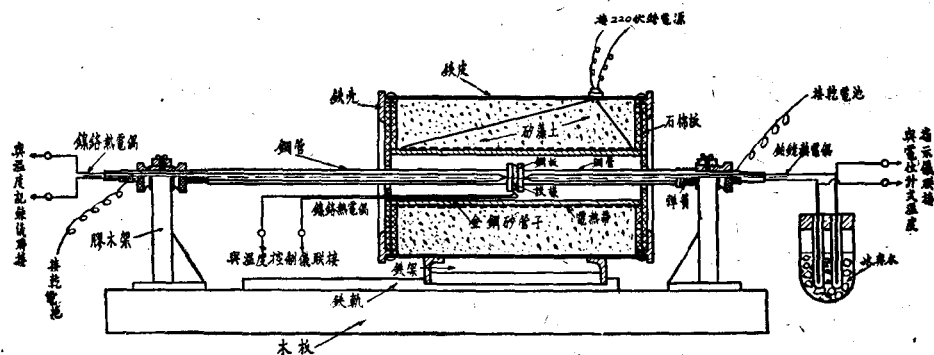
關於玻璃之物理性能，本所限於設備，祇測定了下列三種：

數據 玻璃編號	物性名稱 及單位	軟化溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	膨脹係數 (厘米/厘米/ $^{\circ}\text{C}$) (至溫至 350°C)	電阻係數 (歐姆-厘米) (350°C)
005 號		740	40.0×10^{-7}	3.9×10^8
008(2) 號		739.5	41.4×10^{-7}	1.15×10^8

上列數字中，軟化溫度係根據律德爾頓氏 (Littleton) 方法測定。膨脹係數係用光波干涉儀測定。前者數據比參考文獻所載為低，而後者數據比較大，主要的原因是因為玻璃在熔製過程中化學成份發生了一些變化（詳見“玻璃的化學成份分析”）。電阻係數的測定，採用下列方法：

1. 試樣：將玻璃製成直徑 5 厘米，厚 0.3 厘米的圓片，兩面磨平並塗銀，側面則設法使之不染有任何銀跡。在測定之前，將試樣在烘箱中完全烘乾。

2. 加熱電爐：其構造如圖所示。係一管形電爐。上述試樣則夾於爐內兩根銅管端上兩塊塗有銀的圓形銅板之間；使試樣的塗銀面與銅板的塗銀面密合。兩根銅管的尾端，一根聯接在一組乾電池上，一根聯接在微電流計上。爐內按裝熱電偶三副：一副為鎳-鎳鉻熱電偶，裝在爐之中部試樣附近，與一具溫度控制儀聯接，作為控制爐溫之用，使試樣在測定電阻時，溫度變化的幅度不超過 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ；另兩副均插在上述夾試樣的銅管內，使其頂端與銅板非常靠近，但不接觸；一副亦為鎳-鎳鉻熱電偶，與一具溫度記錄儀聯接，作為記錄試樣在爐內加熱時溫度變化用，另一副則為鉑-鉑 10% 銑熱電偶，與一具電位計式溫度指示儀聯接，作為測定試樣本身溫度用，溫度讀數之精確度為 0.1°C 。



電阻係數測定電爐圖