

ICS 81.060.10
Q 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 29758—2013

陶瓷用熔块

Frit for ceramics

2013-09-18 发布

2014-06-01 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



陶瓷用熔块

1 范围

本标准规定了陶瓷用熔块的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本标准适用于陶瓷用熔块。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6566 建筑材料放射性核素限量

GB/T 15555.2 固体废物 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 23460.1 陶瓷釉料性能测试方法 第1部分:高温流动性测试 熔流法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

熔块 frit

使用矿物及化工原料按一定比例混合均匀,经高温熔融后淬冷制成的晶态或非晶态陶瓷装饰用原料。根据用途一般分为乳白熔块、透明熔块和微晶熔块。

3.2

标样 standard sample

经供需双方认可,抽取若干数量封存并记录批号,留作该品种每次检验时的标准对照样。

3.3

杂质 impurity

与正常产品不一致的异物(包括夹生)。

3.4

色差 colour difference

用明度、色调和彩度三种颜色属性差异表示,即根据 CIE 色空间的 Lab 原理,测量显示出标样与样品颜色之间的差值,用 ΔE^* 表示。

3.5

体膨胀系数 coefficient of cubical expansion

平均线膨胀系数 α 的三倍。平均线膨胀系数 α 指在一定的温度间隔内,试样的长度变化与温度间隔及试样初始长度之比。

3.6

软化点 softening temperature

熔块膨胀值由上升转为下降时所对应的峰值温度。

3.7

高温流动性 flow behavior under high temperature

熔块在熔融过程中的黏性流动。

3.8

可溶性铅镉含量 content of soluble lead and cadmium

熔块与硝酸溶液相接触,溶出于溶液中的铅镉含量。

4 技术要求

4.1 杂质

与标样对比不多于标样。

4.2 粒度、厚度

粒状熔块 85%以上(含 85%)的颗粒 $\leq 4.7\text{ mm}$ (相当于 4 目筛余不超过 15%),最大粒度不大于 8.0 mm。片状熔块的厚度平均值 $\leq 3.0\text{ mm}$ 。特殊用途熔块供需双方协商。

4.3 含水率

平均值 $\leq 4.0\%$ 。

4.4 试烧表面质量

釉面试烧成试样表面的平整度、光亮度、表面缺陷与标样对比无明显差别。

4.5 色差

与标样对比 $\Delta E^* \leq 1.5$ 。

4.6 体膨胀系数

与标样值对比相对误差不超过 7%。

4.7 软化点

与标样值对比偏差不得超过 10 °C。

4.8 高温流动性

高温流动长度系数(FI)满足 1 ± 0.25 ;高温流动宽度系数(Fb)满足 1 ± 0.15 。

4.9 可溶性铅镉含量

熔块制造商报告可溶性铅镉含量。

4.10 放射性核素限量

熔块制造商报告放射性内外照射指数。

5 试验方法

5.1 杂质

用目测方法进行。取标样和试样各 500 g,同时在烘干箱内以 105 °C~110 °C 烘干 2 h,取出冷却后,分别平铺在白纸或白瓷片上,在 300 lx 漫射光照下相距 0.5 m 目测。

5.2 粒度、厚度的测定

5.2.1 粒度

5.2.1.1 仪器设备

仪器设备包括：

- a) 试样盘或板；
- b) 恒温干燥箱；
- c) 天平：精度 0.01 g；
- d) 干燥器。

5.2.1.2 测定步骤

称取烘干后的粒状产品试样 500 g (m_1)，用 4.7 mm (4 目) 筛网进行筛分，称取未通过 4.7 mm (4 目) 筛网的试样 (m_2)，粒度小于或等于 4.7 mm (4 目) 的熔块所占的百分比按式 (1) 计算；大于 4.7 mm (4 目) 的颗粒用精度为 0.02 mm 的游标卡尺测量。

粒度 X_1 按式 (1) 进行计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——筛前试样质量，单位为克 (g)；

m_2 ——筛后试样质量，单位为克 (g)。

所得结果修约至一位小数。

5.2.2 厚度

随机抽取片状熔块产品 10 片，用精度为 0.02 mm 的游标卡尺测量厚度，计算平均值。

5.3 含水率

5.3.1 仪器设备

仪器设备包括：

- a) 试样盘或板；
- b) 恒温干燥箱；
- c) 天平：精度 0.01 g；
- d) 干燥器。

5.3.2 测定步骤

称取 100 g ± 1 g 试样 (m_3)，准确到 0.01 g，放入试样盘或板中，将试样盘或板放入恒温干燥箱于 105 ℃ ~ 110 ℃ 烘 2 h。取出试样放入干燥器中冷却至室温，称量，以后每烘 1 h 冷却称量一次，直到两次称量差不大于 0.1 g 止，得到烘干后试样质量 (m_4)。

含水率 X_2 按式 (2) 进行计算：

$$X_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_3 ——烘干前试样质量，单位为克 (g)；

m_4 ——烘干恒重后试样质量,单位为克(g)。
所得结果修约至一位小数。

5.4 试烧表面质量试验

5.4.1 调合

称取试样(或标样)500 g,加入适量的水后球磨、过筛,制成合格的釉浆。

5.4.2 施釉

与标样在同一坯体相应位置按要求重量施釉,标样和试样的施釉厚度应相同,施釉方式应一致。

5.4.3 烧成

将施有标样和试样釉的试片在相应规定的制度下同时进行烧成。

5.4.4 试烧表面质量的试验方法

将施有标样和试样釉的试片在 300 lx 漫射光照下相距 0.5 m 目视比对。

5.5 色差

校正色度仪后,将 5.4.3 烧成的试片置于仪器上进行色差测量,并按式(3)~式(6)进行计算:

$$\Delta L^* = L_1^* - L_0^* \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\Delta a^* = a_1^* - a_0^* \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\Delta b^* = b_1^* - b_0^* \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ΔL^* ——样品与标样的亮度差值;
 L_1^* ——样品的亮度值;
 L_0^* ——标样的亮度值;
 Δa^* ——样品与标样红绿方向的颜色差值;
 a_1^* ——样品红绿方向的颜色变化值;
 a_0^* ——标样红绿方向的颜色变化值;
 Δb^* ——样品与标样黄蓝方向的颜色差值;
 b_1^* ——样品黄蓝方向的颜色变化值;
 b_0^* ——标样黄蓝方向的颜色变化值;
 ΔE^* ——样品与标样的比较色差值。

5.6 体膨胀系数的测定

5.6.1 试验仪器、设备及材料

试验仪器、设备及材料包括:

- 热膨胀仪:炉体加热均匀并保证在样品长度方向上的温差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 范围内;
- 烘箱:有热风循环、最高温度 300°C ;
- 样品槽:具有一定的吸水率和耐高温性,用于满足制备试验釉棒的小槽;
- 耐火垫板: 1250°C 不变形;
- 游标卡尺:精确度 0.02 mm ;

- f) 直角钢钩:直径 15 mm~30 mm,钩长 50 mm~100 mm,柄长不小于 1 500 mm;
- g) 坩埚:使用温度 1 600 ℃以上,容积不小于 300 mL;
- h) 箱式电炉:最高温度不低于 1 500 ℃。

5.6.2 试验熔块棒的制备

5.6.2.1 堆烧法步骤如下:

- a) 取待测试料直接放入均匀铺洒了氧化铝粉或高岭土粉的样品槽内,对于大颗粒试验料需进行破碎处理,确保颗粒直径小于 0.425 mm(40 目)筛网。
- b) 将样品槽置于电炉中以待测试样实际使用温度烧成并冷却。
- c) 将烧制后的釉块取出后用切割机或砂轮、砂纸等工具将其制备成热膨胀仪测试所需样品尺寸,应磨削掉沾带的氧化铝粉或高岭土粉。

5.6.2.2 拉棒法步骤如下:

- a) 取适量的试样加入到坩埚中,将坩埚放入箱式电炉中,升温至试样熔融后恒温至少 1 h,让试样充分熔融成玻璃液。
- b) 打开箱式电炉门,用坩埚钳取出坩埚把试样玻璃液倒出,用直角钢钩在下方接住玻璃液体,转动钩柄使流出的玻璃液体在钢钩上形成球状玻璃膏。
- c) 快速移开直角钢钩,将钩上球状玻璃膏粘到耐火垫板上,垂直向上慢慢拉升,把玻璃膏拉成圆柱玻璃棒,冷却后将玻璃棒从直角钢钩上截取下来。
- d) 将拉制好的试样棒用切割机或砂轮及砂纸等工具,将其加工成热膨胀仪测试所需样品尺寸。
- e) 在熔块生产时,可直接用直角钢钩在高温窑炉流口下方将玻璃液拉棒。

5.6.3 试验釉棒要求

5.6.3.1 直径与长度应与热膨胀仪测试要求尺寸一致,直径误差不超过 ± 0.5 mm,长度误差不超过 ± 0.1 mm。

5.6.3.2 试验釉棒应呈圆柱状,粗细均匀,无明显空心 and 气泡,不含有杂质。

5.6.3.3 试验釉棒两端面应平整且平行,并垂直于轴向。

5.6.4 测试步骤

5.6.4.1 用游标卡尺测量室温下待测试样釉棒长度,精确至 0.02 mm。

5.6.4.2 开启热膨胀仪预热至少 30 min 后将试验釉棒装入热膨胀仪中,应保持釉棒平直、稳定并与传递杆接触良好。

5.6.4.3 设定升温速率为 5 ℃/min。启动热膨胀仪升温至所需测试温度为止。

5.6.5 结果表示

线膨胀系数 α 用 $10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ 表示,精确到小数点后第二位,按式(7)表示:

$$\alpha = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L}{\Delta t} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

α ——线膨胀系数, $10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$;

L_0 ——室温下试样长度,单位为毫米(mm);

ΔL ——试验釉棒在室温和测试温度之间的增长,单位为毫米(mm);

Δt ——温度升高值,单位为摄氏度(℃)。

体膨胀系数 = 3α , 用 $10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ 表示

5.7 软化点的测定

在 5.6 测试中,记录膨胀过程的数据,膨胀值由上升转为下降时所对应的峰值温度为软化点。

5.8 高温流动性

按照 GB/T 23460.1 的规定进行。

5.9 铅镉含量

5.9.1 试剂

试剂包括:

- 硝酸(HNO_3 , $\rho=1.42 \text{ g/mL}$),优级纯;
- 硝酸溶液(1+1),用硝酸(a)配制;
- 去离子水或蒸馏水。

5.9.2 仪器

仪器包括:

- 原子吸收分光光度计;
- 过滤装置:玻璃砂芯过滤器、纤维滤膜(孔径 $\phi 0.45 \mu\text{m}$);
- 可调电加热板。

5.9.3 试样制备

试样经清洗、烘干、粉碎、研磨至通过 $80 \mu\text{m}$ (180 目)孔径筛,储于干净的称量瓶备用。制备过程应避免引入杂质。

5.9.4 试验溶液的制备

称取试样 10 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,加入 25 mL 硝酸溶液,用少量蒸馏水冲洗烧杯壁,搅拌均匀,盖上表面皿。加三粒沸石,置于 150°C 低温加热板上加热 2 h,冷却静置 1 h,立刻过滤到 50 mL 容量瓶中冲洗至刻度,摇匀。此为待测样品实验溶液。

5.9.5 空白试验溶液

用去离子水或蒸馏水代替样品,采用和样品相同的步骤和试剂,在处理样品的同时制备空白实验溶液。

5.9.6 测定

试验溶液中可溶性铅镉的含量按照 GB/T 15555.2 规定的进行。

5.9.7 结果计算

重金属的含量用式(8)计算:

$$\omega = (a_1 - a_0) \times 50 \times \frac{F}{m} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

ω ——(铅、镉)可溶性含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

a_1 ——试剂空白浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

a_0 ——从标准曲线上测得的试验溶液(铅、镉)的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

50 ——萃取溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

F ——稀释因子;

m ——称取样品的质量,单位为克(g)。

5.10 放射性核素限量

按照 GB 6566 的规定进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

出厂检验项目检验包括 4.1、4.2、4.3、4.4、4.5。

6.2 型式检验

型式检验项目为本标准第 4 章技术要求中的全部内容,在下列情况下进行型式检验:

- a) 新产品投产或产品定型鉴定时;
- b) 原材料、配方、工艺有较大改变时;
- c) 正常生产时,每半年进行一次;
- d) 停产 6 个月以上再恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上一次型式检验结果有较大差异时;
- f) 上级质量监督检验机构提出型式检验要求时。

6.3 组批和取样

产品按同品种、同类别组批,以每 60 t 为一批,不足 60 t 仍按一批计。在每个检验批次的不同部位随机取样,取样点不少于 10 个,取样总量不小于 2 kg。

6.4 检验规则

检验结果中如有指标不符合本标准规定时,可用备样重新检验。重新检验结果中有一项指标不符合本标准规定,则整批产品视为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志、包装

出厂产品应附有产品质量合格的证明并注明执行标准号。产品包装上应注明:商标、产品名称、型号、制造厂名、地址、生产批号、净含量、执行标准号等。

7.2 运输

运输过程中应注意防止雨淋,不应碰撞。

7.3 贮存

产品应按品种、编号、规格分别整齐堆放。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
陶 瓷 用 熔 块
GB/T 29758—2013

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2014年1月第一版 2014年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47900 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29758-2013