

备案号:14591—2004

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC 935—2004

玻璃纤维工业用玻璃球

Glass marble for glassfiber production

2004-10-20 发布

2005-04-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的第5章为强制性条款，其余为推荐性条款。

本标准是对中华人民共和国建材行业标准 JC 557—1994《无碱玻璃球》、JC 583—1995《中碱玻璃球》、JC 719—1990(1996)《耐碱玻璃球》、JC/T 337—1983(1996)《玻璃球二次冒泡温度试验方法》和 JC/T 338—1983(1996)《玻璃球均匀性试验方法—油浸投影法》五个标准的修订。

自本标准实施之日起，JC 557—1994、JC 583—1995、JC 719—1990(1996)、JC/T 337—1983(1996)和 JC/T 338—1983(1996)同时作废。

与上述标准相比，其内容主要有以下变动：

- 因为标准的合并，重新确定了本标准名称；
- 对玻璃球的外观质量做了重新规定；
- 增加了无碱2号和无碱3号玻璃球成分，取消了中碱6号玻璃球成分；
- 对玻璃球中 As_2O_3 的含量进行了规定；
- 提高了玻璃球的二次冒泡温度、玻璃球均匀性的指标值；
- 对检验规则进行了修改；
- 将JC 719—1990(1996)《耐碱玻璃球》中附录A“氧化锆和氧化钛的测定”、JC/T 337—1983(1996)《玻璃球二次冒泡温度试验方法》、JC/T 338—1983(1996)《玻璃球均匀性试验方法—油浸投影法》分别作为本标准的附录A、附录B、附录C。

本标准附录A、附录B、附录C均为规范性附录。

本标准由中国建筑材料工业协会提出。

本标准由全国玻璃纤维标准化技术委员会(SAC/TC245)归口。

本标准负责起草单位：国家玻璃纤维产品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位：自贡市贡井玻纤有限责任公司、秦皇岛方圆玻璃有限公司建材玻璃分公司、自贡市玻璃纤维二厂、泸州天兴玻纤有限公司、河南省前卫实业有限公司。

本标准主要起草人：高旭东、陈尚、陈汉仪、王玉梅、葛敦世、翁志明、高建敏。

玻璃纤维工业用玻璃球

1 范围

本标准规定了玻璃纤维工业用玻璃球(以下简称玻璃球)的术语和定义、分类和代号、技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于玻璃纤维工业用的无碱、中碱和耐碱玻璃球,本标准中化学成分的规定也适用于球法坩埚拉丝生产的玻璃纤维制品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1549 钠钙硅铝硼玻璃化学分析方法

GB/T 18374 增强材料术语及定义

3 术语和定义

GB/T 18374 中确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

二次冒泡温度 **reboiling temperature of glass marble**

在规定的升温 and 真空度条件下,玻璃球熔融析出气泡时所对应的温度,用以衡量玻璃球的澄清质量。

3.2

均匀性 **homogeneity in glass marble**

玻璃球内化学成分均匀程度,以测定的条纹消失距离来表示。

3.3

麻点 **pock mark**

玻璃球在生产、输送、贮存过程中,由于撞击,表面产生的凹陷斑点。

3.4

爆皮 **chipped marble**

玻璃球表面爆裂剥落的现象。

4 分类和代号

4.1 产品分类

产品按玻璃成分分为无碱玻璃球、中碱玻璃球和耐碱玻璃球三类。

4.2 产品代号

玻璃球代号包括下列要素:

a) 用英文字母表示玻璃球的类型: E 表示无碱玻璃, C 表示中碱玻璃, AR 表示耐碱玻璃;

b) 用数字区分玻璃球的成分。

示例 1: 采用中碱 5 号成分生产的中碱玻璃球,其产品代号应为 C5。

示例 2: 采用无碱 1 号成分生产的无碱玻璃球,其产品代号应为 E1。

示例 3: 采用耐碱 1 号成分生产的耐碱玻璃球,其产品代号应为 AR1。

5 技术要求

5.1 外观质量

5.1.1 单个玻璃球必须符合以下要求：

- a) 直径为 18.5 mm~20.2 mm，不得有肉眼可见的不圆球和异形球，最大直径与最小直径差值不得大于 1.0 mm；
- b) 外表面不允许有严重麻点和尺寸超过 5 mm 的爆皮，不得有影响使用的杂质，如油污、碱粉、铁锈等；
- c) 球内不允许有结石、有色杂质和密集小气泡。

5.1.2 以 100 粒玻璃球作为一个试样，试样中有缺陷的球数不得超过三粒，其中结石球不超过一粒。

5.2 理化性能

5.2.1 化学成分应符合表 1 的规定。

表1 化学成分

%

品名	产品 代号	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	R ₂ O	T _{Fe} (以 Fe ₂ O ₃ 计)	TiO ₂	ZrO ₂
无碱 1号	E1	54.1 ±0.5	8.8 ±0.5	14.6 ±0.4	16.6 ±0.3	4.6 ±0.3	≤0.8	<0.50 其中： FeO≤0.15	—	—
无碱 2号	E2	55.4 ±0.5	6.8 ±0.5	14.6 ±0.4	19.5 ±0.3	3.0 ±0.3	≤0.8		—	—
无碱 3号	E3	55.4 ±0.5	6.8 ±0.5	14.6 ±0.4	22.5±0.3 其中：MgO<0.5		≤0.8		—	—
中碱 5号	C5	67.0 ±0.5	—	6.2 ±0.4	9.5 ±0.3	4.2 ±0.3	11.6~12.4，其 中：K ₂ O≤0.5	≤0.4，其中： FeO≤0.15	—	—
耐碱 1号	AR1	60.0 ±0.8	—	<1.0	4.5 ±0.5	—	13.9~16.1，其 中：K ₂ O:2.5±0.3	<0.50，其中： FeO≤0.15	6.0 ±0.5	14.5 ±0.8

5.2.1.1 玻璃球中氟含量不超过 1.0%，As₂O₃ 含量不超过 0.2%。5.2.1.2 耐碱玻璃的化学成分也可由供需双方商定，但应保证 ZrO₂ 含量不小于 16.0%，或者 ZrO₂ 和 TiO₂ 的含量大于等于 19.2% 同时 ZrO₂ 含量大于等于 13.7%。

5.2.2 二次冒泡温度应符合表 2 的规定。

5.2.3 均匀性应符合表 2 的规定。

表2 二次冒泡温度和均匀性

项 目	无碱 1 号 玻璃球	无碱 2 号 玻璃球	无碱 3 号 玻璃球	中碱 5 号 玻璃球	中碱 6 号 玻璃球	耐碱 玻璃球
二次冒泡温度 °C	≥1 055			≥1 070		≥1 055
均 匀 性 cm	≤24			≤26		

6 试验方法

6.1 外观质量

6.1.1 用孔径为 20.2 mm 和 18.5 mm 的筛板及游标卡尺，对玻璃球直径进行检验。

6.1.2 在明亮的背景下，用肉眼对玻璃球逐粒检验。

6.2 理化性能

6.2.1 化学成分的测定按 GB/T 1549 的规定，氧化锆和氧化钛含量的测定按附录 A 的规定。

6.2.2 二次冒泡温度的测定按附录 B 的规定。

6.2.3 均匀性的测定按附录 C 的规定。

7 检验规则

7.1 出厂检验和型式检验

7.1.1 出厂检验

产品出厂时必须进行出厂检验，出厂检验项目应包括：外观质量、表1中的化学成分、均匀性。

7.1.2 型式检验

有下列情况之一时，应按本标准中规定的全部技术要求进行型式检验：

- 新产品投产时；
- 原材料或生产工艺有较大改变时；
- 停产时间超过三个月恢复生产时；
- 正常生产时，每半年至少进行一次；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- 供需双方合同有要求时；
- 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

7.2 检查批和抽样

7.2.1 检查批

同一成分类型、同一窑炉、稳定连续生产的一定数量的产品为一个检查批。

7.2.2 抽样

7.2.2.1 外观检验用样本按表3规定从检查批中随机抽取。

表3 外观检验的抽样与判定

单位为包

批量大小	样本大小	合格判定数	不合格判定数
		Ac	Re
3~25	3	0	1
26~280	13	1	2
281~500	20	2	3
501~1200	32	3	4
1201~3200	50	5	6
3201~10000	80	7	8

7.2.2.2 理化性能检查样本，从外观检查合格的样品中随机抽取。

7.3 判定规则

7.3.1 外观质量的判定

玻璃球外观质量应符合5.1条规定。批质量的判定按表3的规定，其合格质量水平AQL=4.0。

7.3.2 理化性能的判定

化学成分、二次冒泡温度、均匀性以样本测试平均值的修约值判定。

7.3.3 合格的判定

外观质量和各项理化性能均符合要求，判该批产品合格。否则判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品标志应包括：

- 产品名称、产品代号、本标准号；
- 生产厂厂名和厂址；
- 生产日期(或批号)、窑号(多窑生产时)；

- d) 产品质量检验的合格证明。

8.2 包装

8.2.1 玻璃球的包装必须清洁、牢固，以保证运输途中不漏球、不散包。

8.2.2 每个包装的质量应为 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ 。

8.2.3 包装外表面应标明：

- a) 产品名称、产品代号、本标准号；
- b) 生产厂厂名和厂址；
- c) 净质量。

8.3 运输

应采用干燥的遮篷运输工具，运输过程中应避免雨淋、机械损伤等。

8.4 贮存

应存放在干燥、清洁的室内。

附录 A
(规范性附录)
氧化锆和氧化钛的测定

A.1 范围

本附录规定了测定氧化锆含量和氧化钛含量的试验方法。
本附录适用于耐碱玻璃球中氧化锆和氧化钛含量的测定。

A.2 氧化锆的测定(络合滴定法)

A.2.1 试剂与仪器

- a) 有水硼砂;
- b) 无水碳酸钠;
- c) 1:1 盐酸溶液;
- d) EDTA 标准溶液: 0.01 mol/L;
- e) 二甲酚橙指示剂: 0.2% 水溶液;
- f) 铂坩埚;
- g) 酒精喷灯或其他熔样装置;
- h) 化验室常用仪器及玻璃和塑料器皿。

A.2.2 测定步骤

称取试样 0.3 g~0.4 g (精确至 0.0002 g), 置于已熔有 2 g 有水硼砂的铂坩埚中, 加入 2 g 无水碳酸钠, 倾斜旋转坩埚使试样与熔剂混匀, 再覆盖 0.5 g 无水碳酸钠, 置于喷灯上于 900℃~1000℃ 熔融至二氧化碳气泡停止产生后, 继续熔融 3 min~5 min, 取下, 旋转坩埚使熔融体均匀地附于坩埚内壁, 冷却并将坩埚外壁冲洗干净后, 放入 300 ml 烧杯中, 加入约 150 ml 水, 浸至熔块松软, 将大块用玻璃棒压碎。一次加入 10 ml 盐酸 (1+1), 搅拌使其溶解, 待溶液澄清后过滤, 移入 250 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此为试液 (A)。

吸取试液 (A) 50 ml 置于 300 ml 烧杯中, 用水稀释至约 120 ml, 加入 9 ml 盐酸 (1+1), 1~2 滴二甲酚指示剂溶液, 加热煮沸 3 min~5 min, 取下, 趁热用 0.01 mol/L EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为黄色, 继续加热煮沸 2 min~3 min, 若出现红色, 继续用 EDTA 滴定至黄色, 直至加热煮沸后黄色不变为终点。

氧化锆的百分含量按式 (A.1)、(A.2) 计算:

$$\omega_{ZrO_2} = \frac{V \times T_{ZrO_2} \times 5}{G \times 1000} \times 100 \quad (A.1)$$

$$T_{ZrO_2} = M \times 124.97 \quad (A.2)$$

式中:

- ω_{ZrO_2} ——氧化锆的百分含量, 单位为百分数(%);
- V ——滴定消耗的 EDTA 标准溶液体积, 单位为毫升(ml);
- T_{ZrO_2} ——EDTA 标准溶液对氧化锆的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/ml);
- 5 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;
- G ——试样质量, 单位为克(g);
- M ——EDTA 标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

124.97——氧化锆克分子量校正。

A.3 氧化钛的测定(过氧化氢比色法)

A.3.1 试剂与仪器

- a) 硫酸: 5%;
- b) 过氧化氢: 30%;
- c) 氧化钛标准溶液: 准确称取 0.100 0 g 预先经 800℃~950℃灼烧 2 h 的氧化钛于铂坩埚中, 加约 3 g 焦硫酸钾, 先在低温电炉上熔融, 再移至喷灯上熔至透明状态。冷却后, 用 20 ml 热硫酸(1+1)浸取熔块于预先盛有 80 ml 硫酸(1+1)的烧杯中, 加热熔解, 冷却后, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀, 此溶液每毫升含 0.1 mg 氧化钛;
- d) 分光光度计。

A.3.2 测定步骤

吸取试液(A) 25 ml 于 100 ml 容量瓶中, 用水稀释至约 50 ml, 加入 0.5 ml 30% 过氧化氢, 用 5% 硫酸溶液稀释至标线, 摇匀。于分光光度计上, 以试样剂空白作参比, 选用 1 cm 比色皿, 在波长 440 nm 处测量溶液的吸光度(E), 从标准曲线上查得氧化钛的含量(C)。

标准曲线的绘制: 准确吸取 0.50 ml, 10.0 ml, 15.0 ml, 20.0 ml, 25.0 ml, 30.0 ml 氧化钛标准溶液, 分别置于 100 ml 容量瓶中, 按上述测定步骤显色后, 测量溶液的吸光度值, 以测定的吸光度值(E) 为纵坐标, 相应的浓度(C) 为横坐标绘制标准曲线。

氧化钛的百分含量按式(A.3)计算:

$$\omega_{TiO_2} = \frac{C \times 10}{G \times 1000} \times 100 \quad (A.3)$$

式中:

ω_{TiO_2} ——氧化钛的百分含量, 单位为百分数(%);

C ——从标准曲线上查得被测溶液中氧化钛的含量, 单位为毫克(mg);

10 ——全部溶液与所分取试样溶液的体积比;

G ——试样质量, 单位为克(g)。

附录 B

(规范性附录)

玻璃球二次冒泡温度试验方法

B.1 范围

本附录规定了玻璃球二次冒泡温度试验的原理、取样、设备、操作和试验报告。
本附录适用于玻璃球二次冒泡温度的测定。

B.2 原理

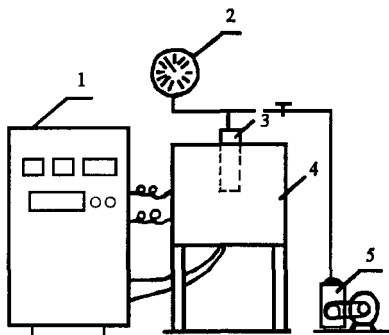
在规定的升温 and 真空度条件下，测量玻璃球熔融析出气泡时所对应的温度。

B.3 取样

从外观检验合格的样本中随机抽取足够数量的玻璃球。

B.4 设备

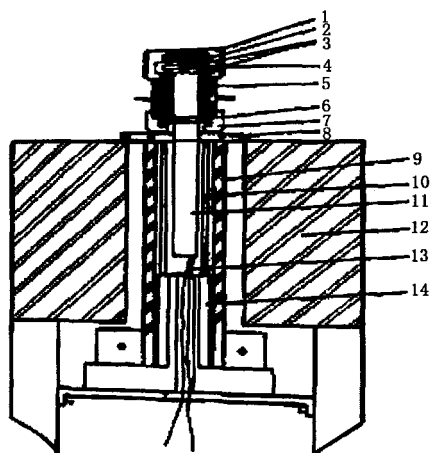
a) 试验装置示意图见图 1；



- 1——精密温度控制仪，精度为 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ；
2——真空表，示值范围 $0\sim 0.1\text{ MPa}$ ，最小分度 0.0005 MPa ；
3——铂坩埚，内径为 320 mm ，深度为 160 mm ；
4——炉体；
5——真空泵。

图 A.1 试验装置示意图

b) 炉体结构示意图见图 2；



- 1——上螺母;
- 2——单向推力轴承;
- 3——“O”密封橡胶垫圈;
- 4——石英观察窗;
- 5——内通冷却水密封接头;
- 6——软铅垫片;
- 7——下螺母;
- 8——半圆铜夹头;
- 9——双螺纹硅碳管;
- 10——刚玉衬管;
- 11——筒形铂-铑坩;
- 12——炉体(内衬保温砖);
- 13——热电偶;
- 14——塞砖。

图 A.2 炉体结构示意图

c) 观察放大镜: 放大倍数为 $6.3\times$, 焦距为 250 mm 。

B.5 操作

B.5.1 清洗玻璃球表面并烘干。

B.5.2 通电加热, 控制升温速率, 在 2.5 h 内使铂-铑坩温度达到 1200°C , 用铂-铑棒将坩内的玻璃残液挑尽。投入一粒试样, 待熔化后用铂-铑棒将玻璃液挑尽。

B.5.3 坩温度保持在 1200°C , 投入一粒试样, 并使坩温度在 10 min 内达到 1300°C , 恒温 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$, 然后将温度降至测试的起点温度再恒温 $15\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。通常测试起点温度为 1040°C 。

B.5.4 将炉体上部石英观察窗的上螺母拧紧, 使其密封, 关闭真空管路中的针型阀, 启动真空泵, 慢慢打开针型阀抽真空至 0.0855 MPa 。

- B.5.5 通过观察镜观察玻璃的熔融状态，记下原始气泡的位置，以区别新析出的气泡。
- B.5.6 控制升温速率，每间隔5 min升温 $10^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，直至观察到有灰泡或气泡出现为止，记录此时的温度。
- B.5.7 每个试样进行三次重复测定，以平均值作为二次冒泡温度测定值。如果三次测量读数的极差大于或等于 20°C ，则应再进行三次重复测量，以六次测量的算术平均值作为该试样的测试结果。

B.6 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 说明按本附录进行试验；
- b) 试样的名称和代号；
- c) 真空度；
- d) 二次冒泡温度；
- e) 试验者和试验日期。

附 录 C
(规范性附录)
玻璃球均匀性试验方法

C.1 范围

本附录规定了玻璃球均匀性试验方法的原理、取样、设备与试剂、操作和试验报告。
本附录适用于玻璃球化学均匀性的测定。

C.2 原理

玻璃球放置在与其折射率相同的浸油中,光线通过时,屏幕上会呈现出不同方向条纹,随着盛球的浸油盘逐渐离开屏幕,条纹逐渐模糊,直至消失,此时浸油盘与屏幕之间的距离即为玻璃球条纹消失距离,借以表示玻璃球的均匀性。

C.3 取样

从外观检验合格的样本中随机抽取六粒玻璃球。

C.4 试验与试剂

a) 试验装置示意图见图 3;

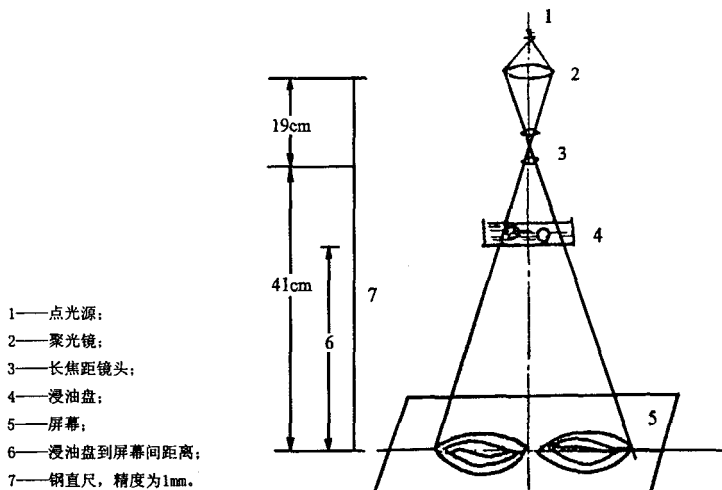


图 C.3 试验装置示意图

b) α-溴代萘: 化学纯; 液体石蜡: 化学纯。

C.5 操作

C.5.1 清洗玻璃球表面并烘干。

C.5.2 打开光源，调整光圈使照度控制在(9~11)Lx范围内。

C.5.3 将一定体积的 α -溴代萘和液体石蜡混合配制浸油，使浸油的折射率和被测的玻璃球的折射率相同。

C.5.4 将样品放置浸油盘中，注入浸油将浸没样品，然后将浸油盘置于光路中。

C.5.5 把浸油盘放在屏幕上(即 $X=0$ mm)。用镊子调整球的位置，使球内条纹成水平方向。

C.5.6 测第一粒球时，将浸油盘慢慢离开屏幕向上提升，条纹逐渐变得模糊直至全部消失，此时固定浸油盘，记下距离 X_1' 。再把浸油盘放回原处，再次将浸油盘慢慢向上提升，此粒球的条纹逐渐模糊，

当只剩下一条最深的条纹并且其它条纹都消失时，记下距离 X_1'' 。这样第一粒球的条纹消失距离即为

$$X_1 = \frac{X_1' + X_1''}{2}, \text{ 以cm表示, 保留一位小数。}$$

C.5.7 重复上述步骤，测完六粒球，该样品的均匀性按式(C.1)计算：

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \cdots + X_6}{6} \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\bar{X}$ ——均匀性(条纹消失距离平均值)，单位为厘米(cm)；

$X_1, X_2, \cdots, X_6$ ——1~6粒球的条纹消失距离测定值，单位为厘米(cm)。

C.6 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 说明按本附录进行试验；
 - 试样的名称和代号；
 - 条纹消失距离；
 - 试验者和试验日期。
-