



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

## 搪瓷制品和瓷釉 样品制备和热膨胀系数的测定

Vitreous and porcelain enamels—Preparation of samples and determination of thermal expansion coefficient

(ISO 20274:2017, MOD)

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 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 20247:2017《搪瓷制品和瓷釉 样品制备和热膨胀系数的测定》。

本文件与ISO 20247:2017相比的技术变化及其原因如下：

- 用规范性引用的GB/T 7410替换了ISO 19496-1（见3），以适应我国的技术条件；
- 用规范性引用的GB/T 16920替换了ISO 7991（见4.1、7、8），以适应我国的技术条件；
- 修改了试验报告的内容（见9），以适应我国的技术条件，增加可操作性。

本文件做了下列编辑性改动：

- 删除了拉制制备中的注1和注3（见ISO 20247:2017的6.3）；
- 删除了热膨胀系数的测定中的注1和注2（见ISO 20247:2017的7）；
- 修改了结果计算和表示中的示例描述（见ISO 20247:2017的8）。

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。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会（SAC/TC57）归口。

# 搪瓷制品和瓷釉 样品制备和热膨胀系数的测定

## 1 范围

本文件描述了用于测试热膨胀系数搪瓷样品的制备及其试验方法。

## 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 7410 搪瓷名词术语

GB/T 16920 玻璃 平均线热膨胀系数的测定

## 3 术语和定义

GB/T 7410界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 仪器设备

### 4.1 热膨胀系数测试仪：符合 GB/T 16920 的要求。

注：光学膨胀仪可用于替代推杆式膨胀仪。

### 4.2 浇铸模具：由陶瓷制成，如刚玉、瓷制成的瓷舟，或由金属（例如工具钢）制成（见附录 A）。

### 4.3 熔炼坩埚：由非污染材料制成的，例如刚玉、瓷器，高约 55 mm，直径约 40 mm。

### 4.4 实验室炉：温度范围为 800 °C 至 1100 °C，偏差 $\leq\pm 5$ °C。

## 5 样品要求

样品应为笔直的棒状。其横截面为一个近似的圆截面，圆截面的直径在整个样品长度范围内保持恒定，偏差 $\leq\pm 1$  mm或其横截面为一个近似的正方形截面，正方形截面的边长在整个样品长度范围内保持恒定，偏差 $\leq\pm 1$  mm。

样品的直径或边长应与参考样品的直径或边长偏差 $\leq\pm 1$  mm。

样品的上下表面应平行且与轴线垂直，最大偏差 $\leq\pm 3^\circ$

样品的初始长度与参考样品的初始长度偏差为 $\leq 0.5$  mm。

样品尺寸应满足所用热膨胀测试仪和参考样品的要求。

## 6 样品制备

### 6.1 总则

样品应通过退火消除应力，以便在测定热膨胀系数时在测量图谱中不出现凹陷。

注：例如，可以通过将样品加热到高于转变温度约30 °C，然后在炉中以2 °C/min的速度缓慢冷却至低于转变温度

约150 °C，然后在无通风的条件下，进一步冷却至室温。

根据本文件制备的样品的生产工艺应表示如下：

- G 浇铸制备
- Z 拉制制备
- S 烧结制备

## 6.2 浇铸制备

将搪瓷熔块放入置于实验室炉（4.4）的熔炼坩埚（4.3）中熔化。应选取合适的熔化温度和时间以防止熔料的蒸发损失，过高的熔化温度和时间会使结果失真。

熔料在填入浇铸模具（4.2）的同时不应有空气进入。

如果使用陶瓷制成的浇铸模具，首先应在其表面预先涂上脱模剂，例如高岭土，然后将其预热至约500 °C。再将模具中的样品充分缓慢地冷却，使其固化且无裂纹（也可见6.1）。所得的样品不应含脱模剂，并将其切割和抛光至要求的尺寸，并确保两端相互平行。

如果使用金属制成的浇铸模具（见附录A），首先，使模具中的样品在空气中冷却至凝固。然后将陶瓷板放置于模具上，翻转模具，使样品留在陶瓷板上，立即将带有样品的陶瓷板放入实验室炉中（4.4），加热至高于转变温度约30 °C，并冷却至无裂纹（也可见6.1）。所得的样品应切割成要求的尺寸，并确保两端相互平行。

## 6.3 拉制制备

先将熔块放入熔炼坩埚（4.3）中，再将坩埚放入加热温度为900 °C到980 °C的实验室炉（4.4）中，进行熔块的熔化。

在熔块达到烧成温度后，将额外的熔块添加到坩埚中并进行第二次熔化。坩埚中熔块的填充最多不得超过三次。形成熔体后，在15秒内将熔炼坩埚（4.3）从实验室炉中（4.4）移出。用坩埚钳夹住熔炼坩埚，将玻璃棒稍微浸入搪瓷熔体中并旋转直到在玻璃棒周围开始融合[见图B. 1a)和图B. 1b)]，保持固定的旋转方向直到一个小的熔球产生，这表明融合结束（见图B. 1c)），整个融合过程应避免空气进入。然后将玻璃棒轻轻拉起使搪瓷熔体凝固形成柱状样品[见图B. 2a)至图B. 2c)]。

注1：样品的厚度取决于拉伸速度。

玻璃棒应从中心拉出，以避免容器材料对样品的污染。

在达到要求的长度后，从熔体中移出带有拉伸样品的玻璃棒。

以这种方式拉出的样品不应变平并且应具有均匀的直径（见第5章）。冷却后，样品应切割并抛光至要求的尺寸，确保两端相互平行，并通过退火处理（见6.1）。

注2：为了从熔体中取出带有样品的玻璃棒，可以用坩埚钳将玻璃棒在底部夹住，转移并折断[见图B. 3a)和图B. 3b)]。

## 6.4 烧结制备

可使用填充高岭土的瓷舟作为样品烧结制备的模具。在制成的模具中填入釉浆或瓷釉粉末，干燥完全后，在烧成温度±15 °C的实验室炉（4.4）中烧约15 min。得到的样品应保持冷却，不含脱模剂，切割并抛光至所需尺寸，确保两端相互平行，并通过退火处理（见6.1）。

## 7 热膨胀系数的测定

在开始测量长度变化之前，样品的初始长度应精确到0.1 mm。

热膨胀系数的测定应按照GB/T 16920进行。

由于样品与样品架或参考样品之间膨胀响应的差异以及温度场的不均匀，测量结果应进行修正。

根据应用温度范围和热膨胀系数，可采用表格1中的材料之一作校准材料，校准材料的热膨胀系数与被测样品的偏差不得超过25%。

使用铜时，应在惰性气氛进行测量。

为了使样品中不存在温度梯度，应控制加热速率 $\leq 10$  °C/min，建议加热速率为5 °C/min。

应选择20 °C的起始温度进行测试，但在实际测试时，由于环境温度等的影响，可以在18 °C~28 °C之间开始测量。

如果测量图谱中出现凹陷，应再次退火。

接触压力的设定应使样品在加热过程中不会发生塑性变形，并且在冷却过程中样品和压模之间应保持接触。

表 1 校准材料的平均热膨胀系数

校准材料	温度范围 °C	平均线热膨胀系数 $\alpha_{400\text{ °C}}$ $10^{-7} \text{ K}^{-1}$	平均体热膨胀系数 $\gamma_{20\text{ °C} \sim 400\text{ °C}}$ $10^{-7} \text{ K}^{-1}$
石英玻璃	193~727	5.7	17
氧化铝，单晶，59° <sup>a</sup>	20~1500	71	213
氧化铝，多晶，99.5%	0~1500	75	225
铂金，99.999%	20~1620	94	282
铜，99.999%	-253~527	170	510

<sup>a</sup> 轴线与晶体C轴间的角度

## 8 结果计算和表示

测试结果应根据GB/T 16920进行计算。

注：大多数膨胀仪设备制造商提供根据GB/T 16920进行评估测试结果的软件。

热膨胀系数应以带有评估温度、数量级为 $10^{-7} \text{ K}^{-1}$ 表示。

示例：若某试样起始温度为20 °C、终点温度为400 °C测得的线热膨胀系数为 $110 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ ，则表示为 $\alpha(20\text{ °C}; 400\text{ °C}) = 110 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ 。

热膨胀系数可用线热膨胀系数 $\alpha$ 或体热膨胀系数 $\gamma$ （ $\gamma = 3\alpha$ ）进行表示。

## 9 试验报告

试验报告应至少包含以下内容：

- 所使用的标准；
- 根据6.1制备样品的方法；
- 样品的初始长度和直径（或边长）；
- 所使用的膨胀仪设备类型；
- 升温速率和起始温度；
- 热膨胀系数实验结果；
- 测试日期。

附录 A  
(资料性)  
金属铸造模具

金属铸造模具通常具有一条约10 mm到20 mm厚的矩形板，其上安装有至少四根金属方棒，熔料填入方棒之间的空隙以成型。如果要求所制备的样品边长为5 mm，则方棒的高度应约为6 mm。如果金属方棒为可拆卸的，则可以同时制备多个样品。图A.1为金属铸造模具的示意图。

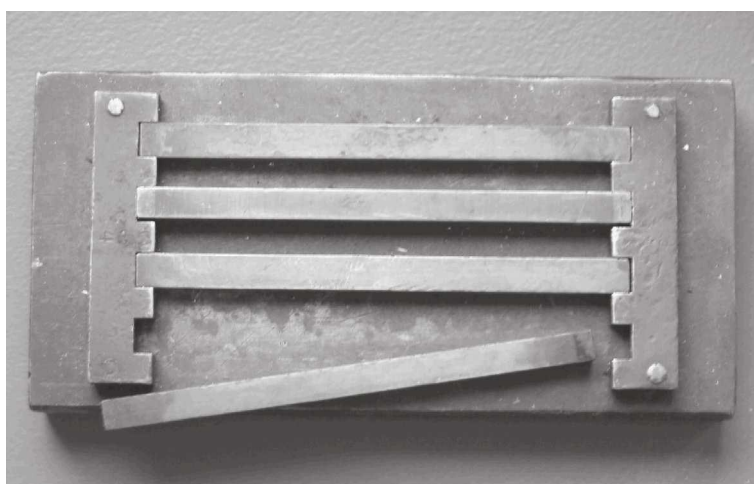
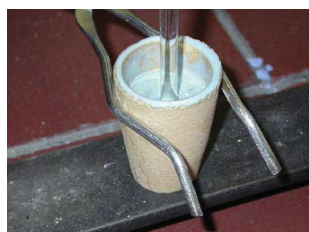


图 A.1 金属铸造模具示例

附录 B  
(资料性)  
拉制制备

图B. 1到图B. 3分别表示玻璃棒和熔体搪瓷的熔合、从熔体中拉出样品以及从熔体上断开样品。



a) 玻璃棒浸入搪瓷熔体



b) 转动玻璃棒



c) 形成熔球 (熔合结束)

图 B. 1 玻璃棒与熔体搪瓷的熔合



a) 开始拉伸



b) 拉出棒状样品



c) 拉制结束

图 B. 2 从熔体中拉出样品



a) 固定样品



b) 折断样品

图 B. 3 从熔体上断开样品