



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103663967 B

(45) 授权公告日 2016.06.08

(21) 申请号 201310655567.8

0010-0035 段.

(22) 申请日 2013.12.06

US 4386162 A, 1983.05.31, 说明书第2栏第50-55行、第4栏第44-59行.

(73) 专利权人 辽宁红山玉科技有限公司

DE 4125689 C1, 1992.11.26, 说明书摘要.

地址 122400 辽宁省朝阳市建平县陶瓷工业园区

CN 101591144 A, 2009.12.02, 全文.

CN 1433980 A, 2003.08.06, 全文.

(72) 发明人 魏高恒 高国良

审查员 朱晓燕

(74) 专利代理机构 北京维澳专利代理有限公司

11252

代理人 王立民 吉海莲

(51) Int. Cl.

C03C 10/16(2006.01)

(56) 对比文件

CN 102942303 A, 2013.02.27, 说明书第0010-0035 段.

CN 102942303 A, 2013.02.27, 说明书第

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种玉石状微晶玻璃的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种玉石状微晶玻璃的制备方法,包括如下步骤:1)将原料称重后混合获得基础料;2)将步骤1)中得到的基础料在1400℃~1500℃下熔化12h~16h,澄清后获得玻璃液;3)将步骤2)中的玻璃液制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入模具中;4)将步骤3)中装有半成品颗粒的模具经过8h~12h升温至1000℃~1080℃后保温2h~4h,降温至800℃~860℃后保温2h~4h进行晶化处理,再进行匀速退火即制得玉石状微晶玻璃。本发明提供的方法步骤简单,可制得具有天然玉石纹理,呈现半透明玉质状,具有天然玉石的润泽度和蜡质感的玉石状微晶玻璃;制得的玉石状微晶玻璃韧性好、强度高,可切削雕刻,应用于室内外装饰,工艺品、家具、器皿制作等。

1. 一种玉石状微晶玻璃的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 选用石英砂52份、萤石8份、钾长石10份、方解石13份、纯碱8份、硝酸钠2份、硼酸3份、氧化锌4份为原料,混合后获得基础料;

2) 将基础料在1480℃下熔化12h,澄清后获得玻璃液;

3) 将玻璃液通过滴料工艺制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入莫来石模具中;

4) 将装有半成品颗粒的莫来石模具经过10h匀速升温至1060℃后保温3h,再通过排烟风机降温至860℃保温2h进行晶化处理,再进行匀速退火即制得玉石状微晶玻璃。

## 一种玉石状微晶玻璃的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及玻璃-陶瓷领域,特别涉及一种玉石状微晶玻璃的制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着我国国民经济稳定持续发展,人们生活水平随之提高,对高档建材的需求日益扩大,特别是对无辐射高档石材的替代产品需求更为迫切,但国内的高档石材的替代产品脆性大,不容易加工成型,导致很多高档石材需要从国外进口,成本大为提升。

[0003] 微晶玻璃又称为陶瓷玻璃,具有玻璃和陶瓷的双重特性,微晶玻璃由晶体组成,其原子排列有规律,因此,微晶玻璃比陶瓷的亮度高,而又比玻璃韧性强。微晶玻璃集中了玻璃、陶瓷及天然石材的三重优点,优于天然石材和陶瓷,可用于建筑幕墙及室内高档装饰,还可做机械上的结构材料,电子、电工上的绝缘材料,大规模集成电路的底板材料、微波炉耐热列器皿、化工与防腐材料和矿山耐磨材料等,成为理想的高档石材的替代产品。

[0004] 目前成熟的微晶玻璃的生产方法制得的微晶玻璃均存在着色调单一、没有纹理;表面气孔率高、耐用性差;脆性大、不容易加工成型等缺点,导致微晶玻璃利用空间小,市场占有率低,严重抑制了微晶玻璃产业的发展。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题在于提供一种韧性好、强度高的玉石状微晶玻璃的玉石状微晶玻璃的制备方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明提供的玉石状微晶玻璃的制备方法包括如下步骤:

[0007] 1)将原料称重后混合获得基础料;

[0008] 2)将步骤1)中得到的基础料在 $1400^{\circ}\text{C}\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 下熔化 $12\text{h}\sim 16\text{h}$ ,澄清后获得玻璃液,所述基础料在上述温度下熔化可有效保证充分溶化,降低玻璃液中的气泡率,从而降低玉石状微晶玻璃的表面气孔率;

[0009] 3)将步骤2)中的玻璃液制成直径为 $2\text{mm}\sim 5\text{mm}$ 的半成品颗粒后放入模具中,模具中的半成品颗粒间有大量的空隙,在后续的热处理过程中通过表面析晶,有利于制得韧性高的玉石状微晶玻璃;

[0010] 4)将步骤3)中装有半成品颗粒的模具经过 $8\text{h}\sim 12\text{h}$ 升温至 $1000^{\circ}\text{C}\sim 1080^{\circ}\text{C}$ 后保温 $2\text{h}\sim 4\text{h}$ ,降温至 $800^{\circ}\text{C}\sim 860^{\circ}\text{C}$ 后保温 $2\text{h}\sim 4\text{h}$ 进行晶化处理,再进行匀速退火即制得玉石状微晶玻璃,经过上述热处理后能进一步减少玉石状微晶玻璃的表面气孔率,有效提高玉石状微晶玻璃的韧性和强度,增强加工成型性能。本发明制得的玉石状微晶玻璃的主要晶相为 $\text{Na}_{4\sim 3}\text{K}_{2\sim 3}\text{Ca}_5(\text{Si}_{12}\text{O}_{30})\text{F}_4$ ,这种晶相呈板条状,大大提高了玉石状微晶玻璃的韧性及抗折抗压强度,且易于加工切割。

[0011] 优选地,所述玉石状微晶玻璃按重量百分比计包括如下成分:二氧化硅 $50\%\sim 70\%$ ,氧化铝 $0\sim 5\%$ ,氧化钙 $15\%\sim 25\%$ ,氧化硼 $1\%\sim 2\%$ ,氧化钾 $5\%\sim 10\%$ ,氧化锌 $0\sim 4\%$ ,氟 $2\%\sim 5\%$ ,余量为氧化钠。

[0012] 本发明制得的玉石状微晶玻璃的各成分按重量百分比计限定如下：

[0013] 二氧化硅赋予微晶玻璃良好的化学稳定性和热稳定性，能提高微晶玻璃的强度，降低微晶玻璃的膨胀系数，但随着含量增大，会导致玻璃液的粘度增大，微晶玻璃的熔制温度升高，因此二氧化硅的含量设定为：二氧化硅50%~70%。

[0014] 氧化铝能够降低微晶玻璃的析晶倾向，提高化学稳定性和机械强度及硬度，改善热稳定性，降低电绝缘性，但随着氧化铝含量的提升，会导致微晶玻璃表面产生条纹，并会提高玻璃液的粘度，使熔化和澄清发生困难，反而增加析晶倾向，因此氧化铝的含量设定为：氧化铝0~5%。

[0015] 氧化钙能降低玻璃液的高温粘度，促进玻璃液的熔化和澄清，增加微晶玻璃的化学稳定性、机械强度和硬度，因此氧化钙的含量设定为：氧化钙15%~25%。

[0016] 氧化硼能降低微晶玻璃的热膨胀系数，提高热稳定性，以及降温玻璃液的高温黏度，因此氧化硼的含量设定为：氧化硼1%~2%。

[0017] 氧化钾为良好的助溶剂，能提高微晶玻璃的光泽度，促进玻璃液的熔化和澄清，还能降低玻璃液的粘度，因此氧化钾的含量设定为：氧化钾5%~10%。

[0018] 氧化锌能提高微晶玻璃的化学稳定性，降低微晶玻璃的热膨胀系数，但随着氧化锌含量的增加，会增大微晶玻璃析晶倾向，因此氧化锌的含量设定为：氧化锌0~4%。

[0019] 氟是一种优良的乳浊剂，氟含量过高时微晶玻璃的化学稳定性降低，易失透，因此氟的含量设定为：氟2%~5%。

[0020] 氧化钠能降低玻璃液的粘度，促进玻璃液的熔化和澄清，因此微晶玻璃剩余的成分设定为氧化钠。

[0021] 更优选地，所述步骤1)中选择石英砂、萤石、氧化铝、方解石、纯碱、碳酸钾、硝酸钠、硼酸、氧化锌中的一种或多种作为原料提供玉石状微晶玻璃的成分组成。

[0022] 优选地，所述步骤3)中的模具为莫来石材质，这主要是因为莫来石耐高温，耐急冷急热性能好，且易于加工成不同形状的模具。

[0023] 优选地，所述步骤3)中将直径为5mm~20mm的色料颗粒和半成品颗粒混合均匀后一起放入模具中，可制得不同颜色的玉石状微晶玻璃。

[0024] 本发明提供的方法步骤简单，可制得具有天然玉石纹理，呈现半透明玉质状，具有天然玉石的润泽度和蜡质感的玉石状微晶玻璃；制得的玉石状微晶玻璃韧性好、强度高，可切削雕刻，应用于室内外装饰，工艺品、家具、器皿制作等。

## 具体实施方式

[0025] 为使发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂，下面对本发明的具体实施方式做详细的说明。

[0026] 在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发明，但是本发明还可以采用其他不同于在此描述的其它方式来实施，本领域技术人员可以在不违背本发明内涵的情况下做类似推广，因此本发明不受下面公开的具体实施例的限制。

[0027] 本发明实施例中所使用的原料为购买得到的矿物原料和化工原料，允许有微量不可避免的杂质；基础料熔化使用高温熔化炉；晶化处理过程在隧道窑或梭式窑中进行。

[0028] 实施例1

[0029] 选用石英砂58份、萤石7份、氧化铝2份、方解石15份、纯碱8份、碳酸钾5份、硝酸钠2份、硼酸3份、氧化锌2份为原料,混合后获得基础料;将基础料在1400℃下熔化16h,澄清后获得玻璃液;将玻璃液通过滴料工艺制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入莫来石模具中;将装有半成品颗粒的莫来石模具经过8h匀速升温至1000℃后保温4h,再通过排烟风机降温至800℃保温4h进行晶化处理,形成其主要晶相为硅碱钙石( $\text{Na}_{4\sim3}\text{K}_{2\sim3}\text{Ca}_5(\text{Si}_{12}\text{O}_{30})\text{F}_4$ )的玉石状微晶玻璃。

[0030] 本实施例制得的玉石状微晶玻璃的体积密度为 $2.6\text{g}/\text{cm}^3$ ,抗折强度为68MPa,抗压强度为650MPa,莫氏硬度为6.7,冲击韧性为 $5.4\text{kJ}/\text{cm}^3$ ,可见光透过率为40%,具有天然玉石纹理,呈现半透明玉质状,具有天然玉石的润泽度和蜡质感。

[0031] 实施例2

[0032] 选用石英砂55份、萤石6份、钾长石10份、方解石14份、纯碱7份、碳酸钾4份、硝酸钠2份、硼酸3份、氧化锌4份为原料,混合后获得基础料;将基础料在1440℃下熔化14h,澄清后获得玻璃液;将玻璃液通过滴料工艺制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入莫来石模具中;将装有半成品颗粒的莫来石模具经过12h匀速升温至1020℃后保温3h,再通过排烟风机降温至820℃保温3h进行晶化处理,形成其主要晶相为硅碱钙石( $\text{Na}_{4\sim3}\text{K}_{2\sim3}\text{Ca}_5(\text{Si}_{12}\text{O}_{30})\text{F}_4$ )的玉石状微晶玻璃。

[0033] 本实施例制得的玉石状微晶玻璃的体积密度为 $2.7\text{g}/\text{cm}^3$ ,抗折强度为70MPa,抗压强度为620MPa,莫氏硬度为6.8,冲击韧性为 $5.4\text{kJ}/\text{cm}^3$ ,可见光透过率为35%,具有天然玉石纹理,呈现半透明玉质状,具有天然玉石的润泽度和蜡质感。

[0034] 实施例3

[0035] 选用石英砂60份、萤石4份、氧化铝4份、方解石15份、纯碱8份、碳酸钾5份、硝酸钠2份、硼酸4份为原料,混合后获得基础料;将基础料在1450℃下熔化14h,澄清后获得玻璃液;将玻璃液通过滴料工艺制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入莫来石模具中;将装有半成品颗粒的莫来石模具经过10h匀速升温至1040℃后保温2h,再通过排烟风机降温至840℃保温2h进行晶化处理,形成其主要晶相为硅碱钙石( $\text{Na}_{4\sim3}\text{K}_{2\sim3}\text{Ca}_5(\text{Si}_{12}\text{O}_{30})\text{F}_4$ )的玉石状微晶玻璃。

[0036] 本实施例制得的玉石状微晶玻璃的体积密度为 $2.65\text{g}/\text{cm}^3$ ,抗折强度为72MPa,抗压强度为700MPa,莫氏硬度为7.0,冲击韧性为 $5.2\text{kJ}/\text{cm}^3$ ,可见光透过率为40%,具有天然玉石纹理,呈现半透明玉质状,具有天然玉石的润泽度和蜡质感。

[0037] 实施例4

[0038] 选用石英砂52份、萤石8份、钾长石10份、方解石13份、纯碱8份、硝酸钠2份、硼酸3份、氧化锌4份为原料,混合后获得基础料;将基础料在1480℃下熔化12h,澄清后获得玻璃液;将玻璃液通过滴料工艺制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入莫来石模具中;将装有半成品颗粒的莫来石模具经过10h匀速升温至1060℃后保温3h,再通过排烟风机降温至860℃保温2h进行晶化处理,形成其主要晶相为硅碱钙石( $\text{Na}_{4\sim3}\text{K}_{2\sim3}\text{Ca}_5(\text{Si}_{12}\text{O}_{30})\text{F}_4$ )的玉石状微晶玻璃。

[0039] 本实施例制得的玉石状微晶玻璃的体积密度为 $2.8\text{g}/\text{cm}^3$ ,抗折强度为80MPa,抗压强度为750MPa,莫氏硬度为7.5,冲击韧性为 $5.6\text{kJ}/\text{cm}^3$ ,可见光透过率为30%,具有天然玉石纹理,呈现半透明玉质状,具有天然玉石的润泽度和蜡质感。

[0040] 实施例5

[0041] 选用石英砂62份、萤石8、氧化铝5份、方解石15份、纯碱6份、碳酸钾10份、硝酸钠2份、硼酸4份为原料,混合后获得基础料;将基础料在1500℃下熔化12h,澄清后获得玻璃液;将玻璃液通过滴料工艺制成直径为2mm~5mm的半成品颗粒后放入莫来石模具中;将装有半成品颗粒的莫来石模具经过8h匀速升温至1080℃后保温2h,再通过排烟风机降温至830℃保温3h进行晶化处理,形成其主要晶相为硅碱钙石( $\text{Na}_{4\sim 3}\text{K}_{2\sim 3}\text{Ca}_5(\text{Si}_{12}\text{O}_{30})\text{F}_4$ )的玉石状微晶玻璃。

[0042] 本实施例制得的玉石状微晶玻璃的体积密度为 $2.9\text{g}/\text{cm}^3$ ,抗折强度为80MPa,抗压强度为800MPa,莫氏硬度为7.5,冲击韧性为 $5.4\text{kJ}/\text{cm}^3$ ,可见光透过率为35%,具有天然玉石纹理,呈现半透明玉质状,具有天然玉石的润泽度和蜡质感。

[0043] 虽然本发明是结合以上实施例进行描述的,但本发明并不被限定于上述实施例,而只受所附权利要求的限定,本领域普通技术人员能够容易地对其进行修改和变化,但并不离开本发明的实质构思和范围。