备案号：44962–2014

WW

中华人民共和国文物保护行业标准

WW/T 0053—2014

古代陶瓷科技信息提取规范
方法与原则

Technical specification for analyzing ancient ceramic – Method and principle

2014-04-24发布　　2014-06-01实施

中华人民共和国国家文物局　　发 布

中华人民共和国文物保护行业标准
古代陶瓷科技信息提取规范　方法与原则
Technical specification for analyzing ancient ceramic – Method and principle
WW/T 0053—2014
*
中华人民共和国国家文物局主编
文物出版社出版发行
（北京市东城区东直门内北小街2号楼）
http://www.wenwu.com
E-mail:web@wenwu.com
北京鹏润伟业印刷有限公司印刷
新　华　书　店　经　销
*
开本：880毫米×1230毫米　1/16
印张：1
2014年6月第1版　　2014年6月第1次印刷
统一书号：115010·1824　定价：10.00元

目　　次

前言…… III
引言…… V
1　范围 ……1
2　规范性引用文件 ……1
3　术语和定义 ……1
4　采样原则及样品处理 ……2
　4.1　采样原则 ……2
　4.2　样品原始信息的记录 ……2
　4.3　样品处理 ……2
5　科技信息提取项目与检测方法 ……2
　5.1　科技信息提取项目的确定 ……2
　5.2　科技信息提取流程 ……3
6　检测报告 ……3
附录A（资料性附录）古代陶瓷样品信息登记表 ……4
附录B（规范性附录）古代陶瓷烧成温度测定方法 ……5
附录C（资料性附录）古代陶瓷科技检测报告 ……7
参考文献……8

前　　言

《古代陶瓷科技信息提取规范》是系列标准，其中包括：

——古代陶瓷科技信息提取规范　方法与原则

——古代陶瓷科技信息提取规范　化学组成分析方法

——古代陶瓷科技信息提取规范　形貌结构分析方法

本标准为该系列标准之一。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会（SAC/TC 289）归口。

本标准起草单位：中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准主要起草人：罗宏杰、李伟东、鲁晓珂、蔡岸、杨莉萍。

引　言

陶瓷是人类首次以硅酸盐矿物为主要原材料，经过一系列特殊的工艺过程发明出来的一类新材料。古代陶瓷承载着丰富的历史文化信息和科技信息，对人类文明的产生及进步产生了重要的影响。为贯彻《中华人民共和国文物保护法》，实现古代陶瓷研究方法与技术的规范化，充分有效地利用宝贵的古代陶瓷文物资源，为古代陶瓷的物理化学基础和形成机理研究以及科技保护工作提供科学依据，特制定《古代陶瓷科技信息提取规范》系列标准。

古代陶瓷科技信息提取规范　方法与原则

1　范围

本标准规定了古代陶瓷科技信息提取的方法与原则，包括术语、采样原则和样品处理、科技信息提取项目和检测方法等。

本标准适用于指导古代陶瓷的科技分析检测工作。

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/T 2997　致密定形耐火制品体积密度、显气孔率和真气孔率试验方法

GB/T 3810.3　陶瓷砖试验方法 第3部分：吸水率、显气孔率、表观相对密度和容重的测定

GB/T 3977　颜色的表示方法

GB/T 3978　标准照明体和几何条件

GB/T 3979　物体色的测量方法

GB/T 4740　陶瓷材料抗压强度试验方法

GB/T 7921　均匀色空间及色差公式

GB/T 16534　精细陶瓷室温硬度试验方法

JJG 141　工作用贵金属热电偶检定规程

JJG 351　工作用廉金属热电偶检定规程

JJG 936　示差扫描热量计检定规程

JB/T 9400　X射线衍射仪 技术条件

JY/T 009　转靶多晶体X射线衍射方法通则

WW/T 0054—2014　古代陶瓷科技信息提取规范 化学组成分析方法

WW/T 0055—2014　古代陶瓷科技信息提取规范 形貌结构分析方法

ASTM E 1269—05　测定比热容的差示扫描量热法(Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry)

3　术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

古代陶瓷　ancient ceramics

自陶器创烧以来至1949年间烧制的所有陶瓷制品，包括陶器和瓷器两大类。

3.2

胎　body

陶器或瓷器除釉层与装饰层以外的实体部分。

3.3

釉　glaze

施敷于坯体表面的料浆经烧成后在胎体表面形成的玻璃质层。

4 采样原则及样品处理

4.1 采样原则

样品来源首先应具有可靠性，附有准确的考古或流传信息；其次应具有代表性和一定数量，涵盖一个窑址或遗址出土的古代陶瓷的品种、器型、颜色及其它外观特征。采样过程应由古代陶瓷研究者与考古工作者共同参与，所采集样品的尺寸应尽可能满足多项科技信息提取的需要。同时，古窑址考古发掘过程中发现的制瓷原料等也应进行采集。所有采集样品应明确出土地层等考古学信息。

4.2 样品原始信息的记录

在对样品进行处理之前，应先记录其原始信息，包括样品编号、入档时间、样品名称、来源、文化属性、年代、出土时间、出土地点、考古编号、特征（包括器型、装饰技法和纹饰、胎色、釉色、釉面裂纹等）、特征尺寸、照片、流传信息等。具体参见附录A。

4.3 样品处理

4.3.1 无损检测的古代陶瓷整器或残片的处理

4.3.1.1 胎的处理

选择满足测试条件、最为清洁的胎体裸露部位作为待测部位。如有必要，用砂纸将待测部位轻轻打磨以去除表面污物。测试前，用无水乙醇润湿过的脱脂棉对待测部位进行清洁。

4.3.1.2 釉的处理

用无水乙醇润湿过的脱脂棉擦拭釉面待测部位，去除肉眼可见的污物。如有必要，事先提取表面残留物。

4.3.2 有损检测的古代陶瓷残片的处理

4.3.2.1 残留物提取

在对样品清洁之前，应先对需研究的残留物进行提取，如样品表面残余颜料、有机残余物、表面沉积物或凝结物等的提取。

4.3.2.2 样品表面清洁

将陶瓷样品浸于无水乙醇中，放入超声波清洗器中清洗去污，清洗3次，每次5min。每次清洗都使用清洁的无水乙醇，然后在105℃烘干2h。

质地疏松的样品不宜采用超声清洗方式，可用毛刷和小刀进行表面清洁，然后用无水乙醇润湿过的脱脂棉擦拭去污。

4.3.2.3 样品制备

按照检测方法的要求，对样品做进一步的处理，包括切割、研磨、抛光、磨胎取釉、磨釉取胎及粉碎等。

4.3.2.4 样品保存

信息提取完成后应将样品剩余部分保存在标本库内，以备查验及补充数据之需。

5 科技信息提取项目与检测方法

5.1 科技信息提取项目的确定

5.1.1 根据古代陶瓷研究或古代陶瓷考古的目的选择相应的信息提取项目，这些项目通常包括化学组成、形貌结构、烧成温度、物理性能、物相组成、色度等。

5.1.2　古代陶瓷科技信息的提取主要依靠仪器检测来实现，针对每一个信息提取项目，可根据实际情况选择一种或几种检测方法。常用科技信息提取项目和推荐检测方法见表1，但不局限于表1所列内容。

表1　古代陶瓷常用科技信息提取项目和推荐检测方法

信息项目	推荐检测方法	依据
化学组成	有损分析： （1）化学分析方法 （2）电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES） （3）波长色散X射线荧光分析（WDXRF） （4）中子活化分析（NAA） （5）电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）	WW/T 0054—2014
	无损分析： （1）能量色散X射线荧光分析（EDXRF） （2）质子激发X射线荧光分析（PIXE）	
形貌结构及微区组成	（1）光学显微镜分析（OM），扫描电子显微镜/能谱分析（SEM/EDS），透射电子显微镜/能谱分析/选区电子衍射（TEM/EDS/SAD） （2）计算机断层摄影（CT） （3）X射线透射法	WW/T 0055—2014
烧成温度	热膨胀法	附录B
物理性能	（1）差示扫描量热法测量比热容 （2）煮沸法测量体积密度、显气孔率、吸水率 （3）压痕法测量维氏硬度 （4）压力法测量抗压强度	（1）JJG 936，ASTM E 1269-05 （2）GB/T 3810.3，GB/T 2997 （3）GB/T 16534 （4）GB/T 4740
物相组成	X射线衍射分析(XRD)	JY/T 009，JB/T 9400
色度	光谱测色分析	GB/T 3977，GB/T 3978， GB/T 3979， GB/T 7921

5.2　科技信息提取流程

依据最有效利用珍贵古代陶瓷标本的原则，应先完成无损检测，如化学组成的无损检测、色度检测等；然后进行有损检测所需要样品的制备，在进行样品切割时应尽量先满足较大尺寸或有平坦表面要求的样品制备，如用于烧成温度测定的热膨胀样品的制备。应尽可能重复利用样品进行多项测试。

6　检测报告

检测报告应主要包括报告编号、样品信息、委托方信息、检测信息及结果、检测人员和部门的签章等。具体参见附录C。

附　录　A
（资料性附录）
古代陶瓷样品信息登记表

样品编号：_____　　入档时间：_____

送　样　人：_____　　登 记 人：_____

样品名称		样品来源	
文化属性		年代	
出土时间		出土地点	
考古编号		器型及特征尺寸	
装饰技法		纹饰	
胎色		釉色	
釉面裂纹		流传信息	

样品照片

注：应至少包括两个拍摄角度的照片，能够反映样品基本的外貌特征（如：器型、底足等），照片需较高清晰度，应保证分辨率在300DPI以上。

附　录　B
（规范性附录）
古代陶瓷烧成温度测定方法

B.1　原理

古代陶瓷烧成温度通过测量其热膨胀曲线来测定。古代陶瓷在加热温度超过烧成温度后，会发生再烧结，热膨胀曲线出现收缩，根据收缩临界点附近的曲线特征，来确定烧成温度。

B.2　测定范围

本方法适用于胎体烧成温度在800℃以上的古代陶瓷测定。

B.3　试样

B.3.1　试样制备时需将样品表面的釉层或其它装饰层磨掉，取中间的胎体部位。

B.3.2　试样形状应为圆柱或方柱形；试样的长度应在（10～50）mm之间；端面尺寸应在（2×2～5×5）mm^2之间。

B.3.3　试样端面间的不平行度应小于25μm。

B.4　仪器和设备

B.4.1　测量仪器应采用热膨胀仪或热机械分析仪。

B.4.2　仪器内测温热电偶应保证不受污染；更换热电偶后应按照 JJG 141或JJG 351 规定的方法进行校准。

B.4.3　用来测量试样原始长度的千分尺或卡尺，测量精度应小于±25μm。

B.4.4　仪器应选用已知热膨胀系数的标准样品进行校验。校验时，试验条件应与检测试样时相同，如试样长度、温度历程、环境气氛等。

B.5　分析步骤

B.5.1　测量试样长度方向的原始长度L_0。

B.5.2　试样在仪器中的载荷应在（0.01～1）N之间，推荐取30mN～50mN。

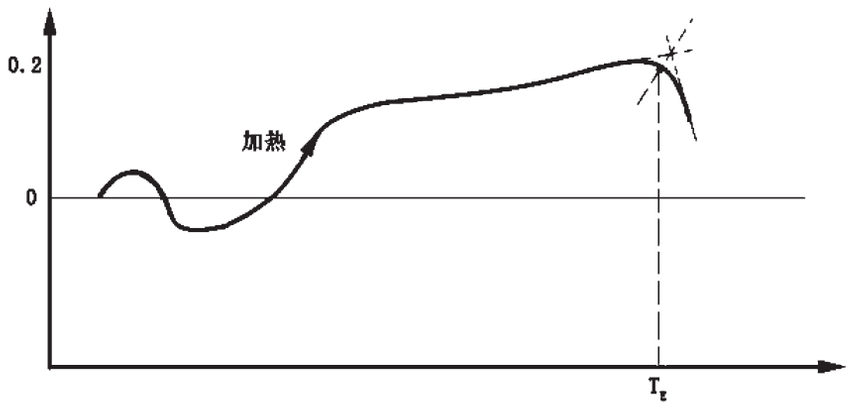
B.5.3　设置仪器升温速率和最高温度。升温速率应在（2～10）℃/min，推荐5℃/min；最高温度应高于烧成温度200℃。若无法判断烧成温度，应将最高温度设置成仪器长期使用最高温度，在测量过程中，当观察到热膨胀曲线出现收缩后再升温50℃～100℃，应停止升温。

B.6　测定结果

B.6.1　烧成温度的测定

典型古代陶瓷试样的热膨胀曲线如图B.1所示，试样不同，600℃之前的加热曲线可能有所不同。在800℃以后，热膨胀曲线在某温度开始表现为收缩。在曲线膨胀段和收缩段作切线，再从切线的交点向加热曲线作垂线，垂足对应的温度记为T_E，即烧成温度。

图B.1　典型古代陶瓷试样的热膨胀曲线



B.6.2　误差说明

如果试样闭气孔较多，由于闭合气体的热膨胀，会导致测定结果偏大；如果试样玻璃态较多，由于玻璃态粘度较低，顶杆的推力引起试样提前收缩，会导致结果偏小。

B.6.3　结果记录

测试结果应主要记录样品原始长度、升温速率、热膨胀曲线以及烧成温度结果等。

附　录　C
（资料性附录）
古代陶瓷科技检测报告

报告编号：_____

<table>
<tr><td>样品编号</td><td></td><td>样品名称</td><td></td></tr>
<tr><td>委托单位</td><td></td><td>送检人</td><td></td></tr>
<tr><td>检测日期</td><td></td><td>检测地点</td><td></td></tr>
<tr><td>检测项目</td><td></td><td>检测仪器</td><td></td></tr>
<tr><td>实验条件</td><td colspan="3"></td></tr>
<tr><td colspan="4">样品照片

注：应至少包括两个拍摄角度的照片，能够反映样品基本的外貌特征（如：器型、底足等），照片需较高清晰度，应保证分辨率在300DPI以上。</td></tr>
<tr><td colspan="4">检测结果

检测人：（签字）　　审核人：（签字）
检测部门专用章
X年X月X日</td></tr>
</table>

参 考 文 献

[1] ASTM E 228-06 Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials With a Push-Rod Dilatometer 顶杆法测量固体材料线性热膨胀的标准方法

WW/T 0053 — 2014

统一书号：115010・1824
定价：10.00元