

高等学校教学用书

陶瓷与耐火材料工艺学 实 驗 指 导

华南化工学院硅酸盐工学教研组 編

冶金工业出版社

高等学校教学用书

陶瓷与耐火材料工艺学 实 驗 指 导

华南化工学院硅酸盐工学教研组 編

冶金工业出版社

陶瓷与耐火材料工艺学实验指导

华南化工学院硅酸盐工学教研组 編

1960年9月第一版

1960年9月北京第一次印刷 6,515 册

开本 $850 \times 1168 \cdot 1/32$ • 字数110,000 • 印张 $4\frac{8}{32}$ • 插頁4 • 定价0.55元

統一书号15062 • 2367 冶金工业出版社印刷厂印

新华书店科技发行所发行 各地新华书店經售

冶金工业出版社出版 (地址: 北京市灯市口甲45号)

北京市书刊出版业营业許可証出字第093号

目 錄

前言.....	4
实验一、試料的准备及粘土或陶瓷泥料的制备方法.....	6
实验二、粘土的顆粒分析.....	10
实验三、粘土的可塑性測定.....	26
实验四、粘土的結合性試驗.....	34
实验五、电解盐对泥浆性能的影响.....	38
实验六、粘土泥料的收縮（干燥的与烧成的）率的測定耐 火材料的残余綫（或体积）变化率的測定.....	44
实验七、真比重的測定方法.....	55
实验八、吸水率、气孔率及体积密度的測定方法.....	62
实验九、粘土原料或陶瓷坯料的烧結（或玻化）范围的測定.....	67
实验十、陶瓷坯料的配料試驗.....	72
实验十一、瓷釉的配料研究.....	78
实验十二、石膏模的制造.....	83
实验十三、成型方法的研討.....	86
实验十四、机械强度的測定.....	90
实验十五、耐火度的測定.....	102
实验十六、耐火材料在高温下的荷重变形.....	109
实验十七、綫膨胀系数的測定.....	115
实验十八、热稳定性.....	118
实验十九、耐蝕性的測定.....	124
附录：各式篩子的規格.....	133
参考文献.....	136

前 言

本书是根据几年来教学和生产实习时所积累的資料以及国内外有关陶瓷与耐火材料檢驗方面的著作編写而成的，可作为高等院校硅酸盐专业、陶瓷与耐火材料专门化的試用教材，并可供有关的工厂技术檢驗人員、中等技术学校的教学人員参考。

本书共19項实验，其中包括实际应用的原料与制成品的基本試驗方法、研究性质的坯泥燒結范围的測定和陶瓷坯料及釉料的配料試驗、陶瓷材料的主要热性质的測定方法以及这些材料对侵蚀介质作用稳定性的測定。对所介紹的方法作出了比較詳尽的叙述，并指出了某些同类方法的优缺点，供作讀者根据不同的要求与設備条件而加以选用。

本书在內容方面，考虑到該課教学时数的限制，只能將較主要的与重要的一些項目編入，而实际采用时应按本单位的具体情况加以适当的安排，重点挑选或另作补充。

本书系試用性质，对书內欠妥或錯誤之处，希广大讀者随时提出批評指正，以供再版时改进。

书內有些內容（特别是图表部分）取自有关参考資料，編者在此对这些資料的作者深致謝意。

本书由我教研組陈建邦、黄勵知二人共同負責編写，具体分工是：书中的五、七、八、十二、十五、十六、十八等7項由黄

勵知同志負責初稿，其餘12項由陳建邦同志負責初稿，最後定稿（如修改補充等）工作皆由陳建邦同志負責完成。

編 者

1960年3月

实验一、試料的准备及粘土或

陶瓷泥料的制备方法

平均試样的选取与制备

对硅酸盐原料进行研究及检查性試驗之前，必須事先选取一定数量能充分反映出这些原料所特有的組成及一切性质的平均試样。因此，平均試样选取得是否正确，关系着对整个試样所作估价的正确程度。

平均試样选取的方法决定于原料的物理状态（块状的、散粒状的），以及运送的方法（包装或散装等）。

在以散装法运输块状原料（如硬质粘土等）或散粒状原料（如粘土等）时，由于大块与小块原料的结构和組成可能不一，故必須从均匀分布在車廂的平面和高度的各个不同位置上选出試样（总重約30公斤左右），将取出的試样研碎，混合，然后縮減其体积。

如果散粒状原料是包装着的，則从每袋、每箱以及其他容器中的上、中、下部取出（每容器取出約0.5~1.0公斤），然后仔細地混匀。

供研究用的平均試样，可按以下方法进行制备。

将試驗用的粘土記錄其块度及外觀鑑定，然后根据其不同的性状（如硬质与軟质）采用不同的处理方法：

（1）如我国江西、湖南、广东一带所产的瓷石、未风化完全的瓷土及其他不能用水浸化的瓷土等硬质原料，在組織上基本是一致的，可利用机械破碎，并使其在水中通过0.2毫米孔径篩，而将不能通过的部分再用球磨湿磨，使其全部通过而止。

（2）軟质原料，例如风化完全的瓷土或二次沉积粘土及可以用水浸化的瓷土等，用木錘将其大块打碎至3—5厘米，并用木

鏟來混勻，然後按四分法縮減其體積，直至試樣重為2~5公斤而止。然後細碎這些試樣，使全部通過0.5毫米孔徑篩，或者利用水篩法進行處理，將未風化物及夾雜的石英顆粒除去，同樣使通過0.2毫米孔徑篩。

以上處理所得的漿狀原料，均須經過脫水及在太陽中曬干（風干），最後用瓷研鉢研細，使全部通過0.5毫米孔徑篩，備作各項試驗之用。

粘土及陶瓷泥料之製備

一、潤濕粘土及陶瓷粉料的泥漿法及塑性法

泥漿法是用水將風干和細碎過的粉料浸濕，並使之在不斷攪拌下變成微微流動狀態的漿體。然後經過攪拌均勻及在石膏模型內脫去部分水分，使泥料達到正常工作的含水量即可加工備用。和漿需要的水量按粘土性質之不同而變動於60~150%（以干粘土為基）之間。

現將調制過程介紹如下：

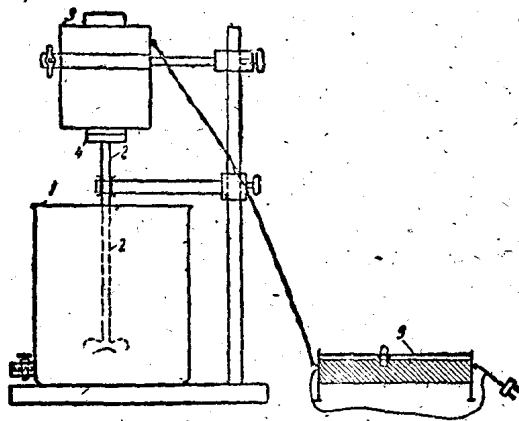


圖 1 實驗室用螺旋漿式攪拌器

1—金屬桶（或木桶）；2—黃銅軸；3—電動機；4—聯軸器；5—變阻器

(1) 在容器（玻璃缸或白鉄盆）內注入所需的水量，然后将細碎的（小于0.5毫米的）粘土或坯粉少量地逐漸撒入容器內。俟粉料浸透后，先用人工攪拌；湿度均匀后再用螺旋浆式攪拌器（见图1）攪拌2—4小时。将所得的泥浆全部通过1.0毫米孔径的篩网。

(2) 将調制好的泥浆注入盖有布的石膏模型中，使脫去部分水分。当泥料易于成形且用手滾搓时不会粘在手指上和桌子上时，泥料即可从模型中取出，經過加工处理，备作試驗之用。

(3) 粉料潤湿得是否适当可通过下列方法来檢驗：

① 切取上述泥料50克，向其中加入0.5毫升的水。在玻璃板上用刮鏟或小刀仔細拌勻后，若泥团开始粘着手背，則說明上述粉料潤湿适当（即泥料恰达“正常工作含水量”）；如此时泥团并无粘着的情况，則表示它潤湿得不够，需再行加水潤湿并仔細地均打之。

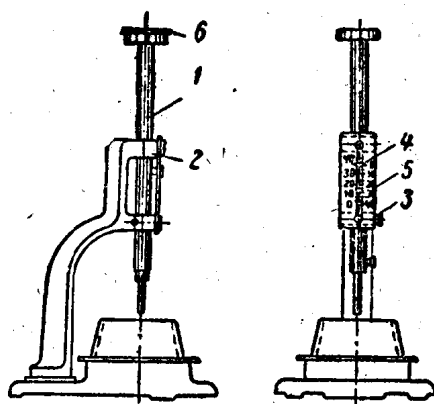


图 2 測定粘土正常工作含水量的仪器（根据ГОСТ 310—41）

1—圓柱形杆；2—套圈；3—螺釘；4—指針；5—标度尺；6—附加重量

② 利用測定水泥正常稠度及凝固時間的維卡仪（见图2）来檢定泥料是否到达正常工作含水量。

当仪器的整个可以移动部分的重量为 300 ± 2 克，其下端細

針（鋼絲或玻璃質的）之直徑等於 1.1 ± 0.1 毫米時，其細針在5分鐘內自由進入泥料內部之深度為 $3.5 \sim 4.0$ 厘米，則泥料具有正常工作含水量。

③用泥漿法製備的泥料，可保證質量上的均勻及縮短製備的時間（省去翻料時間），在以後試驗過程中可獲得正確的結果。因此，對處理質量較高的粘土（如耐火粘土、高嶺土）及用多種原料配制的陶瓷坯泥頗為適合。

塑性法是将風干和細碎過的（小於0.5毫米的）粘土（或陶瓷坯料）放入容器（玻璃缸或白鐵盆）中，然後將所需的水量以噴霧方式使之潤濕，使成具有正常工作含水量的泥料。潤濕需要的水量隨粘土可塑性程度而波動於 $25 \sim 45\%$ （以干粘土為基）之間，可塑性高者，潤濕需要的水量也多。

調制時，將粘土平均地撒放在盆內，用細玻璃棒或金屬杆在粉料層上穿若干小孔，以促使水分均勻地分布并使粘土坯泥很快地全部為水所飽和。用噴霧器將水分成2—3次加入。用水潤濕過的粘土應翻料10~14小時再行拌合或多次揉練，這樣方能使粘土粒子被水浸透得均勻。

塑性法製備的泥料，由於採用了干混和及用水（適量）潤濕的辦法，對泥料的質量和均勻方面較難保證，尤其對由多種原料組成的泥料很難獲得均勻的結果。同時處理的周期較長，故多適用於一般粘土泥料或一般坯料的製備。需用的設備較為簡單，是此法的特点。

二、坯泥的加工

為了對試驗過程中各個測定結果作互相比較，經以上方法處理過的泥團，必須經過仔細的加工（揉和與拌合），以獲得均勻，同時並無氣泡的試樣。

坯泥的加工可採用手工或真空擠泥機來進行。

將具有正常工作含水量的坯泥試樣放在桌上，反復用手順序

地从泥塊的中心向其邊緣揉和，直至可見的氣泡及空氣層完全消除為止。用細鐵絲從處理過的坯泥泥團中分次切下一定重量（如300~700克）的泥塊，並且用力地把它摔在事先撒有很薄一層于坯粉的桌子上，立即用力地將第二塊泥料摔在第一塊上面（此時手指的尖端不應在粘土表面上留下凹坑）。如此，重新將坯泥堆積成塊，再用手揉和，然後把完全均勻（特征是氣泡及空氣層消失，各部分的顏色均勻前者可用細鐵絲切開，檢查其斷面）的坯泥製成長方體或立方體，並置存于保干器或用濕麻布塊將坯泥包裹，並注明泥料的號碼及製備的日期。

在試料較多的情況下，可採用真空擠泥機（真空度為650~740毫米水銀柱）來處理，並能獲得最好的質量。但是，如果真空度掌握不好，會使坯泥中含有空氣泡。

實驗二、粘土的顆粒分析

概 述

粘土的顆粒組成是粘土分散度的數字概念，為各種不同大小的質點在數量上所佔的比例。

粘土的顆粒組成直接影響到粘土的顆粒堆積情況，而使粘土的可塑性、乾燥收縮、氣孔率和強度以及燒成收縮等有所不同。同時粘土的可塑性、結合性和燒結性等指標，實際上也決定于粘土質點的大小及其形狀（例如：當粘土原料中含0.1微米以下的顆粒愈多時，可塑性愈強；小于1微米的極細顆粒的數量愈多時，結合性愈佳，燒結性愈好，即愈易燒結），因此，顆粒組成對粘土的工業技術性質影響很大。

粘土原料顆粒組成的測定方法，在陶瓷和耐火材料工業中廣泛使用篩分析法與沉降法（如移液管法和比重計法等）。篩分析法用于測定粗分散物質和粉末的顆粒組成（粒徑大于0.1毫米

的)，也用于多級分散系統的粗分散部分的分离（如制备沉降分析用粘土試样时）。此法虽是一种古老的直接分析方法，但因其操作迅速，設備简单，且一般能达到分析的要求，故砂土分析至今仍多沿用此法。

沉降法則用于測定細分散部分（粒徑为1~50微米）的顆粒組成。其中：移液管法分析精確度較高，但由于操作繁瑣，設備复杂，特別是分析時間較長，故不适用于大量分析。

比重計法分析精確度較低，但其操作与設備均較簡便，尤其是分析時間迅速，故适用于大規模的分析工作（工业試驗）。

沉降法的原理是基于斯托克斯（Stokes's）定律：球形物体因重力的作用，当其在粘滯液体內落下时，此下沉速度系一常数，并与該球形物体半径的平方成正比，因而得出下列的数学式：

$$v = \frac{2}{9} r^2 \times \frac{(D-d)g}{\eta} \text{ 厘米/秒}$$

$$\text{或} \quad r = \sqrt{\frac{9\eta v}{2(D-d)g}} \text{ 厘米}$$

式中 v ——顆粒下降速度，厘米/秒；

r ——顆粒的半径，厘米；

D ——顆粒物料的比重；

d ——液体的比重；

η ——液体的粘滯度，克/厘米·秒，

g ——重力加速度，981厘米/秒²。

某一物料在一固定液体中沉降时，即 η ， D ， d 固定不变，則

$$\sqrt{\frac{9\eta}{2(D-d)g}} = \text{常数 (K)}$$

$$\text{所以} \quad r = K \sqrt{v}$$

現用下式表示：
$$v = \frac{H}{t} \text{ 厘米/秒}$$

式中 H ——顆粒下沉的高度，厘米；
 t ——顆粒下沉的時間，秒。

即得
$$r = K \sqrt{\frac{H}{t}} = \sqrt{\frac{9\eta}{2(D-d)g} \times \frac{H}{t}}$$

或 $R \text{ (直径)} = \sqrt{\frac{18\eta}{(D-d)g} \times \frac{H}{t}} \text{ 厘米}$

由上式可知：为了求得降落顆粒物料的直径，就必须知道顆粒的下降速度。相反地，知道了顆粒的直径，就可以求得这个顆粒（或大小相同的顆粒团）落到某一深处所經過的時間。

本实验仅就沉降分析法中的移液管法和比重計法分別介紹如下。在进行这些方法的同时，也結合了篩析法操作（如制备試料过程中），故对篩析法不另作介紹。

一、移液管法

1. 原理

移液管法是用特制的移液管自正在沉降的悬浮体中取样，借取出試样来确定在各个不同的規定時間內和一定的水平面上的悬浮体浓度的变化。悬浮体的这种浓度的变化取决于以不同速度下沉的各顆粒的尺寸之間的比值，从这种变化可以計算出悬浮体中各个級分的含量。

现将此法的理論基础闡明如下。將試驗物料重量 A 振搖于液体容积 B 中，則各部分的浓度将是一致的，并等于 $\frac{A}{B}$ 。当悬油液的运动停止后，物料顆粒开始沉降，其速度正比于顆粒半径的平方。經過時間 T 后，在深度 H 处的 ΔH 层内不存在下降速度大

于 $\frac{H}{t}$ 的顆粒，而顆粒下降速度小于 $\frac{H}{t}$ 者的浓度在此层內并未变更，其理由在于：下降速度大于 $\frac{H}{t}$ 的顆粒，即使在液体最上层者，經過時間 T 后已完全下降了 H 的距离，即已通过了 ΔH 层，而下降速度小于 $\frac{H}{t}$ 的顆粒，原在 ΔH 层者虽已下降，但将由上层同样的顆粒来递补，致使 ΔH 层中下降速度小于 $\frac{H}{t}$ 之顆粒浓度仍属不变。因此，如已知悬浮液的起始浓度，将其靜置 T 時間后再測定深度 H 处 ΔH 层的浓度，以此两个数值可以算出下降速度大于或小于 $\frac{H}{t}$ 的顆粒的含量。同样，在同一深度 H 处，經過 T_1 、 T_2 、 T_3 ……等時間后，分別測定其浓度，就可得出顆粒各个級分的分布情况。

2. 使用的仪器与设备

(1) 移液仪器 (图 3 和 4) 的結構:

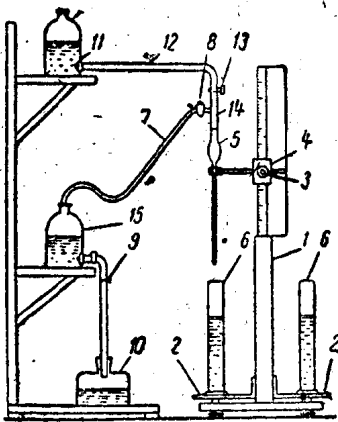


图 3 移液仪器裝置

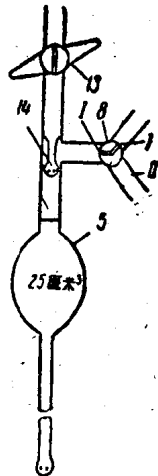


图 4 分散分析用的移液管

支柱1固定在三脚架上，环绕支柱1有平台2。支柱1上部刻有毫米的刻度，并于其中套以套圈4，可用螺钉3将其固定。套圈4用以固定吸管5于一定高度。环绕支柱1于平台2上放置着4至6个量筒6，其容量皆为1公升。量筒内的悬浮液用头部包有橡皮的玻棒搅拌，用容积为25毫升的吸管5吸取样品。吸取试样时，可应用瓶15的装置，用橡皮管7将瓶15与吸管中部的三联开关8相连接。水从瓶15中经出水管（其上附有开关9）流入盛器10中。欲清洗吸管5时可应用瓶11的装置，水从11短管12、开关13以及带有孔14的特别支管将水流入吸管5中，以洗涤吸管。吸管5的上部作成弯曲形并附有毛玻璃开关13，接近吸管下部对闭的端头处，于其管壁上有4至8个直径1~1.5毫米的小孔，用以吸入试样。吸取试样时将三联开关8旋转至I—I位置，放试样于瓷皿中时，将三联开关旋转至I—II位置。

(2) 其他仪器及设备：

瓷研钵及胶皮头研棒（公用）；

分析天平：称量200克，感量0.0001克；

恒温烘箱；

小称量瓶；

回流冷凝器装置及500毫升烧瓶、水浴锅（平底）、电炉（盘式）、筛子：0.50、0.25、0.063、0.50、0.25、0.063毫米孔径的（可公用）及玻璃缸、大蒸发皿、小发蒸皿、玻璃棒；

温度计、停表（或手表）。

(3) 材料：

4% $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 溶液；

25%的氨水；

蒸馏水。

(4) 原料：

高岭土及粘土。

3. 试样的准备

(1) 从风干試样中取出約15克物料，放于瓷研鉢中，用包有橡皮头的研棒揉碎（不可研磨）使全部通过 0.5 毫米孔径篩。在分析天平上称取10克試样作顆粒分析用，另称取 1 克試样测定其湿度。試样重量由下式換算成干至恒重的試样重量：

$$b = \frac{B \times 100}{100 + W}$$

式中 b ——干至恒重的試样重量；

B ——天然含水率的試样重量（风干試样重）；

W ——含水率，%。

(2) 將試样置于附有回流冷凝的 0.5 公升烧瓶中，加入 40 毫升 0.1N— $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 溶液（11 毫升 4% $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 溶液，亦有 1 毫升 25% 氨水或草酸鈉溶液者。如粘土中含硫酸盐較多，則 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 之用量必須增至 1.5~2 倍）。加入 120~150 毫升蒸餾水煮沸 1 小时。在煮沸时勿使物料沾于瓶壁上。

(3) 悬浮液冷却至室温后过篩。篩子迭于大瓷皿上，通常將 0.50、0.25、0.063 毫米孔径的篩子重迭起来使用（如試样顆粒較細，則仅通过 0.063 毫米篩即可）。煮沸后残留的結块在篩上用手指或軟橡皮棒揉碎并小心洗滌。悬浮液移到篩中时，要小心將烧瓶洗淨，使瓶壁不留残土。

(4) 將留存篩上的顆粒移于已知重量的杯或皿中，在水浴上將水蒸发，并于 105~110°C 烘箱中烘干。在干燥器中冷却后于分析天平上称重，分別算出大于 0.50、0.50~0.25 及 0.25~0.063 毫米三个粒径区段的重量百分率。以上篩余用放大鏡或显微鏡以及简单的化学定性方法进行检查，还可以得出它所含的物质的性质，从而了解粘土中所包括的杂质（砂、云母、黄鉄矿、石灰石、炭等）。

(5) 將大瓷皿中悬浮液移入量筒中，加入蒸餾水，使悬浮液恰等于 1 公升。如悬浮液放在量筒中靜置若干時間后，顆粒粘結成团，筒內分为上下层，上层清亮，下层混浊，則將悬浮液倒入 2~3 公升的瓶中，以二倍蒸餾水冲淡之。搖盪均匀后，將冲淡

的悬浮液倒入量筒中至1公升标记处。如静置若干时间后不再发生结团现象则可进行分析。如仍结团，则用上述方法再行冲淡二倍，甚至原悬浮液之8倍，此时则应采用100毫升之吸管，并且为了使冲淡液更趋稳定，应加入1~4毫升25%氨水。

4. 試驗手續

盛有悬浮液之量筒置于平台2上，使绝对垂直。转动平台2，使量筒位于吸管5之下。调节吸管5之位置，使下端吸孔恰巧位于液面之上。从支柱1刻度部分读出读数，到规定时刻以移液管（吸管5）小心地至规定深度处吸取样品（见表1），但不得振动悬浮液。

表1 根据斯氏公式计算而得（粘土比重以2.65计），也可以从本实验附录查得。

表 1

颗粒直径 (毫米)	取样深度 (厘米)	各温度下静置的时间						
		12.5°	15°	17.5°	20°	22.5°	25°	27.5°
0.01	10	22'30"	21'6"	19'48"	18'39"	17'33"	16'35"	15'39"
0.005	10	1时30'	1时24'21"	1时19'8"	1时14'34"	1时10'12"	1时6'1"	1时2'38"
0.001	7	26时15'05"	24时36'25"	23时5'26"	21时45'9"	20时28'59"	19时21'13"	18时16'5"
0.0005	10	—	137时	128时	121时	114时	107时	—

吸取样品方法：将吸管5所有开关关闭，将其降至量筒中规定深度处（小心，不要扰动了试样）。取样时先将瓶15出水管的开关9打开，慢慢打开开关8，使悬浮液均匀地吸入管内直至20毫升标记处。关闭开关8，将吸管从量筒中提出，用毛巾擦吸管之外部，再旋转开关8（吸管与空气相通），使吸管内试样流入已称重之瓷皿或杯中。

取出试样后，应立即测定悬浮液之温度。在取0.001毫米之试样时，温度应测两次（搅动后与取样后），以两次温度之平均值作为试样之温度。温度测定后，再将悬浮液重新搅动。搅拌方法或用包有橡皮头的玻棒以手上下搅动3~5分钟，或用塞将量筒