

实验十六 烧结温度和烧结温度范围

一、实验目的

了解测定烧结性能的原理和方法，掌握烧结温度和烧结范围的测定方法，根据坯体在煅烧过程中的致密程度的变化情况及体积变化情况，结合生产实际以制定出较好的合理的煅烧制度。根据烧结温度的高低和烧结范围的宽窄可以确定粘土或坯泥适于生产何种陶瓷品种及其在配方中的加入量。在选择窑炉类型，确定窑火位时，这也是一项必需的参考资料。

测定烧结温度和烧结温度范围的方法有多种，传统试验法是根据在不同温度时试样的吸水率(或气孔率)，以及线收缩(或体积收缩)的情况来确定的，高温显微镜法是以测定在加热过程中试样轮廓投影尺寸与形状变化来确定的。

二、实验原理

烧结温度一般是指坯体经热处理后，吸水率达到 $\leq 0.5\%$ 时的温度，而烧结温度范围是指坯体经热处理后，由烧结温度至开始发生形变(膨胀)时的温度间隔，因此，将试样在不同温度下进行烧结，测定各温度下试样的吸水率(或气孔率)以及线收缩(或体积收缩)就能获得烧结温度和烧结温度范围。

试样的体积收缩和气孔率可按液体静力称重法进行测定。

将试验所得的上述数据绘制曲线，再根据它的变化趋势求出烧结温度与烧结温度范围。

三、实验仪器设备及流程

煅烧样品高温炉(图 1 和图 2)、成型压力机以及测定气孔率、吸水率、体积密度所用的全套仪器。

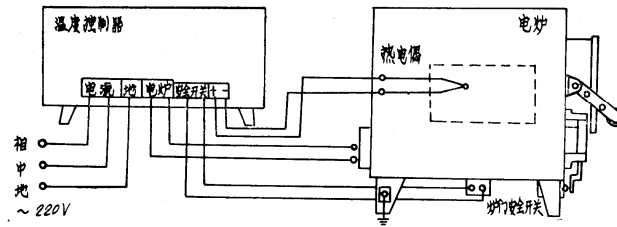
四、实验操作步骤

1、试块的成型

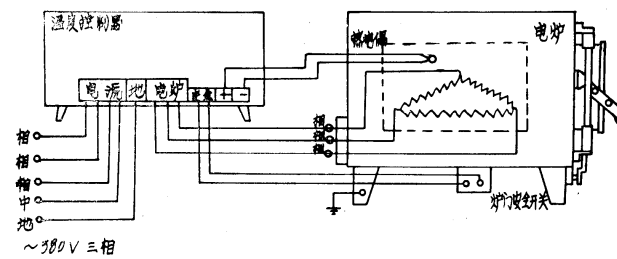
先将粘土或坯料制成一定尺寸的试块，然后经过干燥煅烧，一般成型方法有可塑法和半干压法两种。

可塑法成型是将破碎至一定细度的泥料，用水调和成正常工作稠度时的软泥，或用挤

泥机挤出的软泥，制取一定尺寸的样品(参看干燥收缩实验讲义)。可塑法成型的试块强度低，在操作过程中易掉角甚至松散。

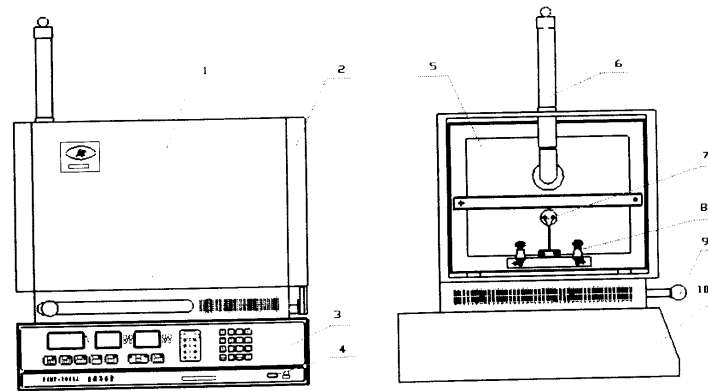


SX- $\frac{2.5}{5}$ -12型箱式电阻炉与温度控制器电气联接接线示意图



SX2-10-12型箱式电阻炉与温度控制器电气联接接线示意图

图1 箱式电阻炉与温度控制电气联接线示意图



- | | | | |
|-------------|------|--------|--------|
| 1—高温炉体 | 2—炉门 | 3—面板 | 4—面板开关 |
| 5—保温后盖板 | 6—烟囱 | 7—热电偶 | 8—接线柱 |
| 9—自动/手动转换手柄 | | 10—控制箱 | |

图2 KSMF-2000A 自动马弗炉的智能控制器、新型马弗炉和自动送样装置

半干压法成型，具体操作如下：

称取约 700 克破碎至 0.5mm 的粘土或直接取用工厂坯料，用泥重 7~8% 水调匀后，使之

通过 1 毫米孔径筛以进一步均匀调和水分，然后称取约 30 克的湿泥，置于金属模中，在油压机上成型，成型压力一般为 0.4kg/cm^2 。

成型好的试块，刻上号码以后，放置玻璃板上(可塑法成型块须垫以薄纸)，置烘箱中逐渐升温至 $105\sim 110^\circ\text{C}$ ，干燥至恒重(约 3 小时)，然后置干燥器中冷却备用。本实验的试块在干燥收缩实验时预先准备好。

2、试块的煅烧

将经过干燥的试块，细心地检查，并在试块上刻线，按照试块上的编号，顺序地将试块排列在事先撒有薄层石英粉或 Al_2O_3 粉的耐火托板上(每块板放置 3~5 块试块)或装入匣钵内，试块之间应保持一定的间隔，若试块在电炉中烧结，间隔大小约 1 公分。在试验窑中烧结时，间隔大小以不超过 4~5 公分为宜。

然后，用金属托杆将安放有试块的托板或盛有试块的匣钵送至高温炉或试验窑中进行煅烧。

为了确定实验基础，一般对温升速度有如下规定

对于薄片易溶粘土试块，按下列温升速度能得良好结果

室温~ 150°C	60 分钟
$150\sim 500^\circ\text{C}$	30 分钟
$500\sim 650^\circ\text{C}$	45 分钟
$650\sim 1000^\circ\text{C}$	75 分钟

对于薄片的难溶粘土试块，如果是在电炉中烧结，温升速度可按每小时 $120\sim 150^\circ\text{C}$ 进行。若在试验用倒焰窑中烧结，则按以下温升速度进行。

室温~ 150°C	1 小时
$150\sim 800^\circ\text{C}$	3 小时
$800\sim 900^\circ\text{C}$	1 小时
$900\sim 900^\circ\text{C}$	保温 2 小时
$1000\sim 1300^\circ\text{C}$	2 小时
$1300\sim 1300^\circ\text{C}$	保温 1 小时

试块在最终温度保持 30 分钟。为了了解试块经不同温度烧结后的体积、吸水率以及气孔率的变化情况，必须在不同烧结温度下，取出一批试块(3~5 块)进行上述性能的测定。对于一般难溶粘土，取出试块的温度由 900°C 开始，然后每隔 $50\sim 20$ 度取出一批，直至试块达到变形温度为止。

取出后的试块不能直接在空气中冷却，否则会发生炸裂，应用火钳将其连同耐火托板一起放入预先保持在 800~900℃的电炉内，令其逐渐冷却至室温。

冷却后的试块按照线收缩及**实验(二十二)**所列公式计算试块的线收缩 S 、吸水率 W 、显气孔率 B ，每一数据皆为 2~5 块试块的平均值，最后将这些数据制成上图的曲线。根据试块的吸水率和线收缩找出烧成温度和烧成温度范围，再结合制品的具体技术要求，判定出合理的烧成制度。

五、数据处理

干燥试块的体积测定

$$\text{试块的烧成体积收缩} = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100\%$$

式中： V_1 — 干燥试块的体积。

V_2 — 烧成后的试块体积。

因此，欲求得烧成后的体积收缩，就必须首先测出试块在干燥和烧成后的体积，可采用液体静力称重法进行测定。为了防止生坯在水中分散，应采用煤油作为媒介液，详细操作参看实验(一)

试块的体积收缩均为线收缩的三倍，本实验测定试块的线收缩。

$$\text{试块的烧成线收缩 } S = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100\%$$

L_1 — 干燥试块的刻线长

L_2 — 烧成后试块的刻线长

六、分析讨论题

- 1、陶瓷最高烧成温度确定的原则是什么？
- 2、烧成温度对收缩率的影响，如何控制烧成温度？

(执笔人：金泰琪、吴红忠)