景德镇陶瓷学院科技艺术学院

本科生毕业论文(设计)

裂纹釉的研制及影响因素的探讨

The development of the crack glaze and influencing factors

学 号:	201030451313
姓 名:	计 文 东
所在系:	工 程 系
专业:	无机非金属材料
指导教师:	于 长 凤
完成日期:	2014年5月25日

景德镇陶瓷学院科技艺术学院毕业设计(论文)任务书

院(系) 工程系

2013年12月12日

专业	无机材料	班级	2010级(2)	
学生姓名	计文东	指导教师	于长凤	
题目	裂纹釉的研制及影响因素的探讨			

主要研究内容和设计技术参数:

- (1) 裂纹釉配方组成的探讨;
- (2) 不同氧化物加入量对裂纹产生的影响;
- (3) 制备工艺条件对裂纹釉的影响(施釉方法、釉层厚度等);
- (4) 烧成温度对裂纹釉的影响;

基本要求 (含成果要求):

- (1) 通过本课题的研究,研制出裂纹釉样品并分析探讨其影响因素。
- (2) 通过毕业课题熟悉科研方法,培养学生利用正交试验表安排试验及分析问题及动手的能力。
- (3) 完成查阅英文文献 3 篇,翻译 1 篇英文原文。培养学生文献资料查阅及翻译能力。
- (4) 撰写符合规范的毕业论文,提供答辩的样品。

工作进度计划:

- (一) 毕业实习(1-4周)
 - 1、中外文资料查阅与翻译;
 - 2、制定试制方案:
 - 3、原材料的准备;
- (二) 试验阶段 (第5~12周)
- 工作内容: 1、试验方案实施——实验试制及配方调整;
 - 2、从工艺、烧成等方面进行试制调整;
 - 3、工艺参数的整理及分析;
- (三)补充实验阶段(第13~14周)
- 工作内容: 1、补充所缺数据;
 - 2、制备答辩样品;
- (四)**论文撰写与答辩准备**(第15-17周)
- 主要工作内容: 1、论文初稿的撰写;
 - 2、论文完稿打印:
 - 3、答辩准备;

摘 要

采用正交试验的方法进行裂纹釉的试制。以长石、滑石、方解石、高岭土等为主要原料制备裂纹釉。在探索性实验的基础上选出比较好的一组,然后选定相关因素做正交试验。从组成的变化入手,对釉面裂纹情况、釉的流动性、平整光滑等釉面质量进行考察,优选出最佳配方。在最佳配方的基础上考察烧成温度,保温时间,施釉厚度,烧成气氛等单因素对裂纹的数量、釉面质量进行分析比较,探讨裂纹釉的最佳工艺制备条件。

实验结果表明: 釉料的组成对裂纹釉的质量影响很大,选用合适的釉料组成,使得釉的膨胀系数明显大于坯体膨胀系数时产生的裂纹具有粗细交织的良好效果; 试验中釉的厚度约为 1.5~2mm,烧成温度在 1280~1300℃,保温时间在 20~30 分钟制备得到立体感较强的冰裂纹釉。

关键词: 裂纹釉 冰裂纹釉 生料釉 膨胀系数

Abstract

Adopt the method of orthogonal test for trial production. Such as feldspar, kaolin, talc, calcite crack glaze as the main raw material preparation. On the basis of exploratory experiment choose a better one group, and then the selected factors associated with the orthogonal experiment. From the change of composition of glaze crack situation and liquidity of glaze, level off is smooth glaze quality, optimizing the best formula. On the basis of the best formula of firing temperature, holding time, glazing thickness, the number of sintering atmosphere such as single factor on the crack, the glaze quality carries on the analysis comparison, explore the optimum preparation conditions crackle.

The experimental results show that: Glaze composition had a great influence on the quality of the crackle, choose suitable composition of glaze, the glaze is bigger than the expansion coefficient of the body for coefficient of expansion of crack is mixed degree of good results; Test the thickness of the glaze is about $1.5 \sim 2$ mm, firing temperature at $128 \sim 1300$ °C, holding time in preparation of $20 \sim 30$ minutes get stereo sense is strong ice crackle.

目 录

搪	Í	要II
Ał	ostra	act III
Ħ	录.	IV
1	前	言1
	1.1	选题的目的与意义1
	1.2	课题的研究现状1
2	文献	:综述3
	2. 1	陶瓷釉的概括3
	2.	1.2 陶瓷釉的作用3
	2.	1.3 裂纹釉的生成原理和主要特征3
	2.2	釉中氧化物的主要作用3
	2.3	釉的熔融温度范围4
	2.4	裂纹釉工艺要点以及工艺流程4
	2.	4.1 裂纹釉工艺要点5
	2.	4.2 裂纹釉的工艺流程5
		裂纹釉的研究现状5
3		:内容6
	3. 1	实验的原料与设备6
	3.	1.2 各原料的作用6
	3.	1.3 实验设备7
	3.2	原料的处理7
	3.3	工艺流程7
	3.4	坯体及釉料的制备8
		4.1 坯体的制备8
		4.2 釉料的制备8
		施釉方法
		釉用原料选用原则:
		配方试验设计10
		7.1 正交试验设计10
		7.2 单因素实验
4	结果	分析与讨论15
		化学组成对裂纹釉的影响15
		釉料的细度对裂纹釉的影响16
	4.3	中间层对裂纹釉的影响16
	4 4	釉层厚度对裂纹釉的影响

	4.5	烧成制度对裂纹釉的影响	17
	4.6	釉面缺陷分析	18
	4.7	坯釉热膨胀系数对裂纹釉的影响	18
	4.8	低温、高温下烧制裂纹釉的分析讨论	18
5	结	论	20
6	经济	5分析	21
	6 单	L位样品的原料成本核算	21
7	致	谢	22
8	参	考文献	23

1 前 言

1.1 选题的目的与意义

陶瓷裂纹釉是我国的一种传统釉,也是一种艺术釉,瓷器表面布有许多小裂纹,有疏有密,有粗有细,有长有短,有曲有直,形似龟裂蟹爪或冰裂的纹路,成为裂纹釉。它本是制瓷过程中的一种缺陷,以后用作瓷器装饰。近年,随着我国对外开放广大消费者对物质文化生活的要求有了迅速提高。购买和收藏陶瓷裂纹釉产品的人越来越多,然而受裂纹釉产品复杂的形成机理,繁琐烧成工艺影响该类产品市场拥有量不能满足广大消费者的需求为了继承和发扬这古老陶瓷艺术,通过探索,已经研究出多种方法来改善和提高裂纹釉的质量。

近年来随着科技的进步,新一代裂纹釉是高新技术产品,有鱼子纹、百圾碎、蟹爪纹、冰裂纹、网形纹、梅花纹、细碎纹等多种裂纹,而颜色也是丰富多彩,有鳝血、金丝铁线、浅黄鱼子纹等多种颜色,花色品种以及裂纹种类比同类进口釉料更加丰富多彩,能使陶瓷具有独特的艺术效果。开创了艺术陶瓷设计革命的新纪元。

对于裂纹釉的研究,具有重要的意义。首先从改善其自身有重要的意义。从配方的组成,釉料的配制以及工艺,对于改善裂纹釉的质量至关重要,也是取得突破性技术的关键。其次,研究裂纹釉,裂纹釉本身就是一种艺术陶瓷釉所以也为陶艺家们提供制作上的改革,从而带动艺术行业发展。

本实验用生料制备了透明裂纹釉,主要采用正交实验法和单因素实验法考察了配方组成、烧成制度、釉层厚度对透明裂纹釉的影响。然后改善坯体的配制、改善和料的配制、改善工艺条件,获得更佳的途径制取裂纹釉。

1.2 课题的研究现状

研究的共同特点就是根据裂纹釉产生的机理,改善坯体配制、釉料配方组成、 工艺条件等,来获得更佳的制取透明裂纹釉的途径。

陶瓷产品釉面裂纹的产生,其根本的原因在与坯釉之间膨胀系数不适应,,由此,其研究的重点就是坯釉配方及工艺技术路线,并根据裂纹釉的有关形成条件。其坯体的配制原则是一次烧成和就地取材,裂纹釉的试制一方面是追求釉面裂纹釉的形成,另一方面是追求裂纹形成后的艺术效果。实验过程中,在提高釉料的膨胀系数同时,还重点考虑到釉料的成熟温度需与大生产的实际烧成温度相适应,因此在配方中加入一定的硼熔块、石灰石等降低釉料的成熟的温度。并且实验中采用继续增加碱金属和碱土金属在釉中用量的方法,同时增大釉的高温粘度,使微气泡分布均匀,同时加入一定的硼熔块适应烧成制度,经过反复试制,

取得很好的效果。其采用硼熔块、石英、钠长石苏州土、石灰石为原料,烧成温度是 1150—1200℃。

目前,有关冰裂纹釉的报道非常有限。在探索恢复烧制龙泉青瓷"冰裂纹"的传统工艺。叶小春于 2003 年 12 月 3 日申请了发明专利"一种青瓷冰裂纹釉及其产品的制作方法"。该方法虽然在恢复烧制龙泉青瓷"冰裂纹"的工艺做了有益探索,取得了明显效果,但其釉料玻璃质过强,失去了龙泉青瓷乳浊釉特有的质感,其烧成过程中保温时间太短,釉面易产生气孔而影响成品外观。

陈宏根于 2004 年 6 月申请了发明专利"一种龙泉青瓷冰裂纹釉及其产品的制作方法"。提供了一种龙泉青瓷冰裂纹釉料配方,使得其适用性更广,热稳定性更好。其所用的技术方案是制备冰裂纹釉料。其配料重量百分组成岭根釉土: 10%~15%; 石英 6%~9%; 宝溪紫金土: 3%~5%; 长石 50%~68%; 西源釉土: 8%~12%; 石灰石: 5%~9%。对各种釉料按配方要求精细拣练选后,混合均匀。以球磨子:釉料:水=2:1:0.6,装入球磨设备中经过 16 小时的球磨成细度为 100目, 过滤成釉浆即可。

武同青和苏敏制备了冰裂纹釉并对其影响因素进行了研究,得出:1、釉料的组成对裂纹釉的质量影响很大,选择合适的釉料组成,使得釉的膨胀系数明显大于坯体的膨胀系数时产生的裂纹具有粗细交织的良好结果;2、该冰裂纹釉可以不加呈色剂,烧出透明状裂纹后,再用金属溶液或黑汁浸渍制品使裂纹染色,从而获得布满彩色纹路的釉面;3、釉层厚度以0.8~1.0mm为宜,最佳烧成温度为1230~1250℃,周期为7~8小时;4、控制呈色剂加入量;5、生产时应严格执行烧成制度,其急冷温度应控制在620℃左右。

2 文献综述

2.1 陶瓷釉的概括

釉是覆盖在陶瓷制品上无色或有色的玻璃质薄层。是用矿物原料和化工原料按一定比例配合经过研磨制成釉浆,施与坯体表面,经一定温度煅烧而成。能增加制品的机械强度、热稳定性和电介强度,还有美化器物、便于拭洗、不被尘土 腥秽侵蚀等特点。

2.1.1 陶瓷釉的发展历史

最早的陶瓷釉在公元前一万二千多年由埃及人所发明,他们燃烧从海上捡来的沙石,当中的盐分溶成玻璃,沙石连接在一起。中国的铅釉是最早出现于公元前二百年活更早的时期随即石陶器和瓷器的釉在技术上是个很大的进步,跟着开始出现。

土的釉陶数量很多,器形均为豆式,釉色略显青色。两汉是我国陶器制造很 发达的时代。尤其是釉陶已发展到很高阶段,釉陶在两汉末年已成为一种正常的 生产,汉代釉陶的釉色有翠绿、铜绿、灰青等,基本都属于铅釉,只是含有不同 量的氧化铜或氧化铁。铅釉的熔融温度低,较适宜于烧成温度不高的陶器。

2.1.2 陶瓷釉的作用

釉是覆盖在陶瓷制品表面上一层很薄很均匀的玻璃质层。它的作用是多方面的,若釉和坯体在烧成后有良好的紧密连接则可以增加陶瓷制品的坚固和硬度。若是食用的器皿一层光滑的釉,器皿易于清洁。当然陶釉还可以补救陶器渗水问题,令器皿内的水不易渗透陶壁而漏出。此外,不少陶艺家利用釉来作为陶艺作品的主要装饰,因为坯体本身的色泽有限,所制造的机理亦有一定的限制,不及釉的颜色及机理丰富。因此有很多人都视陶泥为陶瓷的骨骼,能做出各种各样的形态,而釉则是覆盖在上面的肌肉和皮肤,呈现出千姿百态和各式各样肌理效果。

2.1.3 裂纹釉的生成原理和主要特征

裂纹釉作为众多釉料中的一种,其本身有自己独特的风格彰显现出独特的艺术魅力而分外引人注意。就裂纹釉来说,在最初的实验实践中,它其实是一种不成功的釉,是釉和坯体之间的依附关系出现了问题,虽然没有脱落,但却出现了中很多裂纹。而裂纹釉的出现也正是此釉料在高温下比坯体的膨胀系数高,而在冷却过程中其收缩率又大于坯体,从而在应力作用下,釉面被坯体拉裂。因而出现裂纹釉。

2.2 釉中氧化物的主要作用

$(1)Si0_2$

Si0₂是瓷的主要成分,含量很高,直接影响瓷的强度及其他性能。但是也不能太高,否则,瓷器烧后热稳定性变坏,易出现自行炸裂现象并且很大程度上降低釉的膨胀系数,不利于坯釉热膨胀系数差值变大,不利于产生裂纹。

$2A1_20_3$

主要由长石和高岭土引入的,是成瓷的主要成分,一部分存在于莫来石晶体中,另一部分溶于熔体中以玻璃相存在。A1₂0₃可以提高瓷的化学性能,提高瓷的物理性能和力学性能,提高白度。含量多提高瓷的烧成温度,降低釉料的热膨胀系数,不利于产生裂纹。

③K₂0与Na₂0

主要由长石引入,是成瓷的主要组分,起助熔剂作用,存在于玻璃相中提高 釉料的热膨胀系数,使釉料的膨胀系数大于坯的,从而更利于产生裂纹。

④着色氧化物(CuO 和 GO₂O₃)

如果氧化钴的含量太多,烧出来的釉面不是很清晰,效果不是很好,因此氧化铜的含量相对要多点,烧出来较好。

2.3 釉的熔融温度范围

釉和玻璃一样没有固定的熔点,加热过程中由固态转为液态时,在一定温度 范围内逐渐溶化,往往当釉料在高温作用下,从开始软化到完全熔融成具有流动 性能力的液体,需要经历始熔、熔融和流动等阶段,这需要在一定的温度范围内 进行。

对于不同的釉它们的熔融温度范围不相同,如日用瓷烧成周期长具有一定温差,因而熔融范围要宽些;建筑陶瓷温差小,自动化控制,烧成温度低,烧成时间短,故始熔温度要高些以便让坯体内部的气体排尽。

釉的熔融温度与釉的化学组成、细度、混合均匀程度、烧成温度、烧成时间等有着密切关系: 釉料的颗粒度由细变粗会导致釉的熔融温度与始熔温度向高温方向移动,不利于烧成: 烧成时温度偏低或时间过短, 都会使釉层熔融不良, 影响釉面品质。烧成温度超过釉成熟温度范围会增加釉面对坯体的溶解, 坯料溶入釉层, 使釉层膨胀系数小于坯体, 造成剥落缺陷严重会流釉: 釉料中某些组分密度较大或悬浮剂不够, 存放过程中产生偏折大的与重的沉淀, 施釉不充分搅拌均匀, 会造成部分釉熔融温度低无法确定烧成温度, 同种制品会出现两种釉面品质。

2.4 裂纹釉工艺要点以及工艺流程

2.4.1 裂纹釉工艺要点

配置裂纹釉的工艺操作,与普通釉基本相同,在进行釉料配方设计时,配料一定,就应增大釉的膨胀系数,一般是增加氧化钾、氧化钠或氧化钡,同时减少氧化铝、二氧化硅。喷釉釉浆比重在 1.45—1.55,施釉厚度 0.8—2mm 为宜。

为了使裂纹清晰可见,可用多种方法着色:

- 1、在施普通釉的基础上,再施一层较厚的裂纹釉进行烧成,制品冷却时, 上层釉龟裂,而漏出下层釉。
- 2、在基础裂纹釉中,添加适量着色剂,再经混磨均匀,可制得带色的裂纹 釉。
- 3、将裂纹釉制品浸入钴溶液中,使溶液吸收到裂纹中,然后在烧一次,可制得蓝色的裂纹釉。
 - 4、将砂糖溶液渗入裂纹,用低温烘烤使之碳化,可制得黑色裂纹的裂纹釉。

2.4.2 裂纹釉的工艺流程

首先把所需要的原料原料过筛,然后配好料,倒入球磨罐,加入一定水放入球磨机研磨 10~15 分钟;接着在已做好的坯体上面上釉放入烘箱烘干最后放入炉子中烧制便可烧制出裂纹釉来。我们也可以通过泥料制浆→注浆成型→烘干素烧→上釉→烘干→烧制。

2.5 裂纹釉的研究现状

裂纹釉的形成原理有两种。一种是,在开发釉料配方的过程中,有意增加碱性氧化物含量,使釉的膨胀系数大于坯的热膨胀系数,这样,在烧成冷却过程中,由于坯、釉的膨胀系数不一样,产生张应力当张应力超过釉层所能承受的限度时釉层就出现龟裂,形成裂纹。裂纹釉形成的另一种原理就是,在开发釉料配方时,有意开发干燥收缩大的釉料配方,使生釉层在干燥过程中发生开裂,烧成时由于表面张力作用,开裂的釉产生轻度收缩釉,形成宽约 0.1—0.2mm 的裂纹。

为了更好的生产裂纹釉,必须了解传统裂纹釉和新型裂纹釉的形成原理。传统裂纹釉是产品在烧成的冷却过程中形成,釉裂深达坯体,影响产品的机械强度,因而产品都做的很厚,无法在陶瓷墙地砖生产中应用,并且釉裂纹的缝隙中容易沉积污垢,难以清洗:裂纹小、花色少。新型裂纹釉在干燥过程中形成,经过高温烧成,釉层与坯体,釉层与釉层之间结合紧密,釉层之中不存在裂缝,因而不会降低产品强度和沉积污垢,产品可以做的较薄,用于地砖和墙砖都非常易清洗。还可以在底釉和面釉中加入不同色料,通过不同的色料组合来获得各种艺术效果。

3 实验内容

3.1 实验的原料与设备

3.1.1 实验原料

实验用事主要原料:钾长石、钠长石、方解石、白云石、粘土等。 所用原料的化学组成如表 3-1 所示

表 3-1 原料的化学组成 (wt%)

Table 3-1 Chemical composition of materials (wt%)

化学组成	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	灼减	总计
高岭土	48.30	39.07	0.15	0.05	0.02	0.18	0.03	12.09	99.89
石英	96.60	0.11	0.12	3.02	_	_	_	_	99.85
长石	64.93	18.04	0.12	0.38	0.21	14.45	1.54	0.33	100.00
粘土	49.09	36.74	0.40	0.11	0.20	0.52	0.11	12.81	99.98

3.1.2 各原料的作用

粘土 (高岭土):

石英:

高岭土在陶瓷中作用是引入 A1₂0₃,有利于莫来石的生成,提高其化学稳定性和烧结强度,在烧成中高岭土分解生成莫来石,形成坯体强度的主要框架,可防止制品的变形,使烧成温度变宽,还能使坯体具有一定的白度。同时,高岭土具有一定的可塑性、粘结性、悬浮性和结合能力,赋予瓷泥、瓷釉良好的成形性,使陶瓷泥坯有利于车坯及注浆,便于成形。

石英陶瓷史新发展起来的一种新型耐高温材料。具有导热性差、膨胀系数小、耐高温、热稳定性好、且成本较低等优点。已成功应用到建材、化工、国防、科研等部门如:

连续注钢的浸入式、水口砖、长型水口:器皿玻璃熔窑成型料碗、料盆:玻璃水平钢化炉用的石英陶瓷辊。

方解石:

方解石为最重要的碳酸盐矿物,有完全的棱面体解理,玻璃光泽,透明至半透明,普通为白色或无色,含有其他颜色亦不少条痕白色,具有强烈双折射和完全解理。在建筑工业方面用来生产水泥、石灰。也用于塑料,造纸,牙膏。食品中填充添加剂。

3.1.3 实验设备

实验主要仪器设备:行星球磨机,烘干箱,窑炉等。实验所用设备见表 3-2 所示。

表 3-2 实验设备

	rabic o a Emperimentar re	
设备及仪器型号	型号与规格	产地
电子天平	V1C-212	上海天平仪器厂
变频式行星球磨机	XQM-2L	南京科析实验仪器研究所
鼓风干燥箱	101-3 型	上海上海沪南科技仪器联营
箱式电炉	RJX-8-13 型	洛阳神佳窑业有限公司

Table 3-2 Experimental facilities

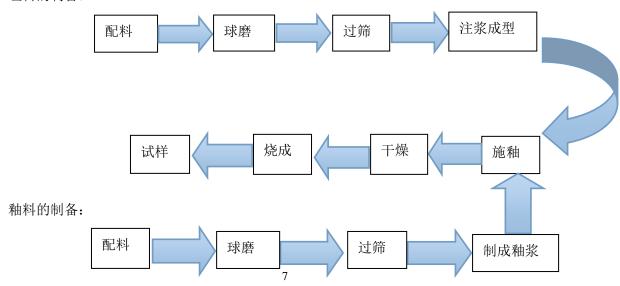
3.2 原料的处理

实验使用的原料有些已经是粉料,有些是块料,为了在最短的时间里取得最好球磨效果,得对块料进行研磨,像高岭土是块料,先在研钵中进行捣碾,到一定细度时,所得粉料才能加入釉料中球磨。

3.3 工艺流程

试样制备工艺流程见下图:

坯料的制备:



3.4 坯体及釉料的制备

3.4.1 坯体的制备

坯料的制备对于整个试验的过程及最后制备的裂纹釉的品质关系很大,因此,要谨慎选择坯料制备方案。本试验采用注浆成型。注浆坯料要求具有的浇注性能:

泥浆的粘度太大,成型时不易灌满模型的所有部位,减慢浇注速度和干燥速度,降低生产效率。泥浆的粘度太小,则由于颗粒间结合力小,坯体强度低,造成坯体开裂。

泥浆的稠化度对泥浆来说具有重大意义。因为即使泥浆的流动性和渗透性 好,而稠化度过大时,在注浆过程中易出现粘稠现象,使制品各部分厚度不一, 引起开裂和变形。

泥浆的渗透性是指泥浆中水分的过滤性能,流动性好,稠化度合适的泥浆渗透性不一定好。渗透性不好的泥浆,注浆时间长,生产效率低,坯体强度也差。渗透性太强,注浆时不易掌握,操作困难。从泥浆的渗透性可以确定浇注速度,坯体在石膏模中停留的时间及脱模坯体的含水率等。在坯料中加入粘土时,可以降低泥浆的渗透性,而加入熟料、长石、石英时,可以提高渗透性。颗粒组成,放置时间和解胶剂的种类和数量也影响泥浆渗水率。

在泥浆中加入解胶剂,能使颗粒表面带有电荷,能抵抗凝聚和沉淀。加入少量表面活性物质,可以加入物料分散性,增大悬浮体的粘性,借以阻止颗粒的下沉,从而提高泥浆稳定性。

所以应该根据原料性质确定泥浆的制备方法,选择适当的解胶剂及其加入量,以提高泥浆稳定性,制备出浇注性能好的泥浆。

3.4.2 釉料的制备

原料的选择:与坯料相比,对制釉所用原料的纯度要求更高。对石英。长石等要求严格洗选,进行净化。粘土类原料要选择优质品位的。用于生釉料的原料应不溶于水。能溶于水的原料在施釉时将随着坯体对水分的吸收而进入坯体,或随水分的蒸发而浮析表面。从而影响坯釉性质。

原料的煅烧:制釉用粘土可以采用部分煅烧过得粘土,以降低釉层收缩率而提高釉浆的流动性。为了减少成熟的釉层中产生气泡的倾向,可以将钾长石先煅烧。未经煅烧的长石中的 K_2O 与 Na_2O 有可能在球磨搅拌等水溶液被浸出来,施釉后 K_2O 、 Na_2O 在制品的角棱等局部集中,造成该局部成熟温度降低而

到规定的成熟温度时则该局部过火气泡。

配料: 釉料配方确定后配料室至关重要的,应严格控制一般干法配料更多。 要求称量设备必须要标准,特别是配方中含量较少的物料,如电解质、添加剂等 称量必须准确,必要时可用较精密的天平称量。 釉料的研磨: 釉料细磨不但影响釉浆品质,而且影响釉面品质。釉料越细则釉浆稠度越高,同时干燥收缩也越大,施釉后易出现裂纹。细磨的釉料可以使各种釉用原料均匀混合,同时颗粒度小则比表面积大,反应面扩大,容易导致熔融,降低烧成温度,提高釉面光泽度。然而,由于长时间湿式研磨,会出现某些原料中的碱性成分的浸出,导致釉浆稠度不稳定现象可以采用解胶剂,以增加釉浆的悬浮性。有奖的稠度对上釉速度和釉层厚度起着重要作用。浓度大的釉浆会使釉层加厚,而且容易出现堆釉等上釉不均匀现象。但是浓度太小的釉浆,在同一操作情况下,会使釉层过薄而在烧成时容易产生干釉现象。

3.5 施釉方法

- 一般来说,常采用的施釉方法有浸釉、荡釉、喷釉、涂刷釉等。简单介绍如下:
- 1、浸釉:浸釉法是将坯体浸入釉浆,利用坯体的吸水性或热坯对釉的粘附而使釉料黏在坯体上,所以又称蘸釉。釉层的厚度与坯体的吸水性。釉浆浓度和浸釉时间又关,采用浸釉所用的釉浆浓度比喷釉法大。
- 2、荡釉:对于空制品如壶、花瓶及罐、缸等,对其进行内部施釉,采用其他方法无法实现或比较困难,应采用荡釉法。荡釉操作是将一定浓度及一定量的釉浆注入器物内部,然后上下左右摇动,使釉浆均匀不满表面,然后将余浆倒出。荡釉法最关键的是倒余浆操作,因为如果釉浆从一边倒出,则釉层厚度不均匀,釉浆流出的一边釉层较厚,这样会引起缺陷。因此,在倒余浆时动作要快,要在摇晃均匀后迅速使制品了、口朝下,使釉浆从制品口全圆周均匀流出,釉层才均匀。
- 3、喷釉:喷釉工艺是利用压缩空气将釉浆通过喷枪或喷油机喷成雾状。使之 粘附与坯体上,坯与喷枪的距离,喷釉压力、喷釉次数及相对密度决定了釉层的 厚度。这种方法使用于大型。壁薄及形状复杂的坯体,特别是对于薄壁小件易脆 的生坯更为合适,因为这种坯体如果采用浸釉法,则可能因为坯体吸水过多而造 成软榻损坏。

喷釉的特点是釉层厚度比较均匀,易于控制,与其他施釉法相比较,容易实现机械化和自动化。

4、涂刷釉:涂刷釉是指用毛刷浸釉后在涂刷在坯体表面上。此法多用于在一 坯体上施几种不同釉料形成特厚釉层及、、以及补釉工作。采用此法上釉,釉浆 的相对密度通常很大。

在本实验中,施釉的方法具体如下:

- ①试验初期,即探索性阶段,对试片采用浸釉的方法。
- ②试验中期,所使用的坯体主要是一些小的注浆坯体,主要采用荡釉的方法。 中后期使用一些稍大的坯体,用来烧制样品,主要采用喷釉的方法。

③试验的末期,在已经烧制出稳定样品的基础上,用裂纹釉去装饰其他的釉,烧制以裂纹釉为装饰目的的样品,在涂刷裂纹釉的局部采用涂刷釉的施釉方法。

3.6 釉用原料选用原则:

- A. 基础釉各氧化物不能影响色料的发色, 要对色料发色起促进作用。
- B. 所用原料的纯度要高,杂质要少,不溶于水,同时价格应低廉,供应充足稳定。
- C. 制成釉浆悬浮性好。
- D. 釉的成熟温度要与坯体相适应,尽量使成熟温度范围宽广。熔融时粘度和表面张力要适当。

基于上述原则,拟配制裂纹釉。原料以普通陶瓷釉用原料为主,即长石、石英、高岭土等。

3.7 配方试验设计

3.7.1 正交试验设计

确定了配方(wt%): 钾长石 25, 钠长石 50, 方解石 15, 白云石 5, 粘土 5。

由此做出正交表头如下:

表 3-7 正交表头设计

Table 3-7 Orthogonal table-top

因素	A	В	С	D	
水平	钾长石	钠长石	方解石	白云石	
1	22	53	12	8	
2	25	50	15	5	
3	28	47	18	2	

——固定粘土 5%;

由正交表头得出正交表如下:

表 3-8 正交表

Table 3-8 Orthogonal table

原料	A	В	С	D	
试验号	钾长石	钠长石	方解石	自云石	总评分
Z-1	22	53	12	8	4
Z-2	22	50	15	5	7
Z-3	22	47	18	2	5

Z-4	25	53	15	2	8
Z-5	25	50	18	8	3
Z-6	25	47	12	5	10
Z-7	28	53	18	5	6
Z-8	28	50	12	2	2
Z—9	28	47	15	8	5
K1	16	18	16	12	
K2	21	12	20	23	
K3	13	20	14	15	
K	5.33	6	5.33	4	
K	7	4	6.67	7.67	
K	4.33	6.67	4.67	5	
R	2.67	2.67	2.00	3.67	

由九组正交实验结果试样照片如 3-7 所示:





Z—1 Z—2





Z—3 Z—4



Z—5



Z--6



Z-7



Z-8



Z—9

由表 3-7 可对配方进行一个优选,得出了最优配方 $A_2B_3C_2D_2$

钾长石	钠长石	方解石	白云石	粘 土
25	47	15	5	5

得样品如下图,釉面光滑亮泽,裂纹效果不算完美。



图 Z—10 最优组验证试样图

Figure Z-10 optimal group validation sample figure 表 3-8 试验结果

Table 3-8 test result

试验号		釉	面	效	果
Z—1	稀少裂纹,釉面透明,	光滑			
Z-2	较多裂纹,且裂纹粗大	不大均匀			
Z-3	少许裂纹, 且不均匀				
Z-4	裂纹较多,釉面平整,	光滑			
Z-5	裂纹较少,有好多的小	气孔			
Z6	裂纹相当多,且分布较为	匀匀,裂	纹密集、	细小	
Z7	少许裂纹,裂纹分布不力	匀匀			
Z-8	几乎没裂纹,釉面光泽原	度高			
Z—9	少许裂纹,有气孔裂纹	不均匀			
	裂纹较多,且有点粗釉	面平整、	光滑		

3.7.2 单因素实验

优选试样的裂纹只是普通的裂纹釉。为研制出冰裂纹釉。所以,在优选基础上进行单因素试验。对方解石、白云石的量进行了调整。釉配方:

由配方①烧制出的裂纹效果如下图所示:



从图中看出釉面光泽,裂纹细小均匀,有立体感,即有冰裂纹效果。 ②配方:外加 Cu0 0.8~1.0g。 由配方②烧制出的裂纹效果如下图所示:



从图中看出釉面光泽,裂纹细小均匀,冰裂纹效果好。因此又在两个坯上施釉烧制出来的效果如下图所示:





由上图可知,烧制出来的效果不是很理想,可能是与坯的性能有关。

0

4 结果分析与讨论

4.1 化学组成对裂纹釉的影响

①K₂0 与 Na₂0 对裂纹釉的影响:

 K_20 与 Na_20 主要由长石引入,它们压实成瓷主要成分,有助溶剂作用,存在于玻璃相中提高釉料的热膨胀系数,使釉料的膨胀系数大于坯的热膨胀系数,从而更利于产生裂纹。一般 K_20 与 Na_20 的总量控制在 5%以下为宜,否则会急剧地降低瓷的烧成温度与其热稳定性。

在本实验中,通过改变长石的含量来考察氧化钾与氧化钠队釉料热膨胀系数的影响。从试验可以看出:随着长石的含量由 47%增加到 64%,釉面从无裂纹变化到有裂纹,但不均匀,在变化到有均匀的、密集的、细小的裂纹出现,最后到釉面釉细小的裂纹,但是产生流釉。

产生上述情况原因是:氧化钾与氧化钠可以很大的提高釉的膨胀系数,使釉层的膨胀系数大于坯体的膨胀系数,即增大釉层和坯体之间的热膨胀系数的差值,使釉层产生张应力,当应力达到一定程度时,由于釉层承受张应力的能力远远小于承受压应力的能力,便会开裂,釉层产生的张应力越大,釉面产生的裂纹越均匀,越细小,越密集。

②Ca0 对裂纹釉的影响:

主要通过改变石灰石的含量,来考察 CaO 对釉层热膨胀系数的影响。当石灰石的含量为 30%,釉面析出细小的钙长石晶体。析晶在相当大的程度上决定于釉层的成分,碱土金属氧化物氧化钙等越多,釉层的析晶越强烈。同时,适量的石灰石在高温下,产生一定的气体。因此,裂纹釉在调制配方中,应当有适当的石灰石的含量。

③Si0₂对裂纹釉影响:

通过试验在确定其他组分含量不变的情况下,仅仅改变石英的含量,考察石英量的改变对釉的热膨胀系数影响。通过试验,我们知道,石英在釉中转便成玻璃态时具有最小的热膨胀系数,因此富含二氧化硅的釉具有相当低的热膨胀系数。因此釉的热膨胀系数随着玻璃态二氧化硅含量的增加而减小。另外,随着石英的含量增加,釉的熔融温度提高,釉面生烧。并且,随着二氧化硅含量的增加,釉的析晶倾向越明显。因为在高温下,二氧化硅和三氧化二铝反应生成莫来石晶体。

④A1₂0₃对裂纹釉的影响:

釉料中的 Al₂O₃ 主要由长石和高岭土引入,是成瓷的主要成分,一部分存在 于莫来石晶体中,另一部分溶于熔体中以玻璃存在。Al₂O₃ 可以提高瓷的化学稳 定性,提高瓷的物理性能和力学性能,提高白度。含量多会提高瓷的烧成温度, 降低釉料的热膨胀系数,提高釉层的弹性,不利于产生裂纹。

4.2 釉料的细度对裂纹釉的影响

釉料的细度适宜时,各组分易溶解在釉中进而均匀地分布在釉浆中,有利于产生理想的裂纹效果。在本实验中,将釉料分别球磨不同时间,来考虑细度对釉面质量及裂纹性质的影响,如下表:

釉料颗粒度的影响

Table 4-1 The effect of degree of fineness

球磨时间	
- 外居时间	一
10min	施釉过程中,釉浆较易沉淀,不停搅拌
20min	施釉时,釉浆悬浮性较好,釉料中各个组分分布均匀
30min	釉料过细,釉浆呈悬浮状态,施釉后,在干燥过程中釉面开裂

由上表得知:当釉料过细,在施釉的时候,釉浆呈悬浮态,但施釉后,在干燥过程中釉面容易开裂;釉中各种不同硬度的原料颗粒度差距较大,特别是石英颗粒,因其硬度较其他原料大的多,不易粉碎,颗粒度相对较大,大的颗粒迅速沉淀,从而造成釉料成分不均匀;釉料的颗粒度适宜时,施釉时釉浆的悬浮性较好,各组分易溶解在釉中,进而均匀地分布在釉浆中,进而均匀地分布在釉浆中,有利于裂纹的产生。

4.3 中间层对裂纹釉的影响

在高火保温阶段,釉中各个组分相互反应,釉中的一些组分迁移到坯体的表层而坯体中有些也扩散到釉中,在釉中溶解,通过这种相互的扩散、溶解和渗透,坯釉的结合部位的化学组分及物理性质介于坯与釉之间,称为中间。中间层对裂纹釉的影响也不小,本实验通过高火保温时间的控制来考察中间层对裂纹釉的影响。

由结果可知:中间层降低了釉的膨胀系数,消除釉裂。釉烧过程中,由于釉中的 K_2O 与 Na_2O 等向坯体扩散而含量减少,但坯体中的 SiO_2 和 AI_2O_3 则相应向釉中扩散,这一扩散结果,使釉的膨胀系数降低,从而不利于产生裂纹。适当地增加保温时间,有利于中间层发育完全,从而形成层次感较好的釉面效果。

4.4 釉层厚度对裂纹釉的影响

釉层厚度也是制得裂纹釉的重要工艺条件, 釉层厚度也是影响釉面龟裂的重要因素。为了探索釉层厚度对裂纹釉的影响,采用浸釉法施釉,通过浸釉次数不同分别控制釉层厚度,试验结果如下:

表 4-2 釉层厚度影响

Table 4-2	The	effect	of	the	glaze	thickness
14010 12	1110	CIICCC	OI	CIIC	SIGIO	CITTOTITODD

浸釉次数	釉 面 状 况
1-2	部分区域有干釉现象
3-4	裂纹均匀、釉面平整
4-5	粗大、直贯制品的裂纹

根据试验可知: 釉层过薄容易被坯体吸收,试釉面干枯而无光,也就得不到裂纹釉; 釉层适当厚一些,会使釉层内产生微弱应力,减弱釉的弹性易使釉层开裂; 但若是釉层过厚了,降低了釉的弹性,坯釉之间的应力过大,容易形成粗大、直贯的纹路,如坯体强度不够大,也可能造成坯裂,成为废品。

4.5 烧成制度对裂纹釉的影响

(1) 烧成温度对裂纹釉的影响

裂纹釉的烧成是一个复杂的过程,也是裂纹产生的一个影响因素。在烧成阶段。从高温到低温主要的反应有碳酸盐的分解、有机物的挥发、碱金属离子与SiO₂形成硅酸盐,高温下低粘度的熔体与残留混合物颗粒不断作用,石英,长石不断向熔体溶解融化,同时釉层不断玻化。在烧成过程中,如果烧成温度略高于釉的成熟温度时,釉中各个组分充分反应、溶解、玻化程度较高,有利于中间层的较好发育,形成层次感比较好的釉面效果。当温度低于釉的成熟温度时,釉中各个组分来不及充分反应、釉层还没有完全玻化、釉面失透、粗糙不平、裂纹较少而且不明显;当温度过高时,釉层粘度小、容易产生气泡、裂纹的层次感也不好。

在本次考察烧成温度影响时分别取烧成温度为 1280、1300、1330℃3 个温度 点进行试验,具体结果见下表:

4.3 烧成温度的影响

Table 4-3 The effect of the firing temperature

烧成温度(℃)	釉 面 状 况
1260-1280	釉面无光,粗糙不平,裂纹少且纹理不清晰
1280-1300	釉面光泽晶莹,釉面裂纹效果比较好,大小均匀,纹理清晰
1330 以上	流釉现象严重,有裂纹

从上表可知:烧成温度为 1280℃时,低于釉的成熟温度,釉中各个组分还没来得及充分反应,釉层还没有完全玻化,因此釉面无光,粗糙不平,裂纹较少而且纹路不清晰;烧成温度为 1300℃时,烧成温度略高于釉的成熟温度,釉中各个组分充分反应、溶解、玻化程度较高,因此釉面光泽晶莹,层次感较好;烧成温度为 1330℃以上时,温度高于釉的成熟温度,釉面易产生气泡,坯体和釉层过分反应,釉中石英颗粒融得较为彻底,使釉中网络形成体增多,结构紧密因而膨胀系数下降,使得釉面不易产生裂纹。

(2) 高火保温时间对裂纹釉的影响

根据试验中保温时间对裂纹影响的结果,可以说高火保温时间的影响也不小。试验中,当温度升到最高温度,保温 5 分钟切断电源,闭炉门任其自然冷却,结果釉面裂纹稀少、粗大;保温一个小时,裂纹同样稀少、粗大。保温二十分钟左右,釉面有均匀的理想裂纹产生。

由试验可知:保温时间不足,釉中溶解的石英少,析出的方石英的量少,釉层的热膨胀系数减小,坯釉之间的热应力相对较小,釉裂倾向减小。

高火保温时间过长,釉中的方石英量增加,但同时由于坯釉过分反应,降低 了釉层的膨胀系数,缓和了坯釉之间热应力作用,从而不易产生裂纹;保温时间 合适时,坯釉之间的热应力可以使得釉面开裂,从而产生均匀有序的裂纹。

综合上述,本实验选择高火保温时间为二十分钟,可以获得均匀细小的裂纹。

4.6 釉面缺陷分析

(1)针孔

结合试验结果,在烧成过程中,烧成时氧化不足,坯、釉料中的碳酸盐分解放出的 CO₂气体在釉熔融之前未能充分排出,气孔封闭在釉内,逸出时冲破已玻化的釉面易形成针孔。

(2) 析晶

结合试验结果进行分析,纯的石英玻璃在 1200℃左右下,会导致反玻璃化,从而转变成 α -方石英。另外,在高温下,Si0₂和 Al₂0₃会生成莫来石晶体。

析晶在相当大的程度上决定于釉层的成分,碱土金属氧化物氧化钙等越多,釉层析出钙长石晶体的倾向越强烈。因此裂纹釉在调制配方的过程中,应当适当地减少石灰石的含量。

4.7 坯釉热膨胀系数对裂纹釉的影响

结合试验结果分析,随着长石含量的增加,引入的 K_2O 与 Na_2O 的量也不断增加。此时,釉面的变化依次为:没有裂纹、裂纹稀少、稀少粗大的裂纹、均匀的裂纹。

氧化钾与氧化钠存在于玻璃相中提高釉裂的热膨胀系数,使得釉料的热膨胀系数增加,釉料与坯的热膨胀系数的差值越来越大。当 $\alpha_{\text{MH}} = \alpha_{\text{ME}}$ 时,坯釉结合性良好,釉面不容易产生龟裂;当 $\alpha_{\text{MH}} > \alpha_{\text{ME}}$ 时,在坯釉冷却过程中,釉层的收缩大于坯体的收缩,坯体受到了釉层的压缩,收到压应力;而釉受到了坯体的拉伸受到了张应力,当张应力超过了釉层的抗张强度时,就出现釉层断裂的网状裂纹。 \triangle 和差不大时,坯釉之间的热应力较小,产生较为粗大的网状裂纹。 \triangle 和差越大,坯釉之间的热应力就越大,釉面裂纹就越密集。

4.8 低温、高温下烧制裂纹釉的分析讨论

通过单因素试验知道,增加石英、高岭土的含量,可以提高釉裂的烧成温度。但是,石英和高岭土引入了 SiO₂和 Al₂O₃,它们具有非常低的热膨胀系数,使得整个釉料的热膨胀系数大大降低。坯体和釉层的热膨胀系数之差变小,导致坯釉之间的热应力减小,不足以产生裂纹。即随着 SiO₂和 Al₂O₃的含量的增加,釉的烧成温度越来越高,热膨胀系数越来越低,釉面越来越不容易产生裂纹。因此,在高温下烧制裂纹釉比在低温下烧制裂纹釉难。

从微观结构出发,釉料的烧成温度和釉料的粘度有关。粘度越小,釉料的成熟温度就越低。在硅酸盐熔体中,粘度随碱性氧化物含量增加而剧烈降低。引起这种变化的原因是粘度的大小是由硅氧四面体网络连接程度决定的,即粘度随0/Si 比值的上升而下降。助溶剂的含量越多,非桥氧离子增加,分化作用越大,低聚物不断产生,网络断裂程度增加,结构变的疏松。随着助融物质 K₂O 与 Na₂O 等含量的增加,网络的断裂程度越明显,整个釉融体的结构将会按照下面的顺序依次变化:架状结构、层状结构、组群状结构、岛状结构。同时釉融体的粘度下降,釉的成熟温度变降低。相反,在釉裂中加入网络形成离子 SiO₂和 Al₂O₃。硅氧四面体网络结构加强,结构变的紧密,整个釉融体的结构将会按照下面顺序依次变化:架状结构、层状结构、组群状结构、岛状结构。伴随着釉融体的结构越来越紧密,釉的烧成温度越来越高。

从低温裂纹釉到高温裂纹釉的调制过程中,网络形成离子 Si0₂和 A1₂0₃的含量不断增加,硅氧四面体的网络结构加强,结构变的越来越紧密,釉层的热膨胀系数越来越小,釉层和坯体之间的热膨胀系数差值越来越小,坯釉之间的机械应力也越来越小,使得釉面不易产生裂纹。

5 结 论

通过试制试验,得到如下结论:

- (2) 控制烧成温度和保温时间对形成裂纹釉有重要的影响。该配方相适应成的烧温度为1300,保温时间为20~30分钟。
- (3)根据试验知道: 釉层过薄容易被坯体吸收,试釉面干枯而无光,也就得不到裂纹釉; 釉层适当厚一些,会使釉层内产生微弱应力,减弱釉的弹性易使釉层开裂; 厚度控制在 1.5~1.8mm 为宜。

6 经济分析

6 单位样品的原料成本核算

根据市场价格的了解,对试验优选出的较好的裂纹釉配方中各原料的成本价格、销售价格及其利润率作一个大概的估算。

表 6-1 原料价格表 Table6-1 The price of raw materials

原 料	单价 (元/吨)
钾长石	750
钠长石	800
方解石	400
白云石	400
粘土	560

说明: 本表以1吨用量为基础计算。

裂纹釉配方如下:

钾长石: 25 钠长石: 47 , 方解石: 25 , 粘土 5 , 白云石 10 一吨釉料的成本为: 0.25×750+0.50×340+0.15×220+0.05×380+0.05×560=437.5 元

5.2 能耗、水电设备折旧

成本核算中以一吨产品生产成品为单位,水电费、人工费、折旧费等共占费用的 20%,估算出生产每吨裂纹釉的价格(包括能耗、水电设备折旧)为:

437.5/(1-20%) = 546.875 $\overline{\pi}$

5.3 税收与利润

成本核算中以一吨产品的生产成本为单位,税收占总费用的30%,估算出生产每吨裂纹釉的价格(包括能耗、水电设备折旧、税收等)为:

546.875/(1-30%)=781.25 元

在目前市场上,性能较好的裂纹釉的价格为 1.5 元/千克。计算所得的利润为: (1.5—0.78125) /0.78125=92%

由于此裂纹釉的生产成本低,利润大,并且具有广阔的市场前景,因而具有一定的市场竞争力。

7 致 谢

本课题是在于长凤老师的悉心指导和亲切关怀下完成的。她严谨的治学态度,精益求精的工作作风,深深地感染和鼓励着我,不仅帮助我较好的完成了课题,而且完善了我对釉料各种性能的初步了解,为今后的工作学习打下了基础。在实验的过程中,很好的培养了自己的动手能力,把自己所学的有限知识与实验紧密的结合起来。虽然,实验不是很顺利,但最终我还是完成了课题。在此,我向付出辛勤劳动的指导老师表示衷心地感谢。

8 参考文献

- [1]陶勇霞.建陶制品裂纹釉的研制.佛山陶瓷. 2004 年 05 期
- [2]姚明清.裂纹釉的实试.陶瓷.1988年3月
- [3]张玉南.陶瓷艺术釉工艺学.江西省景德镇陶瓷学院
- [4]李家驹.廖松兰.马铁成等.陶瓷工艺学.中国轻工业出版社. 2003 年 7 月
- [5]黄家玮.徐建华.张留生.氧化焰烧制纹片釉的研制.江苏陶瓷. 1987 年 2 月
- [6]董伟霞.包启福.陈聪.低成本无光高白裂纹釉研制. 江苏陶瓷,2008年.12月
- [7]李家科.刘欣.裂纹釉研制及残余应力有限元素分析. 陶瓷学报.2011年3月
- [8]Linda Froberg, Thomas Kronberg, Leena Hupa, Mikko Hupa. Effect of soaking time on phase composition and topography and surface microstructure in vitrocrystalline whiteware glazes. Journal of the European Ceramic Society 29(2009)2153-2161
- [9]蒋海诚.刘建良.岳友初.氧化焰低温一次烧成裂纹釉的技术探讨.江苏陶瓷.1991 年第一期
- [10]周健儿.梁铎.吴隽等."冰裂纹"青瓷的研制及形成机理研究.人工晶体学报.2011年8月
- [11](美)伊曼纽尔.库.陶瓷釉配方.中国建筑工业出版社.1989年9月
- [12]洪兆凯.中温裂纹釉的研制.佛山陶瓷.2004年6月
- [13]祝桂洪.周健儿.曹春娥等.陶瓷釉配制基础.北京中国轻工业出版社.1989年
- [14]廖珺琪.新型裂纹釉的试制生产.佛山陶瓷.2001年 第一期
- [15]陆佩文.无机材料科学基础.武汉理工大学出版社.2003年6月