



# คู่มือปฏิบัติการวัตถุดิบเซรามิก

เอกสารประกอบการเรียนการสอนวิชา  
506203 ปฏิบัติการวัตถุดิบเซรามิก  
CERAMIC RAW MATERIALS LABORATORY  
1(0-3-0)



สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

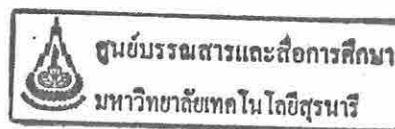
## คำนำ

คณาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ได้จัดทำคู่มือปฏิบัติการฉบับนี้ขึ้นมาเพื่อรวบรวมข้อมูลและใช้ประกอบการเรียนการสอนในรายวิชา Ceramic Raw Materials Laboratory เพื่อให้นักศึกษาได้ทำความเข้าใจวิธีการทดลองก่อนเข้าทำปฏิบัติการ และใช้ประกอบการเขียนรายงาน

คู่มือฉบับนี้ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 เป็นการทดลอง 8 การทดลอง สำหรับเตรียมวัตถุดิบ การตรวจสอบสมบัติทางฟิสิกส์และเคมี การทดสอบความแข็งแรงเพื่อให้นักศึกษารู้จักและคุ้นเคยกับวัตถุดิบที่เป็นดิน หินจากธรรมชาติ และวัสดุสังเคราะห์ ส่วนที่ 2 เป็นการแนะนำวิธีการเขียนรายงานการทดลองในห้องปฏิบัติการ

หนังสือเล่มนี้ยังไม่สมบูรณ์และยังมิได้จัดทำเพื่อจำหน่ายแก่บุคคลภายนอก จึงขอสงวนลิขสิทธิ์ทุกประการ

อาจารย์ ดร.วีระยุทธ ลอประยูร  
รศ.ดร.จรัสศรี ลอประยูร  
อาจารย์สุธรรม ศรีหล่มสัก  
อ.สุขเกษม กังวานตระกูล  
อ.ศิริรัตน์ รัตนจันทร์



TP

822

ก74

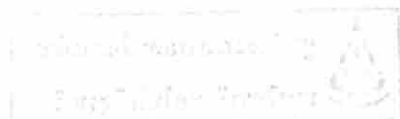
Call No. . . . . .

Bib No. H103144 I148149

ราคา . . . . .

วัน เดือน ปี 12 ต.ค. 2549

เลขทะเบียน B097799



## สารบัญ

	หน้า
ตอนที่ 1 การทดลอง	
1. การทดลองที่ 1 Crushing, Grinding & Dry Sieve Analysis	1
2. การทดลองที่ 2 Clay Preparation & Wet Sieve analysis	12
3. การทดลองที่ 3 Green Strength Test	16
4. การทดลองที่ 4 Physical Properties of Fire Clay Products	22
5. การทดลองที่ 5 Feldspar Test	30
6. การทดลองที่ 6 Density Measurement	35
7. การทดลองที่ 7 Methylene Blue and Hydrometer	38
8. การทดลองที่ 8 Refractory Raw Materials	43
ตอนที่ 2 การเขียนรายงานการทดลอง (Lab Report Writing)	47
ภาคผนวก	
เครื่องวัด Bending Strength	60
วิธีคำนวณความเข้มข้นของสารละลายกรดและสารละลาย Methylene blue เข้มข้น 0.01 Normal	71
Specific surface area ที่หาโดย Methylene blue index	72
Annual Ceramic Mineral Resources Review	73
มาตรฐานการทดสอบ ASTM	
A. C 775-79 (1997) Particle size analysis of Whiteware Clays.	94
B. C 325-81 (1997) Sieve Analysis of Ceramic Whiteware Clays, Wet.	101
C. C 326-82 (1997) Shrinkages of Ceramic Whiteware Clays, Drying and Firing.	103
D. C 689-93 (1997) Modulus of Rupture of Unfired Clays.	105
E. C 373-88 (1994) Porosity, Apparent Water Absorption, Bulk Density and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products.	107
F. C 329-88 (1994) Specific Gravity of Fired Ceramic Whiteware Materials.	109
G. C 773-88 (1994) Strength, Compressive (Cushing) of fired Whiteware Materials.	111
H. C 837-81 (1992) Methylene Blue Index of Clays.	114



506 302 ปฏิบัติการวัสดุดิบเซรามิก  
Ceramic Raw Materials Laboratory 1(0-3-0)

วิชาบังคับก่อนหรือเรียนร่วม : 506 202 วัสดุดิบเซรามิก

เนื้อหา : วิเคราะห์และทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุดิบชนิดต่าง ๆ

จุดประสงค์ : เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจกระบวนการเตรียมวัสดุดิบเซรามิก สามารถตรวจวิเคราะห์ทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมี และรายงานการทดลองอย่างเป็นระเบียบ

การทดลองเกี่ยวกับวัสดุดิบเซรามิก :

หัวข้อการปฏิบัติการ

การทดลองที่	ชื่อปฏิบัติการ	อาจารย์	จำนวนสัปดาห์
1	Crushing, Grinding & Dry Sieve Analysis	อ.สุขเกษม	1
2	Clay Preparation & Wet Sieve Analysis	รศ.ดร. จรัสศรี	1
3	Green Strength Test	อ.ศิริรัตน์	2
4	Physical Properties of Fire Clay Products	อ.สุธรรม	2
5	Feldspar Test	อ.ศิริรัตน์ และ รศ. ดร. จรัสศรี	1
6	Density Measurement	อ.สุขเกษม	1
7	Methylene Blue and Hydrometer	อ.สุธรรม	1
8	Refractory Raw Materials	ดร. วีระยุทธ	1

506 302 ปฏิบัติการวัสดุเซรามิก  
Ceramic Raw Materials Laboratory 1(0-3-0)

วิชาบังคับก่อนหรือเรียนร่วม : 506 202 วัสดุเซรามิก

เนื้อหา : วิเคราะห์และทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุชนิดต่าง ๆ

จุดประสงค์ : เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจกระบวนการเตรียมวัสดุเซรามิก สามารถตรวจวิเคราะห์ทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมี และรายงานการทดลองอย่างเป็นระเบียบ

การทดลองเกี่ยวกับวัสดุเซรามิก :

หัวข้อการปฏิบัติการ

การทดลองที่	ชื่อปฏิบัติการ	อาจารย์	จำนวนสัปดาห์
1	Crushing, Grinding & Dry Sieve Analysis	อ.สุขเกษม	1
2	Clay Preparation & Wet Sieve Analysis	รศ.ดร. จรัสศรี	1
3	Green Strength Test	อ.ศิริรัตน์	2
4	Physical Properties of Fire Clay Products	อ.สุธรรม	2
5	Feldspar Test	อ.ศิริรัตน์ และ รศ. ดร. จรัสศรี	1
6	Density Measurement	อ.สุขเกษม	1
7	Methylene Blue and Hydrometer	อ.สุธรรม	1
8	Refractory Raw Materials	ดร. วีระยุทธ์	1

1.2/ Gyrotory crusher บดโดยอาศัยแรงเหวี่ยง eccentric rotation motion  
ตั้งรูปที่ 2 2/Secondary Crusher ใช้บดอนุภาคที่มีขนาด 2-3 นิ้วให้เหลือ 0.1 นิ้ว

AUTOMATIC DISTRIBUTOR

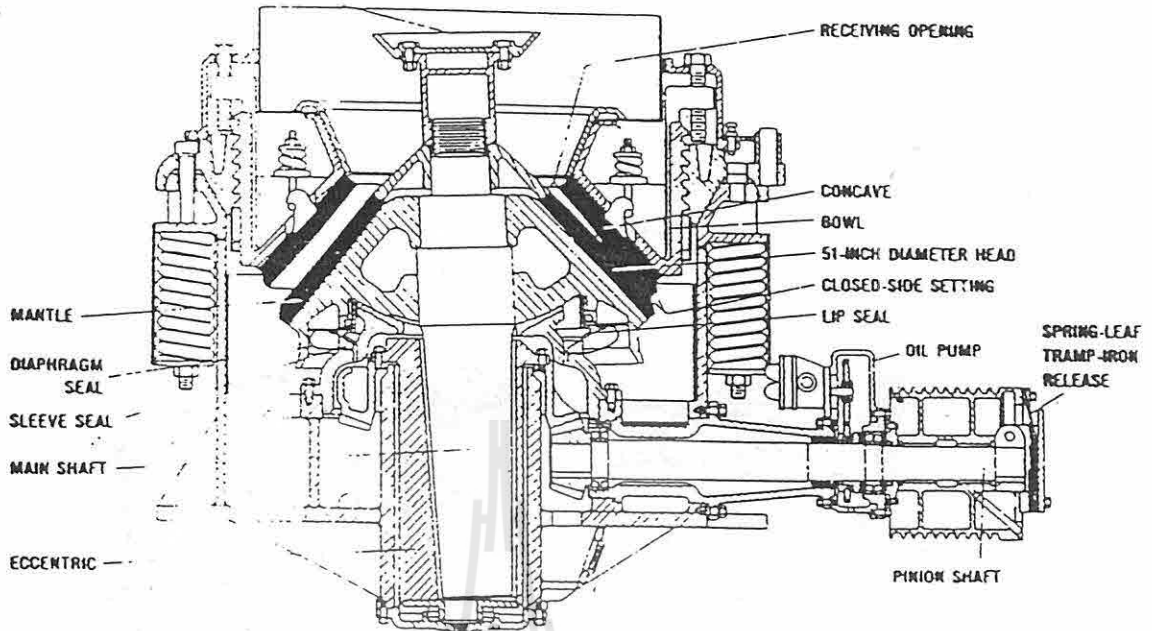


Figure 2 The gyrotory crusher is similar in principle to a jaw crusher, but a stationary inverted bowl and eccentrically gyrating, inner cone are used to apply the "chewing" pressure to the rock (courtesy Pennsylvania Crusher Corp.)

Secondary crusher สำหรับดินได้แก่ dry-pan crusher ตั้งรูปที่ 3 บดโดยอาศัยการหมุนของ มุเลย์(muller) กัดที่บน rotation pan ส่วน secondary crusher สำหรับวัตถุบดที่แข็งได้แก่ hammer mill และ impact mill

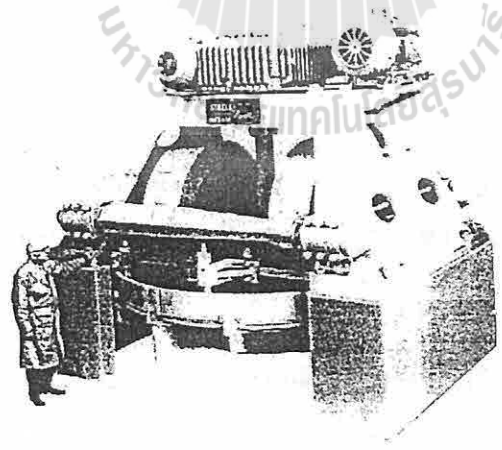
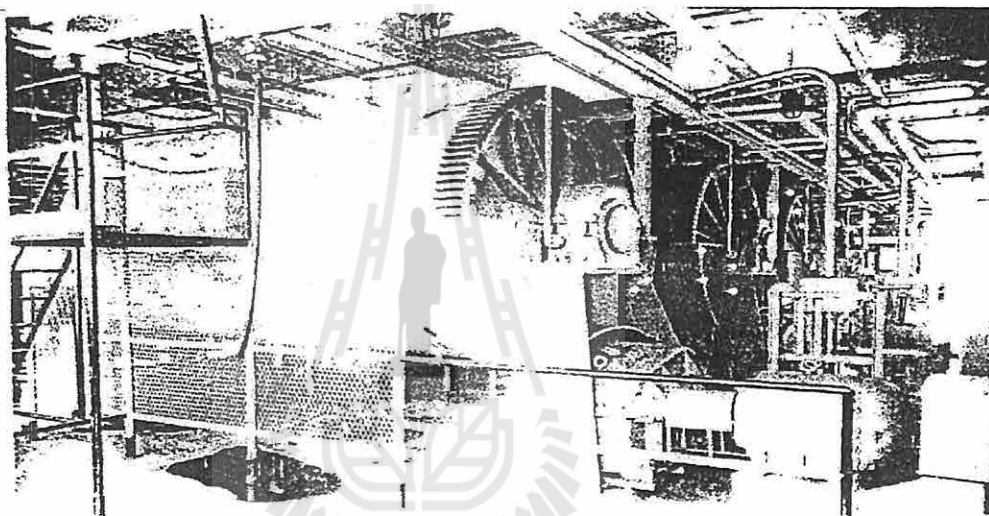


Figure 3

3.4. A dry-pan crusher showing the heavy mullers and plows (courtesy J.C. Steele & Sons, Inc.).

3/Grinder ได้แก่เครื่องบดที่ใช้ในการบดอนุภาคเล็กประมาณ 0.1 นิ้วให้มีขนาดละเอียดที่เหมาะสมในการใช้ในส่วนต่างๆ ของผลิตภัณฑ์ มักใช้ในส่วนการเตรียมวัตถุดิบของโรงงานอุตสาหกรรม เช่นใช้ในการบดผสมน้ำดินสำหรับทำ slip casting หรือ spray dryer ตัวอย่างเครื่องบดชนิดนี้ที่ใช้กันมากคือ tumbling mill มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอกวงตัวแนวนอนภายในบรรจุลูกบดซึ่งทำจาก heavy steel หรือ dense ceramic ทำหน้าที่เป็น grinding media เมื่อ tumbling mill หมุน ลูกบดจะทำหน้าที่บดอนุภาคให้ละเอียดยิ่งขึ้น

Tumbling mill แบ่งออกเป็น 2 ชนิดตาม รูปทรงของลูกบดที่ใช้ ถ้าลูกบดที่ใช้มีลักษณะทรงกลมเรียก tumbling mill นั้นว่า Ball mill ถ้าลูกบดมีรูปทรงเป็นทรงกระบอกเรียกว่า Rod mill รูปที่ 4 แสดง tumbling mill ขนาดใหญ่ที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม



3.6. Several large ball mills used for the preparation of materials for production of spark plug  
 (Source: *Modern Ceramic Engineering*, 2nd Edition, ASM International, 1997)

Figure 4

#### SIEVE METHOD

ขนาดของอนุภาคของวัตถุดิบเซรามิกมีส่วนสำคัญในการควบคุมคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่สำเร็จรูปที่อยู่ในระหว่างการผลิต (green body) และคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ผลิตสำเร็จรูปแล้ว ดังนั้นการควบคุมขนาดของอนุภาคของวัตถุดิบจึงเท่ากับการควบคุมการผลิตให้เป็นไปโดยสะดวกมีการเสียหายระหว่างการผลิตน้อย

#### การควบคุมขนาดอนุภาคเริ่มต้นจากการรู้จักการวัดขนาดของอนุภาค

ตารางที่ I แสดงวิธีการวัดขนาดอนุภาคซึ่งจะใช้ได้เหมาะสมกับอนุภาคที่มีขนาดต่างๆ กันโดยคร่าวๆ แล้วการวัดขนาดของอนุภาควัตถุดิบเซรามิกอาจจะทำได้ 5 วิธีคือ

Temple C. Patton

Table I

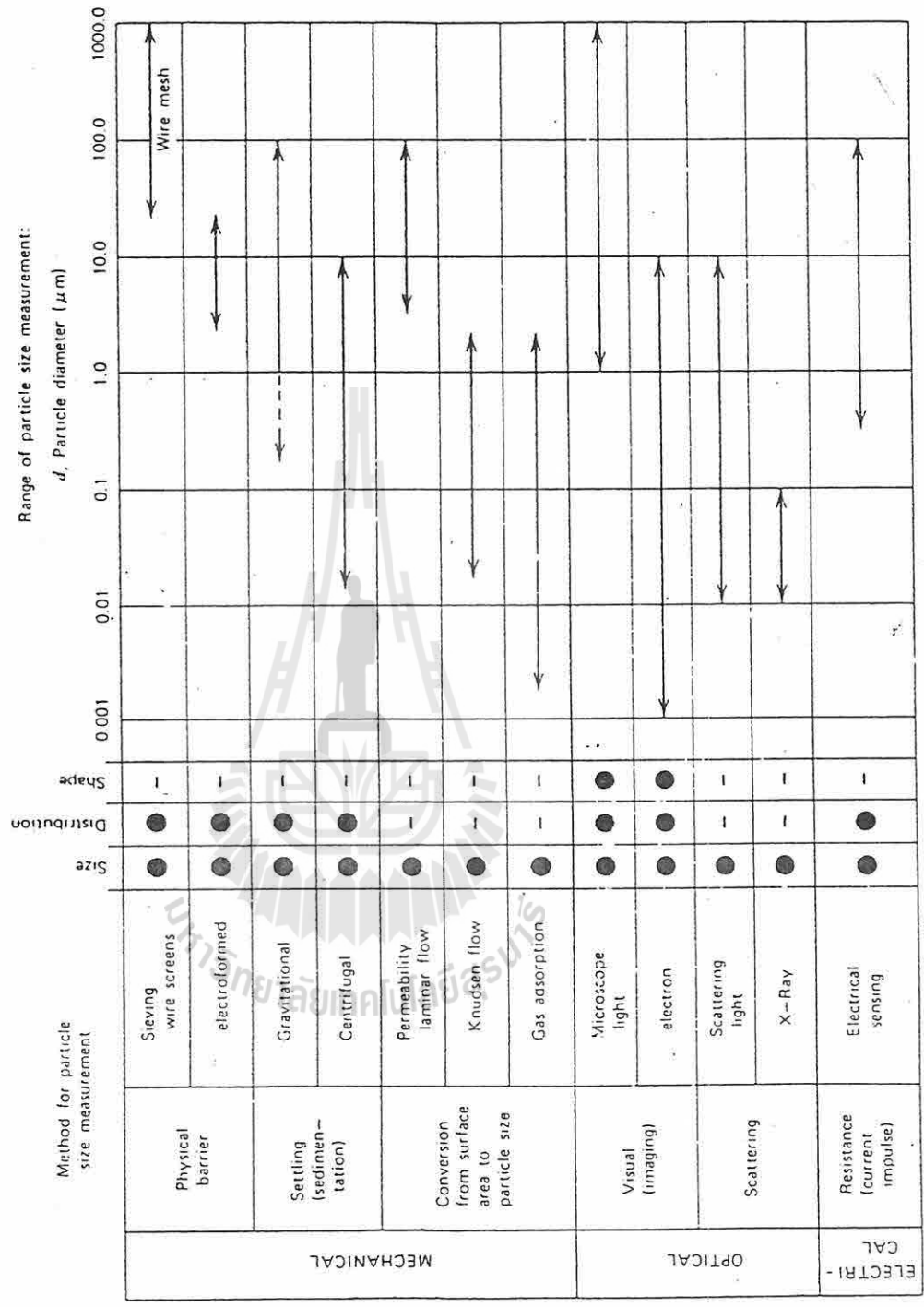


Fig. 1. Graph showing range of particle size measurement and general applicability for various common methods of particle size measurement.

### 1/ใช้เครื่องมือทันสมัย เช่น Light scattering method

วิธีนี้จะใช้แสง laser ยิงเข้าไปนับจำนวนอนุภาค สามารถใช้ได้กับอนุภาคที่มีขนาด 2000 - 0.1 ไมครอน เป็นวิธีที่สะดวกทำได้รวดเร็ว ค่าที่ได้จะบอกเป็นจำนวนอนุภาคที่มีขนาดต่าง ๆ (number base) ไม่สามารถบอกเป็นสัดส่วนน้ำหนัก (weight base) ได้

### 2/ใช้กล้องจุลทรรศน์ (Microscopic method)

ใช้วัดอนุภาคที่มี particle ขนาด 100-1 ไมครอน ความสามารถในการวัดขึ้นกับกำลังขยายและชนิดของกล้อง

### 3/ใช้การวัดพื้นที่ผิว (Specific surface area method)

ใช้วัดขนาดที่มีอนุภาคที่มีขนาดเล็กมาก ๆ คืออยู่ในช่วง colloid size ซึ่งอยู่ระหว่าง 0.2-0.001 ไมครอน ตัวอย่างเช่นวิธี Methylene blue adsorption method ซึ่งเราอาจจะได้ทดลองกัน ค่าที่วัดได้จะเป็น specific surface area ของอนุภาคไม่ใช่ขนาดของอนุภาค

### 4/ใช้การตกตะกอน (Sedimental or Hydrometer method)

ใช้กันมากทางธรณีวิทยาใช้วัดขนาดอนุภาคที่มีขนาด 100-0.2 ไมครอน ซึ่งเป็นขนาดที่ sieve method วัดไม่ได้ วิธีนี้อาศัยการตกตะกอนของดิน เครื่องมือที่สำคัญในการวัดคือ hydrometer บางครั้งจึงเรียกรวมการวัดอนุภาควิธีนี้ว่า hydrometer method

### 5/ใช้ตะแกรงร่อน (Sieve method)

เป็นวิธีวัดที่สะดวกลงทุนไม่มากจึงใช้กันมาก เหมาะสำหรับวัดขนาดอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 75 ไมครอนขึ้นไป

- วิธี sieve method แบ่งออกเป็น 2 แบบคือ

5.1/ร่อนแห้ง(dry sieve) เหมาะสำหรับอนุภาคที่มีเม็ดใหญ่สะอาด มีเม็ดละเอียดปนอยู่น้อย เป็นพวก non-plastic raw material เช่น หินพื้นผิวดิน, ทราย

5.2/ร่อนเปียก(wet sieve) เหมาะสำหรับอนุภาคที่มีขนาดเล็กมาก ส่วนใหญ่เป็น plastic raw material เช่น ดินขาว, ดินเหนียว

เครื่องมือที่สำคัญในวิธี Sieve method คือ ตะแกรง(Screen)

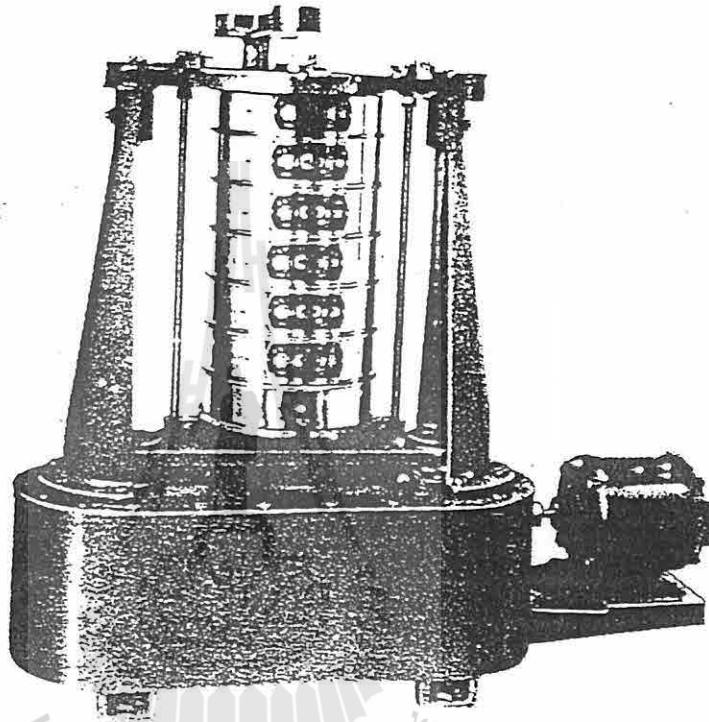
#### ตะแกรง (SCREEN)

ขนาดของตะแกรงนิยมบอกด้วย mesh number ซึ่งเป็นจำนวนช่องเปิดในระยะ 1 นิ้วของตะแกรง ดังนั้นตะแกรงที่มีความถี่มากค่า mesh number จะสูง ตารางที่ II แสดงค่าขนาดช่องเปิดของตะแกรงที่มี mesh number ต่าง ๆ

Table II

ขนาด หรือเบอร์	ขนาดช่องลอด ( มม หรือไมครอน )	ขนาด หรือเบอร์	ขนาดช่องลอด ( มม หรือไมครอน )
(4")	100.0 มม		
(3")	75.0	(3")	75.0 มม
(2½")	63.0	(2½")	63.0
(2")	50.0	(2")	50.0
(1¾")	45.0		
(1½")	37.5	(1½")	37.5
(1¼")	31.5		
(1")	25.0		28.0
			20.0
(¾")	19.0		
(⅝")	16.0		14.0
(½")	12.5		10.0
(⅓")	9.5		
(⅜")	8.0		
(⅙")	6.3		6.3
(¼")			5.0
เบอร์ 4	4.75		
5	4.00		
เบอร์ 6	3.35	เบอร์ 5	3.353
7	2.80	เบอร์ 6	2.912
8	2.36	7	2.411
10	2.00	8	2.057
12	1.70	10	1.676
14	1.40	12	1.405
16	1.18	14	1.204
18	1.00	16	1.003
20	850 ไมครอน	18	853 ไมครอน
25	710	22	699
30	600	25	599
35	500	30	500
40	425	36	422
45	355	44	353
50	300	52	295
60	250	60	251
70	212	72	211
80	180	85	178
100	150	100	152
120	125	120	124
140	106	150	104
170	90	170	89
200	75	200	76
230	63	240	66
270	53	300	53
325	45		
400	38		

ถ้าอนุภาคที่สามารถผ่านตะแกรง เบอร์ 8 ได้เรียกอนุภาคนั้นว่า - 8 mesh หรือ minus 8 mesh หรือ through 8 mesh หรือ 8 mesh ถ้าอนุภาคผ่านตะแกรงเบอร์ 8 ได้ แต่ไม่สามารถผ่านตะแกรงเบอร์ 10 เราเรียกว่า -8+10 mesh หรือ through 8 on 10 mesh หรือ 8/10 mesh ตะแกรงจะสามารถวัดขนาดอนุภาคที่ละเอียดสุด 38 ไมครอน ปัญหาของการทดสอบแบบตะแกรงคือ ถ้าใช้ตัวอย่างปริมาณมากเกินไป หรือ ตัวอย่างไม่แห้งดีพอ ตัวอย่างอาจจะอุดตันตะแกรงได้ ดังนั้นเครื่องร่อนตะแกรงที่ดี ๆ จึงมักมี mechanical shaking (ดังรูปที่ 5) เครื่องบางเครื่องอาจจะมี high frequency air หรือ suction ช่วยทำให้อนุภาคร่อนผ่านตะแกรงได้สะดวกยิ่งขึ้น



รูปที่ 5 Ro-tap testing sieve shaker (courtesy W.S.Tyler)

ถ้าอนุภาคที่วัดขนาดมีลักษณะเป็นรูปทรงรียาวอาจจะทำให้การทดสอบวิธีนี้มีข้อผิดพลาดได้มากกว่าการที่อนุภาคมีรูปร่างกลม

กราฟรายงานผลการวัดขนาดอนุภาคด้วยตะแกรงนิยมทำ 2 แบบ คือ

1/แสดง mass หรือ number fraction/size

2/แสดง cumulative mass หรือ number % / size

กราฟ mass หรือ number fraction/size เป็นการแสดงน้ำหนักหรือจำนวน อนุภาคที่มีขนาดใดขนาดหนึ่งต่อขนาดนั้น ดังตัวอย่างรูปที่ 6



## จุดประสงค์

เพื่อให้นักศึกษาเรียนรู้วิธีการและสามารถแปรสภาพวัตถุดิบเซรามิกที่เป็นก้อนใหญ่ให้มีขนาดเล็ก โดยใช้เครื่องบดย่อยชนิดต่าง ๆ ตรวจขนาดและการกระจายของวัตถุดิบที่บดได้โดยใช้วิธีร่อนด้วยตะแกรงขนาดรูเปิดตามกำหนดและเปรียบเทียบขนาดที่ได้จากการบดแต่ละเครื่อง

## อุปกรณ์ในการทดลอง

1/ กล้องแบ่งตัวอย่างดิน	1 กล้อง
2/ ถาดใส่ตัวอย่าง	1 ถาด
3/ ตะแกรงร่อนตามเบอร์ที่อาจารย์ผู้สอนกำหนดให้สำหรับแต่ละกลุ่ม	
4/ แปรงลวดสำหรับทำสะอาดตะแกรงหยาบ	1 อัน
5/ แปรงขนอ่อนสำหรับทำสะอาดตะแกรงละเอียด	1 อัน
6/ ภาชนะตักดิน	1 อัน
7/ เตาอบแห้งตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 100°C	2 เตา
8/ เครื่องชั่งละเอียดความผิดพลาดไม่เกิน 0.05 g	2 เครื่อง
9/ ฝอยยางสำหรับเคาะตะแกรงร่อนดิน	1 อัน
10/ ผ้าเช็ดมือ	1 ผืน
11/ แผ่นพลาสติกและสีก๊อตเทปติด	

## วิธีทดลอง

กรณี nonplastic raw material

1. ให้นำวัตถุดิบตามตารางที่แนบ sample ละ 500 g. ด้วยเครื่องบดในห้องทดลอง
2. อบ sample ที่บดแล้ว 100 °C 15 นาที
3. ชั่งน้ำหนัก sample ที่บดแล้ว
4. ทำความสะอาดตะแกรง (ตะแกรงหยาบใช้แปรงลวด ตะแกรงละเอียดใช้แปรงขน)
5. ร่อน sample จาก 1.3 ตามเบอร์ตะแกรงที่อาจารย์กำหนดให้
6. ชั่งน้ำหนัก sample ที่ค้างบนตะแกรง (เคาะลงบนแผ่นพลาสติกแล้วนำไปชั่ง)
7. บันทึกข้อมูลตามตัวอย่างในตารางที่ 3 ในเอกสารประกอบการทำ Lab.
8. คำนวณ CMPF แล้วเขียนกราฟตามตัวอย่างในภาพที่ 8 ในเอกสารประกอบการทำ Lab.

### อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับทำการทดลอง

1. เครื่องบดย่อยขนาดหยาบ (Jaw Crusher)
2. เครื่องบดย่อยขนาดละเอียด (Disc Crusher)
3. ตะแกรง (Sieve) มาตรฐานเบอร์ต่าง ๆ ดังนี้

ASTM Sieve No.	Opening (mm.)
12	1.405
16	1.003
30	0.500
50	0.300
100	0.150
200	0.075
Pan	

### วัสดุ

Na-Feldspar, Quartz, Lime Stone, Milled Sand

### ผลการทดลอง

บันทึกข้อมูลตามตารางที่ III ในเอกสารแจก และ คำนวณ CMPE พร้อมเขียนกราฟ ตามตัวอย่างกราฟในภาพที่ 8 ของเอกสารแจก

### หนังสืออ่านประกอบ

1. อ.จ.สถาพร คูวิจิตรจาร์, คู่มือการทดสอบดิน เอกสารประกอบวิชา 410322 Soil Mechanics Laboratory มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
2. J.T.Jones, M.F. Berard, Ceramic Industrial Processing and Testing
3. James S. Reed, Introduction to the Principles of Ceramic processing

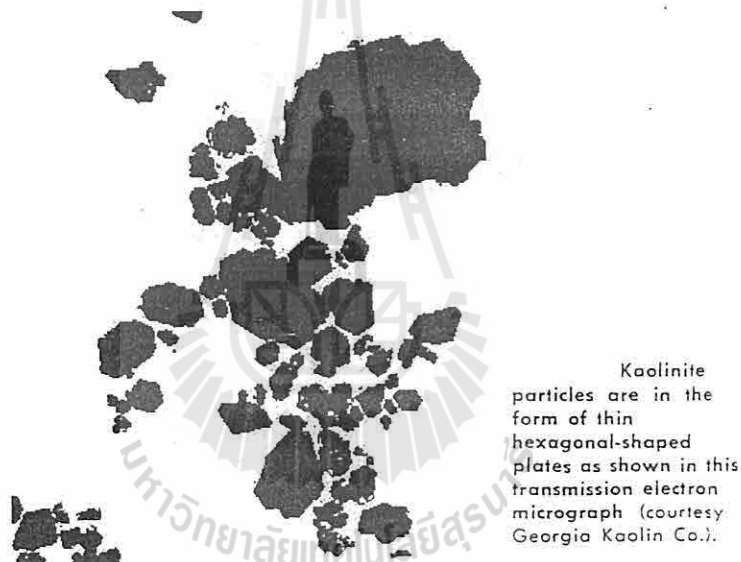
# วิชา 506-203 CERAMIC RAW MATERIALS LABORATORY

## การทดลองที่ 2

### CLAY PREPARATION AND WET SIEVE ANALYSIS

#### บทนำ

แร่ดิบจากธรรมชาติเกิดจากการแปรสภาพ (Weathering) มาจากหินอัคนี (Igneous rock) เช่น feldspathic rock และแกรนิต ซึ่งมี feldspar, quartz และ mica จึงมักพบดินอยู่รวมกับส่วนที่ยังไม่แปรสภาพ ดินบางแห่งถูกน้ำพัดพาไปไกลจากหินแหล่งเดิม กระแสน้ำช่วยล้างทำให้ดินมีสภาพบริสุทธิ์สูงขึ้น มีเม็ดละเอียด ดินเหล่านี้จะไปตกตะกอน (sedimentation) ทับถมปะปนกับสารอินทรีย์ในที่ที่ไกลออกไป ดินเหล่านี้ยังคงมีเนื้อละเอียดและมีสารอินทรีย์ที่เน่าเปื่อยผุพังปะปน ดินบางชนิดเกิดจากกระบวนการที่มีแก๊สร้อน ร่วมกับน้ำ (Hydrothermal action) ดินที่มีมากที่สุดคือ Kaolinite ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) มีรูปร่างที่แสดงในภาพที่ได้จาก transmission electron microscope (รูปที่ 1) แผ่นบาง ๆ รูป hexagonal มีความหนาประมาณ 0.1 m.



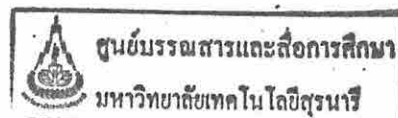
รูปที่ 1 อิเล็กตรอนไมโครกราฟของ Kaolinite (1)

โดยทั่วไปถ้านำดินมาผสมน้ำปริมาณพอเหมาะ ดินจะมีความเหนียว (plasticity) เกิดขึ้น สามารถขึ้นรูปโดยใช้แรงกด อัด หรือรีด และเมื่อแห้งไว้ก็ยังคงรูปอยู่ได้ Kaolinite ที่มีขนาดอนุภาคเล็กมาก ๆ มีความเหนียวมาก เรียกกันว่า “ball clay” ซึ่งมักนำไปผสมกับดินชนิดที่ไม่มีความเหนียวมากเพื่อให้อันรูปเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้

จากสภาวะการเกิดและการเคลื่อนย้ายแหล่งดินดังกล่าว ทำให้ดินที่นำมาใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกมีสมบัติทางฟิสิกส์และเคมี แตกต่างกัน การนำไปใช้งานก็แตกต่างกัน

- A. White-burning clays (used in whiteware).
  - (1) Kaolins:
    - (a) residual;
    - (b) sedimentary.
  - (2) Ball clays.
- B. Refractory clays (having a fusion point above 1600° C but not necessarily white burning).
  - (1) Kaolins (sedimentary).
  - (2) Fire clays:
    - (a) flint;
    - (b) plastic.
  - (3) High alumina clays:
    - (a) gibbsite;
    - (b) diaspore.
- C. Heavy clay-products clays (of low plasticity but containing fluxes).
  - (1) Paving brick clays and shales.
  - (2) Sewer-pipe clays and shales.
  - (3) Brick and hollow tile clays and shales.
- D. Stoneware clays (plastic, containing fluxes).
- E. Brick clays (plastic, containing iron oxide).
  - (1) Terra-cotta clays.
  - (2) Face and common brick.
- F. Slip clays (containing more iron oxide).

การแบ่งประเภทของดินกับการใช้งานโดย Norton (2)



ดินที่พบเห็นโดยทั่วไปจะเกิดปะปนกับส่วนที่ไม่ใช่ดิน โดยปกติก็จะมีควมหยาบมากกว่าเนื้อดิน จึงจำเป็นต้องทำการล้างดินและกรองขนาดอนุภาคของตัวอย่างดิน

### จุดประสงค์

เพื่อให้นักศึกษาสามารถเตรียมดินจากวัตถุดิบ โดยการล้างแยกเนื้อดินออกจากแร่อื่น ๆ และได้เนื้อดินที่มีความสม่ำเสมอ สำหรับตรวจสอบทิศทางฟิลิกส์และเคมีเบื้องต้น และวิเคราะห์ความละเอียดของดินโดยวิธี Wet sieve analysis ร่อนดินผ่านตะแกรงที่มีขนาดรูเปิดตามกำหนด

### การทดลองที่ 1 การล้างดินเพื่อตรวจสอบชนิดต่าง ๆ

ให้นักศึกษาแต่ละกลุ่มนำตัวอย่างดินที่เตรียมไว้ให้ ประมาณกลุ่มละ 2 - 5 กิโลกรัม ไปล้างดินโดยการกระจายเนื้อดินในน้ำ กรวด หทราย ที่มีอนุภาคใหญ่จะตกตะกอน เนื้อดินซึ่งประกอบด้วยอนุภาคขนาดเล็กจะแขวนตัวอยู่ในน้ำ แยกน้ำดินออกจากส่วนที่ตกตะกอน โดยการเทน้ำดินผ่านตะแกรงเบอร์ 200 เมช ทำน้ำดินให้ตกตะกอนโดยใช้สารเคมี รินส่วนที่เป็นน้ำใสออก เทส่วนชั้นลงในถังกรองดินทำด้วยปูนปลาสเตอร์ที่มีฝารองรับอีกชั้นหนึ่ง ทิ้งไว้จนน้ำดินหมด มีลักษณะที่นำไปนวดได้จึงเก็บใส่ถุงพลาสติก

ดินที่เก็บไว้ส่วนนี้จะใช้ใน Experiment III , IV , VI และ VII ต่อไป

### อุปกรณ์และสารเคมี

เครื่องกวนดิน (Blunger) , defloculating agent เช่น sodium polyphosphates หรือ sodium silicate flocculating agent เช่น  $Al_2(SO_4)_3$  และ  $AlCl_3$  , ภาชนะแยกทรายและใส่ Clay suspension ฝาดิบ , กะบะปูน ปลาสเตอร์ สำหรับกรองดิน , เครื่องชั่ง และตะแกรงมาตรฐานเบอร์ต่าง ๆ ดังนี้

### วิธีการทดลอง

- 1/นำตัวอย่างดิน 500 กรัม อบที่ 80-100 °C เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมง(ถ้าอาจารย์ผู้สอนอบมาให้แล้วให้นำดินที่อบแล้วมา 400 กรัม)
- 2/ใส่ dispersing agent เช่น sodium silicate 0.2% ของน้ำหนักดินแห้ง
- 3/ใส่น้ำ 1000 มิลลิเมตร กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน นำน้ำดินที่ได้ไปผ่านตะแกรงที่เรียงเป็นชั้น ๆ เรียงจากหยาบไปละเอียดตามที่อาจารย์กำหนดให้
- 4/ค่อย ๆ ปล่อยน้ำจากก๊อกไหลผ่านขณะที่เทน้ำดินร้อนบนตะแกรง
- 5/นำดินที่ค้างบนตะแกรงแต่ละเบอร์ไปเคาะบนแผ่นพลาสติก ที่เหลือติดตะแกรงให้ใช้แปรงแปรงหรือกระปุกฉีดน้ำฉีดไล่ดินออกมาให้หมด แล้วนำไปรวมกับดินที่เคาะออกมาตอนแรก
- 6/นำดินและน้ำดินจาก ข้อ 5/ ใส่กระเจกนาฬิกา แล้วนำไปอบจนแห้งสนิท
- 7/ชั่งน้ำหนักที่อบแห้งแล้วได้น้ำหนักดินที่ค้างตะแกรงแต่ละเบอร์
- 8/บันทึกข้อมูลตามตัวอย่างตารางที่ III ในเอกสารแจก และคำนวณ CMPF พร้อมเขียนกราฟตามตัวอย่างกราฟในภาพที่ 8 ของเอกสารแจก

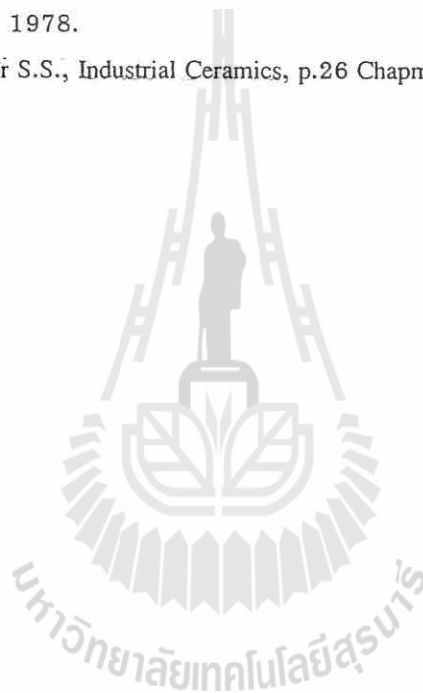
## ตะแกรงที่ใช้สำหรับการทดลอง

ASTM sieve No.	Opening (mm)
50	0.297
100	0.105
200	0.074
325	0.0
pan	

## เอกสารอ้างอิง

1/ Jones, J.T and Berard, M.F., *Ceramics : Industrial Processing and Testing.*, p.15 The Iowa State University Press, Iowa, 1978.

2/Singer, F. and Singer S.S., *Industrial Ceramics*, p.26 Chapman & Hall Ltd., London, 1971



## วิชา 506203 CERAMIC RAW MATERIAL LABORATORY

### การทดลองที่ 3

### GREEN STRENGTH TEST

#### บทนำ :

การอบแห้งเป็นขั้นตอนสำคัญในขบวนการผลิตทางอุตสาหกรรมเซรามิก เนื่องจากการอบแห้งการผลิตต้องเกี่ยวข้องกับน้ำ เช่น ในขั้นตอนการบด ในขั้นตอนการผสมวัตถุดิบชนิดต่างๆ ให้เข้ากันเป็นเนื้อดินปั้นและขั้นตอนต่อไปก็คือการขึ้นรูป การอบแห้งจึงเป็นขั้นตอนในการเตรียมวัสดุก่อนที่จะเข้าสู่ขบวนการต่อไป เช่น การถอดแม่แบบ และการอบชิ้นงานหลังจากการชุบเคลือบ ซึ่งจะเป็ขั้นตอนที่ต้องกระทำก่อนการเผา และยังเป็นขั้นตอนสุดท้ายของขบวนการผลิตบางอย่างเช่น การแต่งแร่ดินขาวและการผลิตผงสีเซรามิก เป็นต้น จะเห็นได้ว่า การอบแห้งมีส่วนร่วมในขบวนการผลิตตั้งแต่ขั้นการเตรียมวัตถุดิบจนกระทั่งได้มาซึ่งผลิตภัณฑ์เซรามิกที่ต้องการ การอบแห้งคือการกำจัดน้ำที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์โดยกระเหย (evaporization) ออกไปก่อนนำไปเผา

โดยทั่วไปการอบแห้งสามารถทำได้ 2 วิธีคือ Mechanical method คือการใช้เครื่องอัดกรอง (Filter press) เพื่อไล่น้ำออก และอีกวิธีคือ Thermal vaporization โดยใช้เครื่องอบ (Dryer) ซึ่งเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมมาก ในการกำจัดความชื้นซึ่งเนื่องมาจากน้ำหรือของเหลวอื่น ๆ ที่มีอยู่ในชิ้นงานนั้น จะมี condition ของการอบแห้งที่แตกต่างกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับค่าจุดเดือด ความร้อนจำเพาะ ความร้อนแฝงของการกลายเป็นไอ ความดันไอ และน้ำหนักโมเลกุลของเหลวชนิดนั้นๆ แต่กลไกที่เกิดจากการอบแห้งนั้นจะคล้ายคลึงกัน ชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการอบแห้งจะมีความแข็งแรงมากกว่าตอนหลังจากที่ขึ้นรูปใหม่ๆ เรียกว่า Leatherhard บางทีเรียกว่า Green body สิ่งที่มีผลต่ออัตราการอบแห้งได้แก่ อุณหภูมิ ความชื้นของอากาศ และความเร็วของอากาศที่อยู่รอบๆ ชิ้นงาน รวมทั้งพลังงานความร้อนที่ให้แก่ชิ้นงานขณะอบแห้งด้วย

กลไกการอบแห้งสามารถอธิบายได้ว่า การที่อนุภาคมาจับตัวรวมกันในขณะที่เปียก เพื่อขึ้นรูป จะมีชั้นของน้ำบาง ๆ ครอบอยู่ที่ผิวของอนุภาค เพื่อยึดให้อนุภาคมาอยู่ใกล้กัน เมื่อให้ความร้อนเพื่อไล่ความชื้นหรือน้ำนี้ออกไป จะทำให้เกิดการหดตัวเนื่องจากน้ำที่มีอยู่ระเหยไป ทำให้ชิ้นงานลดขนาดลง การที่บริเวณผิวของชิ้นงานหรือผิวที่บางกว่ามีการระเหยของน้ำมากกว่าบริเวณภายในชิ้นงานหรือบริเวณที่มีความหนา มากกว่าจะทำให้การหดตัวของบริเวณทั้งสองนี้ไม่เท่ากัน ซึ่งจะมีผลทำให้รูปร่างของชิ้นงานเกิดการบิดเบี้ยว โค้งงอ และเกิดรอยแตก (crack) เนื่องจากอัตราการอบแห้งเร็วเกินไป ถ้าอัตราการระเหยน้ำจากผิวของชิ้นงานมากกว่าอัตราการแพร่ของน้ำที่แพร่ผ่านรูพรุนที่อยู่ในเนื้อไปสู่ผิว จะทำให้ที่ผิวของชิ้นงานแห้งเร็วเกินกว่าภายในชิ้นงาน สภาวะนี้เรียกว่า Hardening ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อผิวด้านนอกหดตัว ในขณะที่ผิวด้านในยังคงไม่เปลี่ยนแปลง ทางแก้ไขคือ พยายามไม่ให้มีการระเหยของน้ำจากผิวของชิ้นงานเร็วเกินไป ทำได้โดยการให้ความร้อนแก่ชิ้นงานในบริเวณที่มีการรักษาให้มีความชื้น (Humidity) ค่อนข้างสูง การที่มีความชื้นของอากาศรอบๆ ชิ้นงานค่อนข้างสูงนี้จะทำให้อัตราการระเหยจากผิวของชิ้นงานต่ำลง ในขบวนการ

การอบแห้ง ถ้าให้อุณหภูมิค่อย ๆ สูงขึ้น และให้ความชื้นในอากาศค่อย ๆ ลดลงก็จะได้การระเหยและอัตราการแพร่คงอยู่สูงเท่า ๆ กัน ทำให้ชิ้นงานที่แห้งมีการแห้งอย่างสม่ำเสมอทั่วชิ้นงาน ส่วนขั้นตอนสุดท้ายของการอบแห้งคือจะทำการอบที่อุณหภูมิสูงกว่า  $100^{\circ}\text{C}$  และมีความชื้นต่ำมาก ๆ ก็จะได้ชิ้นงานที่ไม่มีการแตกร้าวเลย ในทางปฏิบัติอาจทำได้ง่าย ๆ โดยการเอาผ้าชุบน้ำคลุมที่ผิวของชิ้นงานเพื่อเพิ่มความชื้นรอบชิ้นงานและไม่ให้การระเหยที่ผิวเกิดขึ้นรวดเร็วเกินไป

ในการอบแห้งผลิตภัณฑ์เซรามิกในสภาพแวดล้อมที่คงที่ โดยอุณหภูมิและความชื้นในอากาศ ความเร็วลมใน dryer ไม่เปลี่ยนแปลง สามารถแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ

1. ช่วงที่ 1 อัตราการระเหยคงที่ (Constant rate period) ช่วงนี้อัตราการระเหยจะไม่ขึ้นกับ moisture content
2. ช่วงที่ 2 อัตราการระเหยลดลงในช่วงแรก (First falling-rate period) อัตราการอบแห้งจะแปรตาม moisture content เป็นลักษณะเชิงเส้น
3. ช่วงที่ 3 อัตราการระเหยค่อยลดช้าลงในช่วงที่ 2 (Second falling-rate period) เส้น curve ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการอบแห้ง และ moisture content จะเป็นเส้นโค้ง

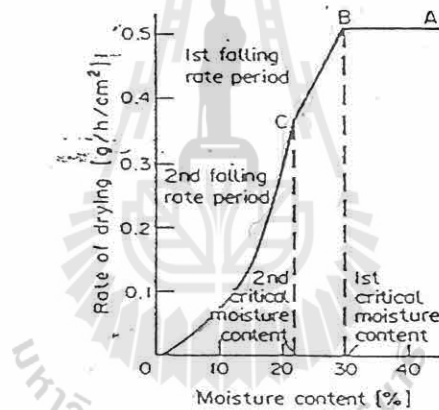


Fig. 1 Drying curve for ceramics (courtesy Institute of Ceramics)

จากรูป 1 ถ้าเรา plot curve ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนไป และเวลาที่ใช้ในการอบ จะพบว่าช่วงแรกของการอบจะไม่ขึ้นกับความชื้นที่มีอยู่ (แสดงด้วยเส้น A-B) นั่นคืออัตราการระเหยจะคงที่ แต่เมื่อถึงจุดหนึ่งคือจุด B ซึ่งถือว่าเป็น First critical moisture content อัตราการอบแห้งจะเริ่มลดลงคงที่ (ตามเส้น B-C) จนกระทั่งในที่สุดเมื่อถึงจุดอีกหนึ่งจุดคือ จุด C เรียกว่า Second critical moisture content จะได้ curve ที่ลดลงแบบไม่เป็นเส้นตรงซึ่งเนื่องมาจากอัตราการระเหยจากผิวของชิ้นงานขึ้นกับอัตราการแพร่ของน้ำในชิ้นงาน



ในการอบแห้งโดยการให้ความร้อนจะใช้เตาอบในกรณีที่ต้องการอบผลิตภัณฑ์เป็นครั้งคราว ดังแสดงในรูปที่ 2 ซึ่งต้องมีพัดลมเป่าอากาศให้มีการหมุนเวียนไปรับความร้อนจากขดลวดความร้อน และให้มีการถ่ายเททั่วเตาอบแต่ในกรณีที่ต้องการอบผลิตภัณฑ์จำนวนมากและต่อเนื่องกัน จะใช้ Tunnel dryer ดังรูปที่ 3 ซึ่งจะเรียงผลิตภัณฑ์ใส่รถ และรถจะเคลื่อนที่เข้าไปผ่านบริเวณที่มีอุณหภูมิและความชื้นคงที่ และเมื่อผลิตภัณฑ์แห้งก็จะเข้าไปยัง Tunnel kiln เพื่อเผาผลิตภัณฑ์ต่อไป

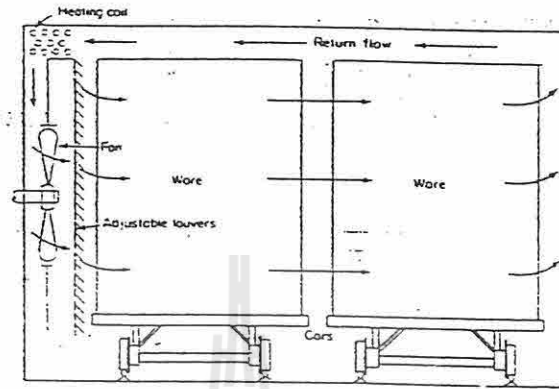


Fig.2 Fan-type humidity dryer.

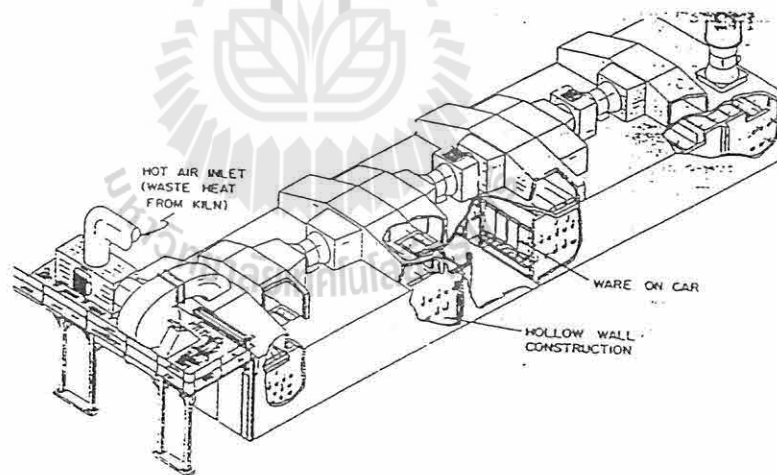


Fig.3 Tunnel dryer (courtesy Swindell-Dressler Co)

เนื่องจากความแข็งแรงของผลิตภัณฑ์ก่อนเผา (Green Strength) มีความสำคัญในการช่วยให้อัตราการแตกหักของผลิตภัณฑ์ที่จะนำไปเผาผลาญ ดังนั้นในการทดลองนี้จะหาและวัดคุณสมบัติของดินที่ยังไม่ได้เผา ซึ่งในการทดลองนี้จะให้ศึกษาคุณสมบัติ 4 ประการคือ

1. % moisture content (Dry basis)
2. Drying shrinkage
3. Green density
4. Green strength

#### 1. การคำนวณหา % moisture content

สิ่งที่เกิดขึ้นภายหลังจากการอบแห้งคือ moisture content ทำได้โดยชั่งน้ำหนักของชิ้นงานก่อนอบแล้วนำไปอบที่ 105-110 °C แล้วนำค่าน้ำหนักที่ได้มาแทนในสูตร ซึ่งสามารถคิดได้ 2 แบบ คือ Dry weight basis และ Wet weight basis

$$\% \text{ moisture content (dry basis)} = \frac{(\text{weight before drying} - \text{weight after drying})}{\text{weight after drying}} \times 100$$

$$\% \text{ moisture content (wet basis)} = \frac{(\text{weight before drying} - \text{weight after drying})}{\text{weight before drying}} \times 100$$

#### 2. การหา Drying shrinkage (% linear drying shrinkage, base on dried length)

ทำได้โดยการวัดขนาดของแท่งดินหลังจากขึ้นรูปแล้ว และวัดขนาดอีกครั้งหลังจากผ่านการอบแห้งแล้ว ตามสูตร

$$\% \text{ Linear drying shrinkage} = \frac{(\text{length before drying} - \text{length after drying})}{\text{length after drying}} \times 100$$

#### 3. การหา Green density (bulk density)

$$\text{Density} = \frac{\text{Mass (g/cm}^3\text{)}}{\text{Volume}}$$

#### 4. การหา Green strength

ทำได้โดย นำชิ้นงานหลังอบมาวัด three-point bending วัดอย่างน้อย 10 ชิ้น โดยขึ้นรูปชิ้นงานที่มีพื้นที่หน้าตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยม แล้วแทนค่าต่าง ๆ ในสูตร

$$\text{MOR} = \frac{3 \cdot PL}{2bd^2} \quad \text{psi (lb/in}^2\text{)}, \text{ ksi (1000 lb/in}^2\text{)}, \text{ MPa}$$

เมื่อ P = load ที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก

L = Span (ระยะระหว่าง Supporter)

b = ความกว้างของ Specimens

d = ความสูงของ Specimens

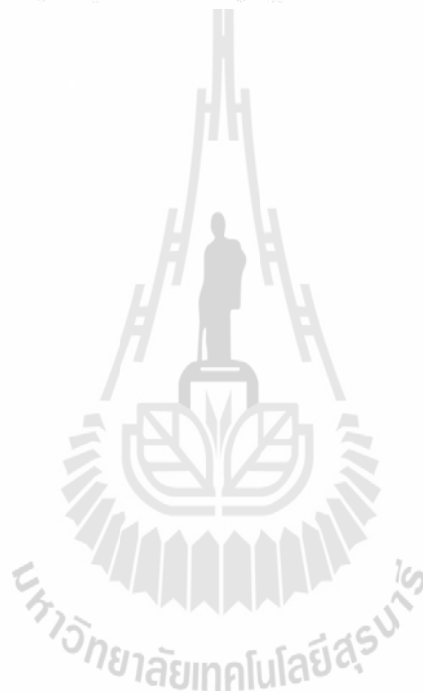
หรือทำได้โดยขึ้นรูปชิ้นงานที่มีขนาดตาม specification ของเครื่องวัด แล้วสามารถอ่านค่า strength ได้จาก scale ของเครื่องเลย

**จุดประสงค์การ :**

เพื่อให้นักศึกษาได้เรียนรู้วิธีการ และการวัดคุณสมบัติของชิ้นงานเซรามิกหลังจากอบแห้ง และสามารถบอกได้ว่าปัจจัยใดบ้างที่มีผลต่อขบวนการอบแห้งของวัตถุดิบเซรามิก

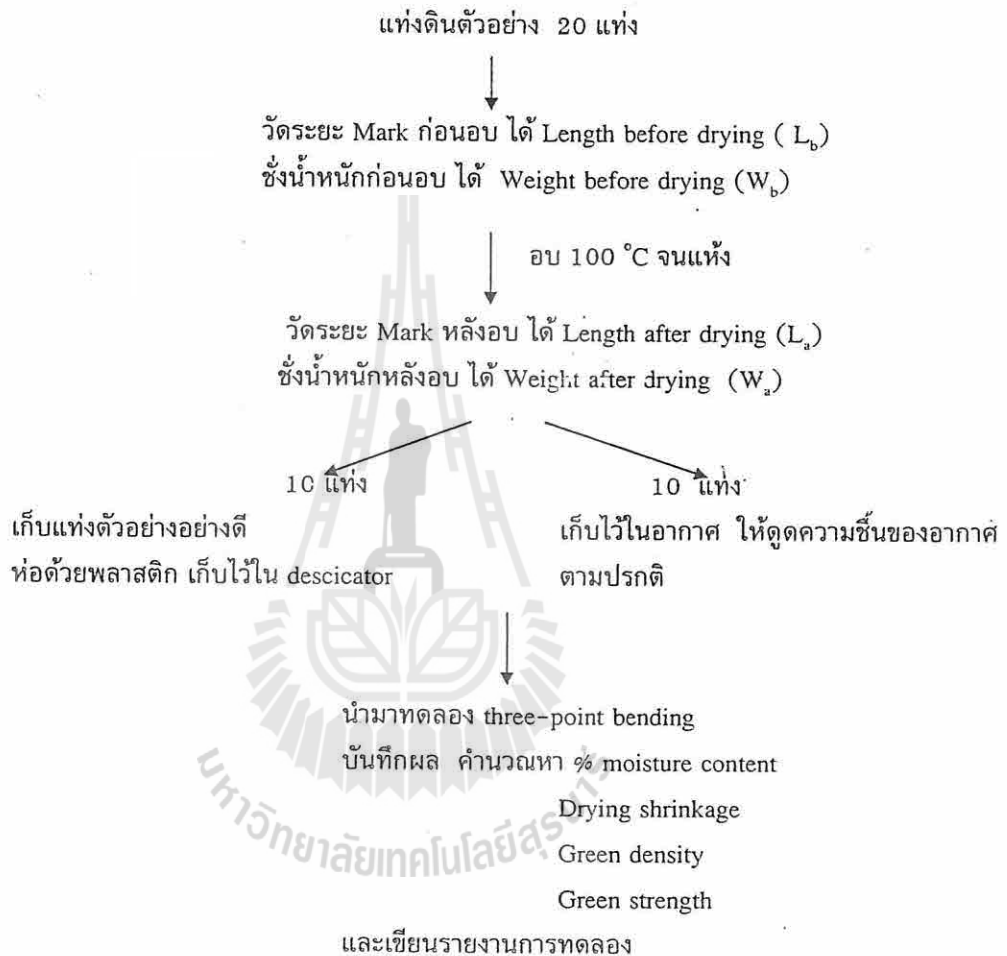
**การทดลอง :****อุปกรณ์ในการทดลอง**

1. วัตถุดิบที่นักศึกษาเลือก กลุ่มละ 1 ชนิด ที่เคยใช้ในการทดลองที่ 1
2. Roller ไม้สำหรับขึ้นรูป
3. โต๊ะสำหรับนวดดินที่มีความเรียบและได้ระนาบ
4. ตู้อบ (Dryer)
5. เครื่อง Bending strength tester
6. เครื่องชั่งที่มีความละเอียด 2 ตำแหน่ง
7. เวอร์เนีย คาร์ลิบเปอร์ (Verniers Caliper)



### วิธีการทดลอง

- นำดินที่ล้างจากการทดลองที่ 2 มาประมาณ 1 กิโลกรัม อบดินให้แห้ง
- นำดินที่อบแล้วมาเตรียมขึ้นรูป โดยปรับความชื้นของดินโดยการเติมน้ำในปริมาณที่พอเหมาะที่สามารถจะรีดออกมาเป็นแท่งได้ โดยใช้มือและ roller ไม้ช่วยนวด
- ทำแท่งดินตัวอย่างขนาดกว้าง 1.5 ซม. ยาว 15 ซม. สูงหรือหนา 1.0 ซม. จำนวน 20 แท่ง ตกแต่งให้เรียบร้อย (อาจทำมากกว่า 20 แท่ง เพื่อป้องกันชิ้นงานเสีย)



### เอกสารอ้างอิง :

1. อุไรวรรณ ลีลาติศร, การอบแห้งผลิตภัณฑ์, การอบรมเชิงวิชาการ เซรามิกเบื้องต้น , ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย , 17-19 กุมภาพันธ์ 2540.
2. J.T. Jones and M.F. Berard, "Ceramics Industrial Processing and Testing", Iowa state University Press, Ames, 1993.

## วิชา 506 203 CERAMIC RAW MATERIALS LABORATORY

## การทดลองที่ 4

## PHYSICAL PROPERTIES OF FIRED CLAY PRODUCTS

## บทนำ

การหดตัวของดินเมื่อถูกเผา

เมื่อดินถูกความร้อนจะมีการหดตัว เรียกว่าการหดตัวช่วงนี้ว่า “firing shrinkage” อาจมีค่าแตกต่างกันซึ่งขึ้นอยู่กับแฟคเตอร์หลายอย่าง เช่น ความละเอียดของดิน ปริมาณของอินทรีย์สารในดิน วิธีการขึ้นรูปหรือทำชิ้นตัวอย่างและอุณหภูมิที่ใช้เผาดิน โดยทั่วไปดินที่เหนียวมาก จะหดตัวมากทั้งขณะที่ทำให้แห้งและเผา มากกว่าดินที่เหนียวน้อย สารอินทรีย์ในดินมีส่วนทำให้เกิดการหดตัวในช่วงที่เผามากขึ้น การหดตัวของดินเพิ่มมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ในช่วงที่อุณหภูมิที่ดินยังไม่แตกตัวหรือหลอมละลาย ดินบางชนิดหดตัวอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิต่ำ แต่ดินบางชนิดหดตัวอย่างช้า ๆ ดินที่สุกตัวที่อุณหภูมิสูงจะมีการหดตัวน้อยกว่าดินที่มีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิต่ำ

firing shrinkage นี้มีความสำคัญต่อดิน ถ้ามีความสูง จะทำให้ผลิตภัณฑ์บิดเบี้ยว ยุบตัว และแตกง่าย เราจำเป็นต้องทราบค่าการหดตัวในการเผาเพื่อกำหนดขนาดก่อนเผา ให้ได้ขนาดผลิตภัณฑ์ตามต้องการ เนื้อดินผสมเมื่อทำเป็นเป็นผลิตภัณฑ์ประเภทต่าง ๆ ก็ต้องมีการทดสอบค่านี้เช่นกัน

การวัดและการคำนวณ % firing shrinkage ทำโดยใช้สูตร

$$\% \text{ Linear firing shrinkage} = \frac{\text{Dry length} - \text{Fired Length}}{\text{Dry Length}} \times 100$$

$$\% \text{ Volume firing shrinkage} = \frac{\text{Dry volume} - \text{Fired volume}}{\text{Dry volume}} \times 100$$

การคำนวณ Volume shrinkage จาก linear shrinkage ใช้สูตรข้างล่างนี้

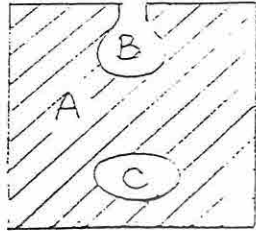
$$\% \text{ Linear firing shrinkage} = \left[ 1 - \sqrt[3]{1 - \frac{\% \text{ volume firing shrinkage}}{100}} \right] \times 100$$

พฤติกรรมของดินเมื่อผ่านความร้อน

เมื่อดินถูกเผาจะมีการเปลี่ยนแปลงหลายอย่างเช่น การเปลี่ยนแปลงสี, น้ำหนัก, ปริมาตร, ความหนาแน่น, ความถ่วงจำเพาะ, ความพรุนตัว, การดูดซึมน้ำ, ความแข็ง, ความแข็งแรง ฯลฯ ในการทดลองนี้นักศึกษาจะได้ศึกษาพฤติกรรมเปลี่ยนแปลงต่อไปนี้ 1) ปริมาตร (Volume), 2) ความพรุนตัว (Porosity), 3) การดูดซึมน้ำ (Water Absorption), 4) ความหนาแน่น (Density), 5) ความถ่วงจำเพาะ (Specific Gravity) และ 6) น้ำหนักที่หายไประหว่างเผา (Weight Loss)

1. ปริมาตร (Volume) เนื้อดินหลังจากเผาจะมีความพรุนตัว ดังแสดงในภาพที่ 1 จากภาพจะเห็นว่าเนื้อผลิตภัณฑ์หลังเผาประกอบด้วย ส่วนประกอบ 3 ส่วนคือ

- 1) เนื้อวัสดุจริง ๆ (True Volume) คือ ส่วนที่แรเงา A ในภาพ
- 2) รูพรุนชนิดมีรูเปิดที่ผิว (Open pore) คือ B ในภาพ
- 3) รูพรุนชนิดไม่มีความต่อเนื่องที่ผิว (Close pore) คือ C ในภาพ



ภาพที่ 1

แสดงเนื้อดินในฉนวน

A = เนื้อวัสดุจริง ๆ

B = Open pore

C = Close pore

ในเนื้อผลิตภัณฑ์จริง ๆ จะมีรูพรุนที่กล่าวมาแล้วข้างต้นเป็นล้าน ๆ รูฝังอยู่ในเนื้อและที่ผิวของผลิตภัณฑ์ เรามักปริมาตรของส่วนประกอบฯ ข้างต้นในรูปของ Volume โดยนิยามดังนี้ :-

- 1) Pore volume ( $V_p$ ) คือ Volume ของ Close pore + Volume ของ Open pore

$$V_p = V_{cp} + V_{op}$$

- 2) Bulk volume ( $V_b$ ) คือ Volume ของเนื้อวัสดุจริง (True volume) + Pore volume

$$V_b = V_t + V_p = V_t + V_{op} + V_{cp}$$

- 3) Apparent volume ( $V_a$ ) คือ Volume ของเนื้อวัสดุจริง ๆ ( $V_t$ ) + Close pore

$$V_a = V_t + V_{cp} = V_b - V_{op}$$

- 4) Open pore volume

$$V_{op} = V_b - V_p = V_a - V_{cp}$$

- 5) Close pore volume

$$V_{cp} = V_b - V_t - V_{op} = V_a - V_t$$

- 6) True volume ( $V_t$ ) คือ volume ของเนื้อวัสดุจริง ๆ

$$V_t = V_b - V_p = V_a - V_{cp}$$

โดยทั่วไปเรานิยมรายงานค่า  $V_b$ ,  $V_a$  และ  $V_{op}$  เป็นหลัก ในทางปฏิบัติเราอาจจะหา  $V_b$ ,  $V_a$ ,  $V_{op}$  โดยการชั่งน้ำหนักชิ้นงานในสภาพแห้งหลังเผา (Fried weight,  $W_f$ ), สภาพอิ่มตัวด้วยน้ำ (Saturated Weight,  $W_s$ ) และสภาพแขวนลอยในน้ำ (Suspended Weight  $W_{ss}$ ) แล้วนำน้ำหนักข้างต้นมา

คำนวณหา  $V_b$ ,  $V_s$  และ  $V_{op}$  จากสูตร

$$V_b = \frac{W_s - W_{ss}}{\rho_L} \quad \text{เมื่อ } \rho_L = \text{density ของน้ำที่ suspended}$$

$$V_{op} = \frac{W_s - W_F}{\rho_L}$$

$$V_s = V_b - V_{op} = \frac{W_s - W_{ss}}{\rho_L} - \frac{W_s - W_F}{\rho_L} = \frac{W_F - W_{ss}}{\rho_L}$$

2. ความพรุนตัว (Porosity) จากข้างต้นจะเห็นว่าเราสามารถบอกปริมาณรูพรุนตัวของผลิตภัณฑ์หลังเผาในรูปแบบของ Open pore และ Close pore อย่างไรก็ตาม โดยส่วนใหญ่แล้วนักเซรามิกมักจะรายงาน porosity ของผลิตภัณฑ์ในรูปแบบของ Apparent porosity โดย Apparent porosity (P) คือ volume ของ Open pore ( $V_{op}$ ) ในแง่ตัวอย่างต่อ bulk volume

$$P\% = \frac{(W_s - W_F)}{\rho_L V_b} \times 100$$

3. การดูดซึมน้ำ (Water Absorption) คือความสามารถในการดูดซึมน้ำของชิ้นงาน ส่วนใหญ่เรามักจะบอกเทียบกับน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ โดยรายงานในรูปแบบของ % Water Absorption (%A)

$$\text{โดย } \%A = \frac{(W_s - W_F)}{W_F} \times 100$$

F.H. Norton จำแนกผลิตภัณฑ์เซรามิกตาม % Water Absorption ดังแสดงในตารางที่ 1.1

Table 1.1 Classification of Fine Ceramics

Class and type	Absorption %	Products
Earthenware:		
Natural.....	+15	Tableware, artware, tiles
Fine.....	10-15	Tableware, artware, kitchenware, tiles
Talc.....	10-20	Artware, tiles, ovenware
Semivitreous.....	4-9	Tableware, artware
Stoneware:		
Natural.....	0-5	Drain pipe, kitchenware, artware, tiles
Fine.....	0-5	Cookware, artware, tableware
Technical vitreous.....	0-0.2	Chemical ware
Jasper.....	0-1	Artware
Basalt.....	0-1	Artware
China:		
Hotel.....	0.1-0.3	Tableware, heavy
Household.....	0.0-0.2	Tableware
Bone.....	0.3-2.0	Tableware artware
Frit.....	0.0-0.5	Tableware, artware
High strength.....	0.0-1.0	Tableware
Low expansion.....	1.0-5.0	Ovenware, stoveware
Porcelain:		
Hard.....	0-0.5	Tableware, artware
Technical vitreous.....	0-0.2	Chemicalware, ball mill balls and linings
Triaxial electrical.....	0-0.2	Low-frequency insulators
High-strength electrical.....	0-0.2	Low-frequency insulators
Alumina.....	0-0.1	Spark plug cores, valve seats, cutting tools, substrates, abrasion-resisting ware
Steatite.....	0-0.5	High-frequency insulators, low-loss dielectric
Ferrites.....	0-0.05	High K-dielectrics constant
Ferromagnetics.....	0-0.05	Permanent magnets, transformer cores, memory units, antennas
Vitreous plumbing fixtures	0.1-0.3	Lavatories, closet bowls, flush tanks, urinals
Dental.....	0-0.1	Dentures
Parian.....	0-0.5	Sculpture
Refractory.....	0-10	pyrometer tubes, combustion boats, furnace parts, nuclear fuel elements



4. ความหนาแน่น (Density) คือ ความหนาแน่น มีสูตรว่า  $D = \frac{M}{V}$

Density ที่นักเซรามิกนิยมใช้ในการรายงานคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์หลังเผาคือ

1) Bulk density ( $\rho_b$ ) คือ density ที่ได้จาก fired weight  $\div$  bulk volume

$$\rho_b = \frac{W_f}{V_b} = \frac{W_f \rho_L}{(W_s - W_{ss})}$$

bulk density เป็น density ชนิดที่ใช้กันมากที่สุดโดยทั่วไป ถ้าพูดว่า density เฉย ๆ โดยไม่บอกว่าเป็น density อะไร มักถือว่าเป็น density ชนิดนี้

2) True density ( $\rho_t$ ) คือ density ของชิ้นงานที่มี porosity = 0

$$\rho_t = \frac{W_f}{V_t}$$

3) Apparent density คือ density ที่ได้จาก Fired Weight  $\div$  Apparent volume

$$\rho_a = \frac{W_f}{V_a} = \frac{W_f \rho_L}{(W_f - W_{ss})}$$

4) %Theoretical density เป็นค่าที่ใช้เปรียบเทียบ bulk density ของวัสดุที่สนใจเทียบกับ Theoretical density ของวัสดุ

$$\% \text{ Theoretical density} = \frac{\rho_b}{\rho_t} \times 100$$

5. ความถ่วงจำเพาะ (Specific Gravity) คือ density ของวัสดุเทียบกับ density ของน้ำที่ 4°C

$$\text{S.G.} = \frac{\text{density of material}}{\text{density of water at } 4^\circ\text{C}}$$

specific gravity ไม่มีหน่วย

6. น้ำหนักที่หายไประหว่างเผา (% Ignition Weight Loss) เทียบกับน้ำหนัก อบแห้งก่อนเผา

หาได้จากน้ำหนักชิ้นที่หายไประหว่างเผา

$$\% \text{ Weight Loss} = \frac{(W_D - W_f)}{W_b} \times 100$$

เมื่อ  $W_D$  = Oven dry weight

จุดประสงค์

เพื่อนักศึกษาได้เห็นการเปลี่ยนแปลงของลักษณะดินเมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ และสามารถตรวจสอบสมบัติทางกายภาพที่เปลี่ยนไป เช่น สี การเปลี่ยนแปลงขนาด ความหนาแน่น และความพรุนตัว

## อุปกรณ์

- 1) เครื่องชั่งอย่างหยาบ  $\pm 0.5$  g ชนิดชั่งได้สูงสุด 10 กก 1 เครื่อง  
ชนิดชั่งแบบ submerged ได้ พร้อมตระแกรงใส่วัสดุ
- 2) Vernier caliper
- 3) หม้อต้มน้ำ พร้อมเตา gas และอุปกรณ์
- 4) ไม้ และ spatula ตัดดิน กลุ่มละ 1 อัน
- 5) ไม้บรรทัดเหล็กความยาว กลุ่มละ 1 อัน
- 6) เตาอบไฟฟ้า เปิดเตาไว้ที่  $100^{\circ}\text{C}$  2 เตา
- 7) เนื้อดินปั้นชนิดต่าง ๆ ที่มีความชื้นพอเหมาะที่จะขึ้นเป็นแท่ง ๆ ตามภาพที่ 2  
สำหรับนักศึกษาทุกกลุ่ม ๆ ละ 1-2 กก. (เช่น Compound Clay, ดิน มทส ฯลฯ)
- 8) เตาเผา
- 9) Desiccator
- 10) ถาดอลูมิเนียม
- 11) ผ้าซับน้ำ และ ฟองน้ำเช็ดโต๊ะ
- 12) ชิ้นงาน Ceramic ชนิดต่าง ๆ

1) กระเบื้องปูพื้น 3" x 8"

2) กระเบื้องผนัง 4" x 4" หรือ 8" x 8"

3) กระเบื้องโมเสค

4) กระเบื้อง mosaic

5) อิฐ บ.ป.ก.

6) อิฐมอญ

7) กระเบื้องดินเผาต้านกรีน

8) โฉงราชบุรี

9) ลูกถ้วยไฟฟ้า

10) ถ้วยกาแฟ

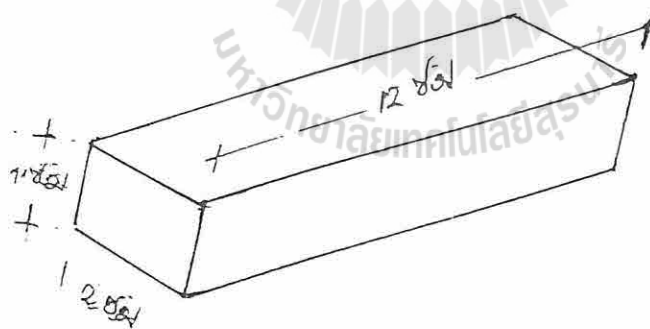
11) งาน

12) อื่น ๆ

## วิธีการทดลอง

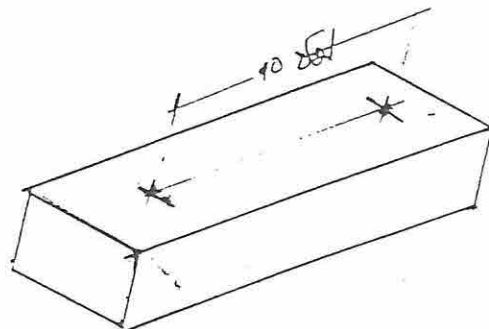
### ตอน ก) การหัดตัวหลังเผา

- 1) ทำแท่งตัวอย่างเป็นแท่งรูปเหลี่ยม ดังภาพที่ 2 จำนวน 36 แท่ง



ภาพที่ 2  
ขนาดแท่งตัวอย่าง อิฐ  
ก่อนนำไปอบในเตาอบ  
โดยประมาณตามกำหนด

- 2) นำแท่งตัวอย่างอบจนแห้งสนิทคือ เมื่อเอาชิ้นงานไปชั่งแล้วน้ำหนักไม่ลดอีกต่อไป บันทึกน้ำหนักไว้เป็น  $w_p$  ไว้ใช้ในตอน ข) ไป
- 3) mark ระยะ 10 ซม. Dry length บนชิ้นงานตามภาพที่ 3



ภาพที่ 3  
แสดงการ mark ระยะชิ้นงานเพื่อ  
อบแห้งแล้ว mark ที่ 10 ซม.

- 4) นำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 700, 900, 1000, 1100 และ 1200 °C อุณหภูมิละ 6 ชิ้นงาน ใช้ heating rate 10°C/นาที และเมื่อถึงอุณหภูมิที่ตั้งไว้แล้วให้ off ไฟฟ้าทันที ทิ้งไว้จนอุณหภูมิเหลือ ~ 50-120°C
- 5) นำชิ้นงานออกมาจากเตาไปทิ้งให้เย็นใน desiccator
- 6) เมื่อชิ้นงานเย็นแล้ว วัดความยาวระยะที่ mark ไว้ตอนแรกได้ระยะเป็น fired length ซึ่งน้ำหนักชิ้นงานหลังเผาบันทึกค่าไว้เป็น Fired weight ( $W_F$ ) เก็บไว้ใช้ในตอน ข) ต่อไป
- 7) คำนวณ % Linear firing shrinkage และ % Volume firing shrinkage

หมายเหตุ เนื่องจากเครื่องชั่ง Suspended weight ของเราหยาบมาก ( $\pm 0.5g$ ) การชั่งน้ำหนักชิ้นตัวอย่างทีละชิ้น จะมีความผิดพลาดมาก จึงให้ชั่งน้ำหนักรวมเป็น set เลย กล่าวคือให้เอาชิ้นงานที่เผาที่ Temp เดียวกัน ทั้ง 6 ชิ้น ชั่งพร้อมกันเลย ไม่ต้องแยกชั่งเป็นชิ้น ๆ

#### ตอน ข) หา Volume, Porosity, Water Absorption, Density และ Specific gravity

##### ตอน ข.1 ของวัสดุที่ทำขึ้นมาเอง

- 1) นำชิ้นงานจากข้อ 6 ตอน ก) ไปต้มในน้ำเดือด 2 ชั่วโมง ปิดฝาด้วย (ประหยัลดพลังงาน) เช็ดและ make sure ว่าชิ้นงานทุกส่วนจุ่มอยู่ในน้ำตลอดเวลาที่ต้ม (ให้ทางวัสดุวางรองอย่าให้ชิ้นงานวางนอนราบเรียบกับภาชนะเพื่อให้ น้ำเข้าชิ้นงานได้โดยรอบอย่างสะดวก
- 2) ครบ 2 ชั่วโมง แล้วยกภาชนะต้มออกจากเตาทิ้งไว้ให้เย็น 24 ชั่วโมง (ตาม ASTM ต้ม 4 ชั่วโมง)
- 3) นำชิ้นงานออกมาเอาผ้าเช็ดน้ำที่ไหลเยิ้มออก (เฉพาะที่ไหลเยิ้ม อย่าเช็ดน้ำที่ซึมอยู่ตาม open pore ที่ผิวออกไปด้วย โดยใช้เทคนิคเอาผ้าชุบน้ำบิดให้หมดแล้วนำไปเช็ด)
- 4) ชั่งน้ำหนัก บันทึกผลเป็น Saturated weight ( $W_S$ ) (ดูหมายเหตุที่ข้อ 6)
- 5) นำชิ้นงานไปชั่งแบบแขวนลอยในน้ำได้เป็น Suspended Weight ( $W_{SS}$ )

หมายเหตุ เมื่อชั่งน้ำหนัก  $W_S$  เสร็จแล้วควร keep ชิ้นงานไว้ ในภาชนะบรรจุน้ำให้จุ่มอยู่ใต้น้ำตลอดเวลา เพื่อว่าหากผลที่ได้ผิดปกติจะ recheck จะได้ไม่ต้องเอาไปต้มใหม่

- 6) นำค่า  $W_F$ ,  $W_S$  และ  $W_{SS}$  ที่ได้ไปคำนวณหาค่า
 

a) Bulk volume	f) Bulk density
b) Open pore volume	g) Apparent density
c) Apparent volume	h) Specific Gravity
d) Apparent porosity	i) Weight Loss
e) % Water Absorption	
- 7) ให้เขียนกราฟแสดงว่า อุณหภูมิที่เผา มีผลต่อคุณสมบัติต่อไปนี้อย่างไร
 

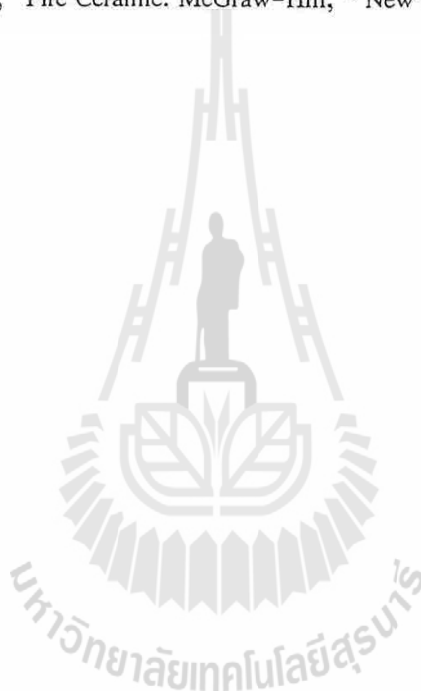
7.1) Linear firing shrinkage	7.3) Bulk density
7.2) % Apparent porosity	7.4) Weight Loss

ตอน ข.2 ของวัสดุที่นำมาจากภายนอก

- 1) นำชิ้นงานไปอบจนแห้งสนิท ได้น้ำหนักบันทึกเป็น Fired Weight  $W_F$
- 2) นำไปผ่านขั้นตอนเหมือนตอนที่ ข.1 ข้อ 1-6
- 3) เปรียบเทียบ Bulk density ของวัสดุที่จัดให้กับตารางที่ 1.1 และ identify ว่าวัสดุที่จัดให้เป็นผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทใด

เอกสารอ้างอิง

- 1) รศ.ดร.จรัสศรี ลอประยูร. “Physical Properties of Fired clay Products,” ใน คู่มือ Lab วิชา Ceramic Raw Material Lab Experiment IV, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี, 2540.
- 2) J.T. Jones, M.F. Berard, “Ceramics Industrial Processing and Testing, ” 2<sup>nd</sup> Edition, IOWA State University Press, Ames, 1993.
- 3) F.H. Norton, “Fire Ceramic. McGraw-Hill, ” New York. 1970.



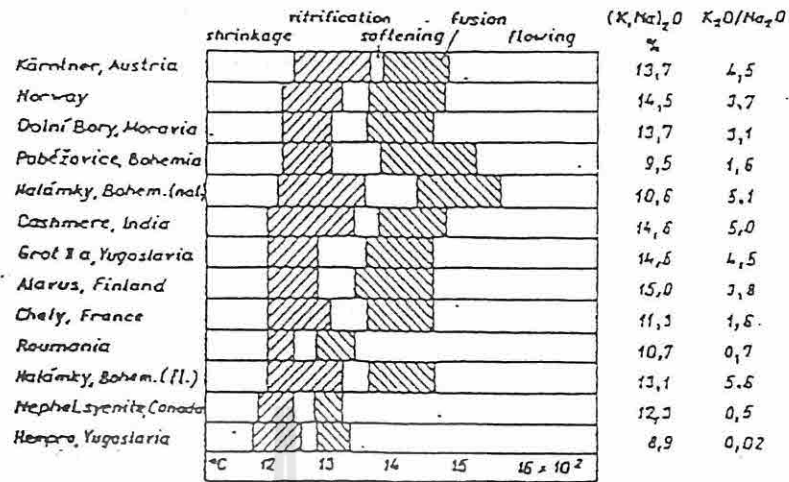
## รายวิชา 506203 CERAMIC RAW MATERIALS LABORATORY

### การทดลองที่ 5 FELDSPAR TEST

#### บทนำ :

Feldspar เป็นวัตถุดิบที่มีความสำคัญมากในอุตสาหกรรมเซรามิก ใช้ผสมเป็นเนื้อดินปั้น (body) ชนิดต่าง ๆ และผสมทำน้ำเคลือบ และ feldspar ยังทำหน้าที่เป็นตัวลดจุดสุกตัวของเนื้อดินปั้น (ทำหน้าที่เป็น Flux) ซึ่งเป็นตัวที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาการเกิดแก้วขึ้นในเนื้อผลิตภัณฑ์ ที่จะทำให้เกิดเนื้อแน่นและมีความโปร่งใสดี แต่ความสามารถในการลดจุดหลอมขึ้นอยู่กับชนิดและปริมาณของ cations ที่มีอยู่ใน Feldspar นั้นๆ Feldspar จัดเป็นแหล่งของ Alkalies และ Alumina ในเคลือบและแก้ว

Feldspar คือสารประกอบพวก Aluminosilicates ของ Sodium , Potassium และ Calcium นอกจากนี้ยังประกอบด้วยธาตุหายากอื่น ๆ ปะปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย และจัดเป็นสารประกอบ alkalies ที่ไม่ละลายน้ำ โครงสร้างอะตอมของ feldspar เป็นแบบโครงร่างตาข่ายของ Oxygen-silicon tetrahedron ที่เชื่อมต่อกันทั้ง 4 ด้าน  $Al^{3+}$  อาจแทนที่  $Si^{4+}$  บางส่วนและมี  $K^+$ ,  $Na^+$ , หรือ  $Ca^{2+}$  เข้าไปอยู่ในช่องเปิดนั้น ดังนั้นโครงสร้างจึงเปลี่ยนแปลงได้ขึ้นอยู่กับ cations ที่เข้าไปอยู่ในโครงสร้าง เช่น Orthoclase เป็น monoclinic ถ้าใน feldspar มี Orthoclase และ Albite จะได้โครงสร้างแบบ monoclinic หรือ Triclinic ขึ้นอยู่กับปริมาณของ K และ Na ที่มีอยู่ และโครงสร้างของ feldspar สามารถเปลี่ยนแปลงไปเมื่ออุณหภูมิสูง โดยทั่วไปสูตรของ Feldspar คือ  $MZ_4O_8$  เมื่อ M เป็น  $Na^+$ ,  $K^+$  หรือ  $Ca^{2+}$  (บางทีก็อาจเป็น  $NH_4^+$ ,  $Ba^{2+}$  และ  $Fe^{2+}$  ปนอยู่ด้วย ซึ่งสามารถเขียนสูตรได้ดังนี้  $K(AlSi_3O_8)$ ,  $Na(AlSi_3O_8)$  และ  $Ca(Al_2Si_2O_8)$  ที่มีชื่อเรียกว่า Orthoclase, Albite และ Anorthite ตามลำดับ ในธรรมชาติมักเกิดร่วมกันในระบบ Ternary system เมื่อกลุ่มแร่  $K(AlSi_3O_8)$  อยู่ร่วมกับ  $Na(AlSi_3O_8)$  เรียกว่า Alkali feldspar ถ้า  $Na(AlSi_3O_8)$  อยู่ร่วมกับ  $Ca(Al_2Si_2O_8)$  เรียกว่า Plagioclase feldspar มีชื่อย่อยๆ เรียกตามความแตกต่างของอัตราส่วนโมลของ Na/Ca จากมากไปน้อยดังนี้ Albite, Anorthite, Andesite, Labradorite, Bytownite และ Anorthite แร่ feldspar มีปริมาณ cations ต่างกันจึงทำหน้าที่เป็น flux ได้ต่างกัน ปริมาณ Alkalies มากจะหลอมง่ายและทำปฏิกิริยากับสารอื่นๆ ใน body อย่างรวดเร็ว K-feldspar หลอมที่อุณหภูมิสูงกว่า  $1150^\circ C$  ขณะที่ Na-feldspar หลอมต่ำกว่านั้น ปริมาณ  $K_2O/Na_2O$  มีค่าต่ำ (มี Na-feldspar มาก) ก็หลอมได้ที่อุณหภูมิต่ำ



Changes of the original rectangular silhouette of a cylindrical pellet (2 mm × 2 mm) of alkali feldspar visible in the heating microscope with increasing temperature (after Obst, 1964), modified).

### รูปที่ 1 แสดงส่วนประกอบทางเคมีและพฤติกรรมของ feldspar แหล่งต่าง ๆ

ในการใช้งาน K-feldspar หลอมแล้วจะมีความหนืดสูงกว่า Na-feldspar จึงนิยมใช้ K-feldspar ในอุตสาหกรรมเซรามิก โดยผสมทำเป็น body และใช้ Na-feldspar ทำน้ำเคลือบของเซรามิกและใช้ในอุตสาหกรรมแก้ว ถ้าเพิ่มความร้อนให้กับ feldspar เราจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของรูปร่างเกิดขึ้น จากการศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์ชนิดที่เพิ่มความร้อนได้ ทำการเพิ่มความร้อนในอัตรา 10 °K/min จากอุณหภูมิ 20°C ถึง 1700 °C เราสามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงต่างๆเกิดขึ้น เช่น shrinkage, vitrification, softening, fusion และการไหลของ feldspar ที่หลอมจึงมีการกำหนดลักษณะที่เห็นกับชื่อการเปลี่ยนแปลงไว้ดังนี้

Deformation pointsCharacteristics Features

Shrinkage point



จุดสุดท้ายของการคงรูปเดิมของ feldspar ต่อจากนี้ จะเริ่มเปลี่ยนขนาด ได้

Vitrification point



เริ่มกลายเป็น liquid phase และมีขนาดเล็กลงอย่างรวดเร็ว แต่ยังมีรูปร่างเหมือนเดิม

Softening point



มี liquid phase เกิดขึ้นมากมาย มีรูปร่างลักษณะภายนอกเปลี่ยนไป รุมหายไประมาณเริ่มโค้ง

Fusion point



ผิวและขอบหลอมละลาย เปลี่ยนรูปร่างจากเหลี่ยมเป็นมน มีลักษณะ "Drop like shape"

Advanced fusion point



มีความสูงลดลง เพิ่มส่วนกว้างออกไป

Flowing point



ฐานเริ่มแผ่ออกเป็นรูปครึ่งวงกลม

## รูปที่ 2 ลักษณะรูปร่างของการเปลี่ยนแปลงขณะหลอม

การเปลี่ยนแปลงรูปร่างแต่ละขั้นตอนของ feldspar เมื่อได้รับความร้อนแตกต่างกันเนื่องจาก feldspar มี Na,K และ Ca แตกต่างกัน เราสามารถเปรียบเทียบปริมาณ flux ใน feldspar โดยสังเกตลักษณะที่เปลี่ยนไปนี้ ส่วนในประเทศไทยนั้นพบแหล่ง feldspar หลายแห่ง เช่น จังหวัด ตาก อุทัยธานี และราชบุรี

## จุดประสงค์ :

เพื่อให้นักศึกษาสามารถตรวจสอบสภาพการหลอมของ Feldspar และเปรียบเทียบปริมาณ Flux กับลักษณะการหลอม

## การทดลอง :

## 1. อุปกรณ์และสารเคมี

Feldspar

กระบอกตวง ขนาด 100 ml.

เครื่องบด

ตะแกรงร่อน

เครื่องชั่ง

PVA เป็น binder

น้ำกลั่น

บีกเกอร์ขนาด 200 ml.

เครื่องอัด (Hydraulic press)

แบบวงสำหรับอัดขนาดเท่าตัวอย่าง

เตาอบ

วัสดุทนไฟสำหรับรองชั้นตัวอย่าง

เตาเผา

สารเคมีต่าง ๆ

## 2. การบดผสม

นำ feldspar ที่บดแล้ว ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 150 mesh ผสมกับสารเคมีตามตารางข้างล่างนี้

กลุ่ม	ตัวอย่าง	Feldspar	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	CaCO <sub>3</sub>	firing Temp., °C
1	1	100	-	-	-	1250
	2	98	2	-	-	
	3	95	5	-	-	
	4	90	10	-	-	
2	1	100	-	-	-	1250
	2	98	-	2	-	
	3	95	-	5	-	
	4	90	-	10	-	
3	1	100	-	-	-	1250
	2	98	-	-	2	
	3	95	-	-	5	
	4	90	-	-	10	
4	1	100	-	-	-	1250
	2	98	-	1	1	
	3	95	-	2.5	2.5	
	4	90	-	5.0	5.0	
5	1	100	-	-	-	1250
	2	98	1	1	-	
	3	95	2.5	2.5	-	
	4	90	5.0	5.0	-	
6	1	100	-	-	-	1250
	2	98	1	-	1	
	3	95	2.5	-	2.5	
	4	90	5.0	-	5.0	

## 3. การอัดขึ้นตัวอย่าง

ซึ่งส่วนผสมอย่างละ 10 กรัม ใส่ในกระเจกนาฬิกา ผสม binder (เข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก) เพื่อช่วยให้สารเกาะติดกัน คลุกเคล้าให้เข้ากันแล้วเทลงในแบบอัด เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1.3 ซม. อัดให้เป็นชิ้นตัวอย่างรูปทรงกระบอกสูง 1.3 ซม.

## 4. การเผาขึ้นตัวอย่าง

อบขึ้นตัวอย่างให้แห้ง แล้วจัดวางบนแผ่นรองทนไฟให้แต่ละชิ้นอยู่ห่างกันประมาณ 3 ซม. นำเข้าเตาเผาให้ความร้อนเพิ่มด้วยอัตรา 10°C/min จนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ แล้วปิดเตา นำชิ้นตัวอย่างออกจากเตาเมื่อเตาเย็น

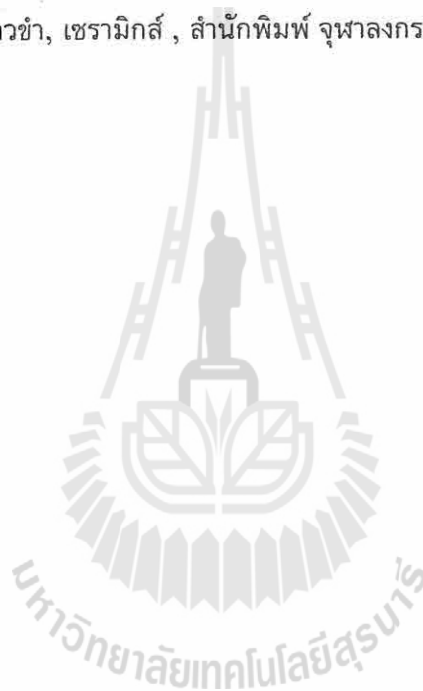


## 5. การตรวจแท่งตัวอย่างหลังเผา

ศึกษาลักษณะของแต่ละตัวอย่าง รายงานขั้นตอนของลักษณะที่ปรากฏ ว่าอยู่ในสถานภาพใด รายงานผลการทดลอง เปรียบเทียบอิทธิพลการเติม Fluxing agent ลงใน Feldspar ธรรมชาติ ที่ผ่านการเผาตามอุณหภูมิที่ระบุ โดยพล็อตกราฟระหว่าง  $h/w$  กับปริมาณ Fluxing agent เมื่อ  $h$  คือความสูงของชิ้นตัวอย่าง และ  $w$  คือเส้นผ่าศูนย์กลางของแท่งตัวอย่าง

### เอกสารอ้างอิง :

1. J. Konta, "Properties of Ceramic Raw Materials", in Ceramic Monographs-Handbook of Ceramics, Verlag Schmid GmbH Freiburg I., Brg. 1981.
2. W.O. Williamson, "Feldspathic or Feldsparthoidal Fluxes and Their Beneficiation", in Ceramic Monographs-Handbook of Ceramics, Verlag Schmid GmbH Freiburg I, Brg., 1980.
3. ปรีดา พิมพ์ขาวชา, เซรามิกส์ , สำนักพิมพ์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย , 2535.



## วิชา 506 203 CERAMIC RAW MATERIALS LABORATORY

### การทดลองที่ 6

### DENSITY MEASUREMENT

#### บทนำ

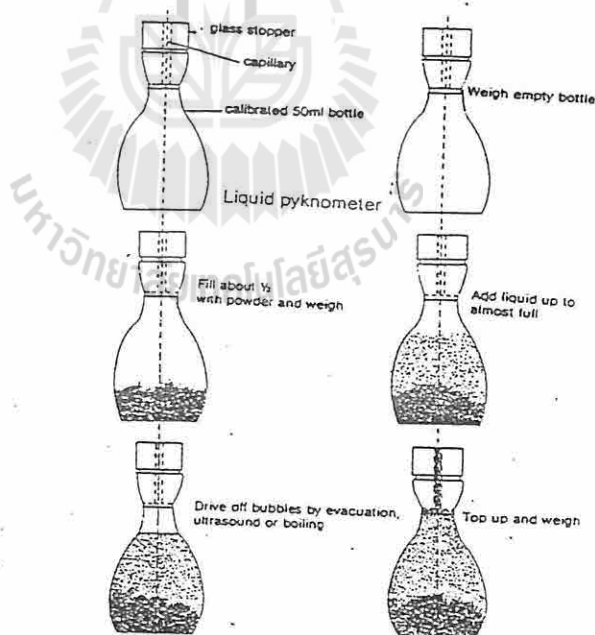
Particle density คือ น้ำหนักของ particle ต่อปริมาตร การวัด particle density ที่แท้จริงของอนุภาค เรียกว่า True density วัดเมื่อไม่นับปริมาตรของ open pores และ close pores เป็นความหนาแน่นของ Solid material ที่ประกอบด้วยอนุภาคของสารนั้นและเป็นค่าที่ใช้ในหนังสืออ้างอิงทางฟิลิกส์และเคมี

#### วิธีวัดค่า True density

ทำการ วัดโดยการแทนที่น้ำ เรียกว่า pycnometer method การวัดโดยการแทนที่น้ำนี้อาจใช้แก๊สแทนได้ โดยทั่วไปการวัดจะมี 2 วิธี

#### วิธีที่ 1. ชนิด liquid pycnometry

วิธีนี้มีมาตรฐานการวัด เช่น British Standard B S 4550 , Methods for Testing Cement Part 3.2 1978 Density Test ใช้ขวด pycnometer ขนาดไม่เกิน 50 ml. สำหรับผงวัสดุชนิดละเอียด และใช้ขวดขนาดใหญ่ ขนาด 1,000 ml. สำหรับวัสดุชนิดหยาบกว่า 2 mm.



รูปที่ 1 ขั้นตอนการวัดความหนาแน่นด้วย liquid pycnometry

การวัดมีขั้นตอนดังภาพที่แสดง โดยการชั่งขวด pycnometer เปล่า แล้วเอาน้ำกลั่นบรรจุลงขวด ซึ่งขวดรวมกับน้ำกลั่นต่อมาทำขวดให้แห้ง นำตัวอย่างที่ต้องการหาความหนาแน่นบรรจุลงใน pycnometer ประมาณ 1 ใน 3 ของปริมาตรขวด แล้วชั่งน้ำหนักรวมกับขวด จากนั้นเติมน้ำจนเกือบเต็มขวด ทำการไล่ฟองอากาศออกโดยวิธี evacuation หรือใช้ ultrasound หรือโดยการต้มวิธีใดวิธีหนึ่ง เมื่อไล่ฟองอากาศและปล่อยให้ขวด pycnometer เย็นลงแล้วเติมน้ำจนเต็ม แล้วชั่งน้ำหนักรวม

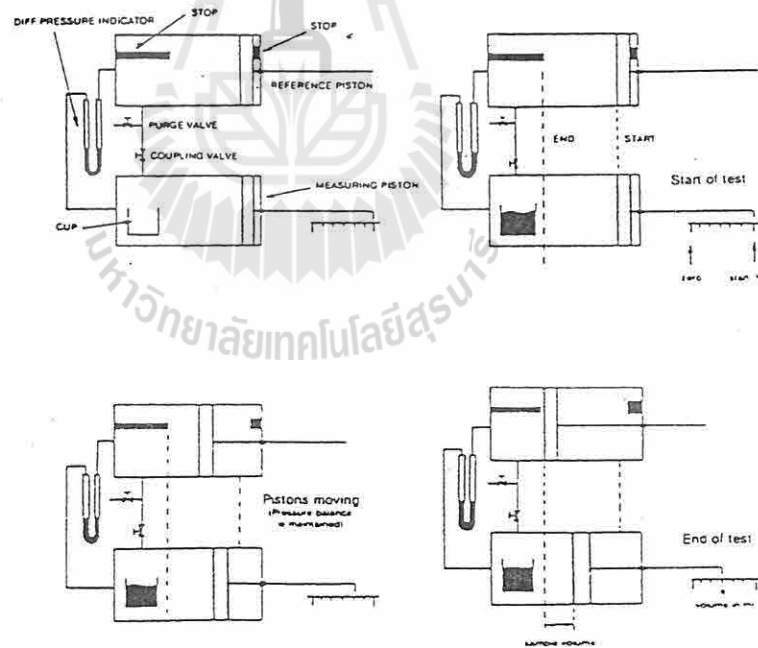
จากข้อมูลที่ได้นี้ เราสามารถคำนวณหาความหนาแน่นของผงตัวอย่างได้จากน้ำหนักของผงแห้งต่อปริมาตรของผงแห้งซึ่งคำนวณได้จากผลต่างของปริมาตรของน้ำเต็มขวด และปริมาตรของน้ำที่เต็มลงไปในผงดินจนเต็มขวด

ในกรณีที่สารที่ต้องการหาปริมาตรความหนาแน่นละลายในน้ำ การเลือกใช้น้ำไม่เหมาะสม อาจใช้ liquid อื่น ๆ แทนน้ำได้

#### วิธีที่ 2. ชนิด Air pycnometer

วิธีนี้ทำโดยการเอาอากาศหรือแก๊สแทนการใช้น้ำ ตัวอย่างที่กล่าวนี้เป็นเครื่องมือของ Beckman Model 930 air comparison pycnometer ซึ่งเครื่องมืออื่น ๆ ก็ มีหลักการคล้าย ๆ กัน

Air pycnometer ประกอบด้วยกระบอกสูบ พร้อมทั้งลูกสูบ (pistons) 2 ชุด ดังภาพที่แสดงนี้ ชุดหนึ่งเป็น reference และปล่อยให้ว่างเปล่า อีกชุดหนึ่งมีที่สำหรับสอดถ้วยและผงตัวอย่างเข้าไปได้ เมื่อใส่ตัวอย่างลงไป ตัวอย่างจะเข้าแทนที่แก๊สหรืออากาศที่บรรจุอยู่ในกระบอกสูบ สามารถหาปริมาตรแก๊สถูกแทนที่โดยการปรับระยะที่ต้องเลื่อนของลูกสูบทั้ง 2 นั้น เราสามารถอ่านปริมาตรของผงละเอียดได้โดยตรง



รูปที่ 2 แสดงขั้นตอนการใช้ Air pycnometer

ในการปฏิบัติการเราจะศึกษาการหาความหนาแน่นของผงดินโดยวิธี liquid pycnometer

### จุดประสงค์

เพื่อนักศึกษาเข้าใจและสามารถทำการวัดค่าความหนาแน่นของผงเซรามิกต่าง ๆ ได้โดยวิธีแทนที่น้ำ

### วัสดุและอุปกรณ์

ดินที่ล้างเก็บไว้จาก Experiment II ขวด pycnometer hot plate หรือ ultrasonic bath เครื่องชั่ง น้ำกลั่น  
ช้อน

### วิธีการทดลอง

1. เตรียมดินและขวด pycnometer

นำดินที่เก็บไว้มาบดให้ละเอียดผ่านตะแกรงเบอร์ 150 mesh แล้วเข้าอบให้แห้ง พร้อมทั้งอบขวด pycnometer จนทั้ง 2 ชนิดมีน้ำหนักคงที่ จึงเก็บเข้า desiccator

2. ชั่งขวด pycnometer ด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง 2 ครั้ง หาค่าเฉลี่ย เป็นน้ำหนักขวดเปล่า  $W_1$

3. บรรจุผงดินลงในขวดประมาณ 1/3 ของปริมาตรขวด บันทึกน้ำหนัก 2 ครั้ง หาค่าเฉลี่ยเป็นค่า  $W_2$

4. เหน้ก้านลงในขวดที่มีตัวอย่างดิน จนระดับน้ำอยู่ที่ปริมาณ 4/5 ของปริมาตรขวด ทำการไล่อากาศออกให้หมดโดยการนำไปต้มใน Water bath หรือใช้ ultrasonic bath เป็นเวลา 1 ชม. เมื่อ pycnometer เย็น เติมน้ำกลั่นให้เต็มขวด ปิดขวดด้วย stopper รักษาระดับน้ำใน stopper ให้เต็มพอดี เช็ดรอบ ๆ ขวดให้แห้งนำไปชั่งน้ำหนัก 2 ครั้งเพื่อหาค่าเฉลี่ย ค่าที่ได้คือ  $W_3$

5. นำ pycnometer ไปล้างให้สะอาด อบให้แห้งแล้วเติมน้ำกลั่นจนเต็ม ค่อย ๆ ปิดด้วย stopper รักษาระดับน้ำให้เต็มพอดีชั่งน้ำหนัก 2 ครั้ง หาค่าเฉลี่ย เป็นค่า  $W_4$

### การคำนวณ

$$\text{ความหนาแน่น, } \rho = \frac{\text{น้ำหนักของผงดิน}}{\text{ปริมาตรของผงดิน}}$$

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{(W_4 - W_1) - (W_3 - W_2)}$$

### รายงานผล

รายงานผลการวัดความหนาแน่นจากการทำการทดลอง 2 ครั้ง และหาค่าเฉลี่ย

### เอกสารอ้างอิง

1. Svarovsky, L. Powder Testing Guide : Methods of Measuring the Physical Properties of Bulk Powders, Elsevier Applied Science, London and New York.

## วิชา 506-203 CERAMIC RAW MATERIAL LABORATORY

## การทดลองที่ 7

## METHYLENE BLUE ADSORPTION

## บทนำ

ขนาดของอนุภาคของเนื้อสารของแข็งต่าง ๆ ของวัตถุดิบเซรามิกที่ใช้ผสมในน้ำเนื้อดินปั้นมีขนาดระหว่าง 5000-0.001 ไมครอน ขนาดของอนุภาคดินมีผลต่อคุณสมบัติต่าง ๆ เช่น MOR, Slip Viscosity ฯลฯ การควบคุมขนาดของอนุภาคดินจะช่วยให้เราควบคุมขั้นตอนการผลิตใน production line ได้ดีขึ้น

เราสามารถหา particle size distribution ของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า 100 ไมครอน ได้ด้วย ทรายกรองธรรมดา สำหรับอนุภาคที่มีขนาด 100-0.2 ไมครอน นั้นก็สามารถหาใช้วิธี Hydrometer method แต่สำหรับอนุภาคที่มีขนาดในช่วง colloid คือ 0.2-0.001 ไมครอน ต้องใช้วิธีทางเคมีซึ่งยุ่งยากเช่น nitrogen adsorption หรือ water vapor adsorption อย่างไรก็ตามนักวิทยาศาสตร์หลายท่าน (P.T.Hang, G.W.Brindley<sup>1</sup>, G.W.Phelps, D.L.Harris<sup>2</sup>, M.F.Navins และ D.J.Weinritt<sup>3</sup>) ได้พบวิธีหาปริมาณของอนุภาคดินที่อยู่ในช่วง colloid โดยวิธี Methylene Blue Adsorption Technique (MBAT) ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายและสะดวกสามารถนำไปใช้ในเชิงอุตสาหกรรมได้ ค่า Specific surface ของดินที่วัดได้โดยวิธีนี้มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่วัดได้โดยวิธี nitrogen adsorption

## หลักการ

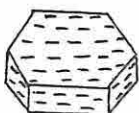
1/อนุภาคของดินโดยทั่วไปเมื่อกระจายตัวอยู่ในน้ำจะมีคุณสมบัติเป็นอนุمولลบจึงสามารถดูดซับอนุمولบวกของ methylene blue ( $C_{16}H_{18}N_9SCl_3 \cdot 3H_2O$ ) ได้

ดินที่มีอนุภาคที่มี colloid มาก เช่นดินเหนียว (ball clay) จะมี specific surface area สูงจึงสามารถดูดซับ methylene blue ได้มากกว่าดินที่มีอนุภาค colloid น้อย เช่นดินขาว

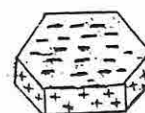
2/F.A.Faruqi, S.Okuda, W.O.William<sup>4</sup>, M.M.Kanonova<sup>5</sup> และ C.Steelink<sup>6</sup> พบว่า Organic impurity โดยเฉพาะพวกที่มี Molecular weight สูง ๆ และประกอบด้วยหมู่ carboxyl, phenolic hydroxyl สามารถแตกตัวออกมาเป็นอนุمولบวก และลบได้ดีเมื่ออยู่ในสภาวะเป็นด่างหรือเมื่อมี alkaline cation อยู่มาก ดังสมการ 1 และ 2



อนุمولที่แตกออกมาเหล่านี้จะไปเกาะที่ผิวหน้าของอนุภาคดิน form เป็น Protective Colloid ที่ด้านขอบของอนุภาคดินดังแสดงในภาพที่ 1



ในสภาพเป็นต่าง



ในสภาพเป็นกรด

ภาพที่ 1 ในสภาพเป็นต่าง  $\text{RCOO}^-$ ,  $\text{R}^-$  form protective layer เกาะที่ผิวอนุภาคดิน แต่ในสภาพกรดจะไม่ from protective layer (ภาพจาก Lecture ดร.จาคินี มทส. ภาค 2/40)

ทำให้เมื่อนำน้ำดินที่มี Organic Impurity ที่มี pH เป็นต่างมาทำการทดสอบการดูดซับ Methylene Blue Adsorption จะได้ค่า Methylene Blue Index (MBI) สูงกว่าความเป็นจริงมาก

ดังนั้นในการวิเคราะห์วิธีนี้ เราจะต้องควบคุม pH ของสารละลายน้ำดินให้อยู่ช่วง 3-4

### วิธีการ

วิธีการ MBAT ทำโดยการ titrate น้ำดินที่ถูกทำให้มี pH 3-4 กับ Methylene blue เมื่อดินดูดซับ Methylene blue จนถึงจุดอิ่มตัวไม่สามารถดูดซับได้อีกต่อไป ถ้าเราหยดน้ำดินที่ titrate กับ Methylene blue ลงบนกระดาษกรอง Methylene blue ที่เหลือจะเกิดการแพร่กระจายบนกระดาษกรองเป็นสีฟ้าอมเขียว มีลักษณะเป็นวงรอบ ๆ จุดเรียก halo เรียกจุดที่ผิวหน้าของดินถูกปกคลุมด้วย Methylene blue อิ่มตัวนี้ว่า optimum flocculation

P.T.Hang และ G.W.Brindley<sup>1</sup> พบว่าเราสามารถคำนวณ specific surface ของดิน 1 กรัม ได้จากสูตร

$$\text{Specific surface m}^2/\text{g} = M \times A \times 6.02 \times 0.01$$

เมื่อ M = คือค่า Methylene blue Index (MBI) มีค่าเท่ากับ milliequivalent of methylene blue ที่ถูกดูดซับ จนถึงจุด optimum flocculation

A = พื้นที่ผิวของ methylene blue cation ซึ่ง M.Kalousek, R.Blanhnik, M.J.Los และ C.K.Tompkins<sup>7a-b</sup> ทดลองแล้วกำหนดให้ว่า = 129.2 square Armstrong

อย่างไรก็ตามวิธี MBAT มีรายงานผลการทดลองในรูปค่า MBI (methylene blue index) คือค่า milliequivalent ของ Methylene blue ที่ต้องใช้ต่อดิน 100 gm ในการ titrate ให้ถึงจุด optimum flocculation

ตัวอย่าง การคำนวณค่า MBI

ใช้ดินขาวระนอง 5 กรัม ทดสอบ titrate กับสารละลาย methylene blue ที่มีความเข้มข้นของ methylene blue 0.01 normal = 0.01 milliequivalent/cc พบว่า ใช้สารละลาย MB ในการ titrate จนถึงจุด end point 19 cc จึงคำนวณ ค่า MBI

วิธีทำ

ดินขาว 5 กรัม ใช้ MB solution	19	cc
เพราะฉะนั้น ดิน 100 กรัม ใช้ MB solution	$100 \times 19 / 5$	cc
สารละลาย MB 1 cc มี MB	0.01	milliequivalent
สารละลาย $100 \times 19 / 5$ cc มี MB	$100 \times 19 / 5 \times 0.01$	milliequivalent
$\therefore$ MBI	3.8	

## จุดประสงค์

เพื่อให้ นักศึกษารู้จักหาค่า MBI และ Specific surface ของดินโดยวิธี Methylene blue adsorption technique

## อุปกรณ์ทดลอง

- 1/ ครอบดินสำหรับดินที่จับตัวกันแน่นเป็นก้อน
- 2/ เต้าอบไฟฟ้าสำหรับไล่ free water ออกจากดิน
- 3/ ภาชนะใส่ดินเข้าอบอาจจะใช้ ถาด อลูมิเนียมใส่ขนมหม้อแกงขนาด 0.5 x 5 x 5 นิ้ว
- 4/ ตระแกรง 20 mesh หรือมุ้งลวดแทนก็ได้
- 5/ aluminium foil สำหรับใส่ดินที่ร้อนแล้วก่อนนำไปอบครั้งสุดท้าย
- 6/ desiccator สำหรับใส่ดินที่อบขึ้นสุดท้ายแล้วหิวไว้ให้เย็นก่อนนำไปเผา
- 7/ spatula ยาวประมาณ 3 นิ้ว สำหรับตักดินไปชั่ง
- 8/ เครื่องชั่งที่มีความแม่นยำ 0.001 กรัม
- 9/ Magnetic Stirrer ที่สามารถปั่นแรงๆ ได้ถ้าไม่มีใช้เครื่องปั่นผสมน้ำผลไม้ได้
- 10/ Beaker ขนาด 200 cc สำหรับถ่ายเท สารละลาย MB และใช้รองกระเจกนาฬิกา
- 11/ ขวดใส่สารละลาย HCl หรือ  $H_2SO_4$  ความเข้มข้น 1-2 normal ขนาด 100 cc
- 12/ เหมือน 11 แต่ไว้ใช้กับสารละลาย Methylene Blue แต่ขวดต้องเป็นสีชาหรือทึบแสง
- 13/ beaker แก้วใสแบบธรรมดาไม่ทนความร้อนขนาด 600 cc สำหรับใส่น้ำดิน  
ในการ titrate พร้อมกระเจกนาฬิกาสำหรับเป็นฝาปิดขณะปั่นผสม
- 14/ ครอบกวดฉีดน้ำแบบพลาสติกบีบได้สำหรับใช้ฉีดเอาดินลงในบีกเกอร์
- 15/ pH meter หรือกระดาษวัด pH ใช้วัดเพื่อปรับค่า pH ของน้ำดิน
- 16/ ขวดรูปชมพูสำหรับผสมสารละลาย
- 17/ กระดาษกรอง ชนิด harden (Baroid เบอร์ 987 หรือเทียบเท่า)
- 18/ pipette หรือ Dropper หรือแท่งแก้วคน สำหรับจุ่มสารละลายน้ำดินที่กำลัง titrate มาเช็คจุดอิ่มตัว

## สารเคมีที่ต้องใช้

- 1/ น้ำกลั่นหรือ deionized water สำหรับผสมกับดินในการ titrate
- 2/ สารละลายกรดความเข้มข้น 1-2 normal เตรียมโดยการละลาย HCl หรือ  $H_2SO_4$  ลงใน deionized water จนมีความเข้มข้น 1-2 normal
- 3/ Methylene blue solution ความเข้มข้น 0.01 normal เตรียมโดยการละลาย Methylene blue chloride ( $C_{16}H_{18}N_3S_2Cl \cdot 3H_2O$ ) 1.87 gm ลงใน deionized water 500 cc  
(ดูตัวอย่างการคำนวณและการเตรียมสารละลายทั้ง 3 ตัวใน Appendices)

## ขั้นตอนการทดลอง

- 1/ เมื่อได้รับดินถ้าดินเป็นก้อนให้บดหรือตัดก้อนดินบนแผ่นพลาสติกกรอง ถ้าดินยึดหยุ่นตัวสูงให้ตากแดดให้แห้งก่อนแล้วบดในครก
- 2/ อบดินที่ได้จาก 1 ในถาดอลูมิเนียมที่จัดให้ไว้ในเต้าอบแห้งอุณหภูมิ 70-80 c หรือไม่กี่วางไว้ใต้หลอด spot light เป็นเวลานานพอจนรู้สึกว่ามันจะร้อนผ่านตระแกรงเบอร์ 20 ได้

3/บดดินที่ได้จาก 2 ให้ละเอียดพอที่จะร่อนผ่านตระแกรงเบอร์ 20 ได้ แล้วนำไปร่อนผ่านตระแกรง

4/แบ่งดินที่ได้จาก 3 มาโดยวิธีตักกองเหมือนแบ่งขนมเค้ก เพื่อที่จะได้ดินที่มีขนาดเฉลี่ยเป็นตัวอย่างที่ดีของกลุ่มได้

แล้วนำดินมาใส่ลงบนแผ่น อลูมิเนียม foil เคลือบให้กระจายตัวแล้วนำไปอบที่ 110c อย่างน้อย 45 นาที จากนั้นนำมาทิ้งไว้ให้เย็นใน desiccator

5/ชั่งดินที่ได้จาก 4 ตัว เครื่องชั่งที่มีความผิดพลาดไม่เกิน 0.001 g ดังนี้

กลุ่มที่ 1,2 ใช้ดินขาว 5 กรัม

กลุ่มที่ 3,4 ใช้ดินเหนียว 2 กรัม

กลุ่มที่ 5, 6 ใช้ montmorillonite 0.5 g

6/ผสมดินตามข้อ 5 กับ deionized water 300 cc โดยเครื่องปั่นผสมตามระยะเวลาปั่นผสมดังนี้

1/ดินขาว 30 วินาที

2/ดินเหนียว 5 นาที

3/ดิน montmorillonite 15 นาที

เทน้ำดินลงใน beaker 600 cc น้ำดินที่เหลือติดเครื่องปั่นให้ใช้กระบอกฉีดน้ำที่บรรจุ deionize water ฉีดลงมาให้หมด

7/ปรับ pH น้ำดินจาก ข้อ 6 ให้มีค่าระหว่าง 3-4 ด้วยสารละลายกรดที่เตรียมให้จะต้องคอยกวนผสมน้ำดินอยู่ตลอดเวลาการปรับ pH

8/หยดสารละลาย MB ความเข้มข้น 0.01 N ที่เตรียมให้ครั้งละ 1 ml กวนให้เข้าเนื้อกันอย่างน้อย 1-2 นาที ก่อนหยด MB ครั้งต่อไป

9/ใช้ pipette ตูดสารละลายมาหยดลงบนกระดาษกรองที่เตรียมให้ 1 หยด ทุก ๆ ครั้งที่เติมสารละลาย MB ลงไป 1 cc หากไม่มี pipette ให้ใช้แท่งแก้วคนจุ่มสารละลายไปหยดลงบนกระดาษกรองแทน ช่วงแรก ๆ ขณะยังไม่ถึงจุด end point สี MB จะยังไม่ซึมเข้าไปในกระดาษกรอง จนกระทั่งถึงจุด end point MB ส่วนเกินที่ไม่ถูกดินดูดซับจะซึมออกมาติดเนื้อกระดาษกรองเป็นสีฟ้ามเขียว ถ้าเราพลิกกระดาษกลับหลังมาดูจะเห็นลักษณะ halo

10/เพื่อให้มั่นใจว่าถึงจุด end point จริง ให้กวนผสมน้ำดินต่อไปอีก 2 นาที แล้วหยดน้ำดินลงบนกระดาษกรองอีกครั้ง ถ้าคราวนี้ไม่มีลักษณะ halo ให้ titrate ต่อไปอีกจนถึงจุด end point

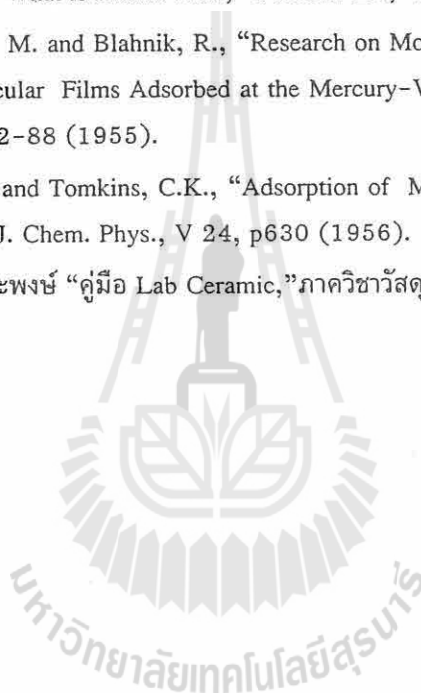
### การคำนวณและรายงาน

ให้คำนวณค่า MBI และ specific surface area ของดินที่ได้รับมอบตามวิธีการและสูตรการคำนวณที่ให้ไว้ อนึ่งค่าที่ได้จากการทดลองนี้ไม่ใช่ค่า cation exchange capacity ของดินเพราะขนาด ion ของ MB มีขนาดใหญ่เกินกว่าที่จะใช้ test cation exchange capacity ได้



## Reference

- 1) Hang, P.T. and Brindley, G.W., "Methylene Blue Adsorption by Clay Minerals. Determination of Surface Areas and Cation Exchange Capacities (Clay-Organic Studies XVIII)," *Clay and Clay Min.* V. 18 pp 203-12 (1970).
- 2) Phelps, G.W. and Harris, D.L., "Specific Surface and Dry Strength by Methylene Blue Adsorption," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, V. 47, pp 1146-50 (1967).
- 3) Navins, M.J. and Weintritt, D.J., "Determination of Cation Exchange Capacity by Methylene Blue Adsorption," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, V. 47, pp 210-217(1967).
- 4) Faruqi, F.A., Okuda, S. and Williamson, W.O., "Chemisorption of Methylene Blue by Kaolinite," *Clay Min.*, V.7, pp 19-31 (1967).
- 5) Kanonova, M.M., "Soil Organic Matter," 1<sup>st</sup> Ed., Pergamon Press, New York, 1961. Ch.2.
- 6) Steelink, C., "What is Humic Acid," *J Chem. Ed.*, V. 40, pp 379-384 (1963).
- 7) (a) Kalousek, M. and Blahnik, R., "Research on Monomolecular films. III . Apparatus for the Study of Monomolecular Films Adsorbed at the Mercury-Water Interface," *Coll. Czech. Chem. Commun.*, V. 20, pp 782-88 (1955).  
(b) Los, J.M. and Tomkins, C.K., "Adsorption of Methylene Blue on a Positively Charged Mercury Surface," *J. Chem. Phys.*, V 24, p630 (1956).
- 8) รศ.दनัย อารยะพงษ์ "คู่มือ Lab Ceramic," ภาควิชาวัสดุศาสตร์, คณะวิทยาศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2524.



## วิชา 506-203 CERAMIC RAW MATERIAL LABORATORY

### การทดลองที่ 8

### REFRACTORY RAW MATERIALS

#### วัตถุประสงค์

เพื่อให้นักศึกษาทำความรู้จักและคุ้นเคยกับวัตถุดิบหลัก ๆ ที่ใช้ในการผลิตวัสดุทนไฟ และสามารถแยกแยะความแตกต่างขั้นต้นได้

#### การทดลอง

ดูลักษณะและข้อแตกต่างโดยทั่วไปของวัตถุดิบต่อไปนี้

วิธีการดู : ดูทั่วไปด้วยตา ดูด้วย Stereo-Microscope ลองผสมน้ำดูความเหนียว/การแข็งตัว ฯลฯ

#### Raw Materials for Fireclay

##### Refractories

I.ก. Refractory Clay

I.ข. Chamotte (Calcined Clay Aggregate)

#### Raw Materials for High

##### Alumina Refractories

II. ก. Bauxite

II. ข. Calcined Alumina

II. ค. แร่ Andalusite

#### III. Raw Materials for Basic Refractories

III.ก. Calcined Natural Magnesite

III. ข. Sea Water Magnesia Clinker

#### IV. Special Raw Materials

IV.ก. Silicon Carbide

IV.ข. Spray Dry Granules (ส่วนผสมวัตถุดิบซึ่งเตรียมเป็นเม็ดโดยเครื่อง SPRAY DRY)

การเขียนรายงาน :

วัตถุประสงค์ของรายงาน เพื่อให้ นักศึกษารู้จักสิ่งที่แตกต่างกันในวัตถุบชนิดต่าง ๆ ถ้าพบเห็นวัตถุบเหล่านี้ ในโรงงานวัสดุทนไฟโดยไม่ทราบว่าเป็นวัสดุใด

ฉะนั้นในรายงานควรบอกถึงข้อแตกต่างของวัตถุบแต่ละชนิดเท่าที่สังเกตเห็นโดยละเอียด เช่น สี รูปร่าง ลักษณะ Plasticity น้ำหนัก ความอ่อนแข็ง ฯลฯ รวมถึงค้นคว้าจากตำราและบทความด้วยว่า วัตถุบแต่ละชนิดมีข้อแตกต่าง ที่สำคัญอย่างไร และจะทดสอบได้ด้วยวิธีใด ถ้านักศึกษาสามารถออกแบบตารางเพื่อดูความแตกต่างขั้นต้นของวัตถุบแต่ละชนิดได้ง่าย ๆ ก็จะเป็นประโยชน์ต่อนักศึกษาเองต่อไปในอนาคต

วิธีการใช้กล้อง Stereomicroscope (ดูรูปประกอบ)

1. ปรับระยะห่างระหว่างเลนส์ทั้ง 2 (7) ให้เหมาะสมกับระยะห่างระหว่างตาของผู้ใช้
2. ปรับเครื่องหมาย "0" ที่เลนส์ตาด้านที่ไม่มีกากบาทใ้ที่จุดขาว (2) และปรับเครื่องหมาย "0" ที่เลนส์ตาด้านที่มีกากบาทใ้ที่จุดแดง (3)
3. วาง sample เข้าที่
4. ตั้งกำลังขยายเลนส์ objective (5) สูงสุด แล้วปรับ zoom (6) ให้ได้ภาพคมชัดที่สุด
5. ตั้งกำลังขยายเลนส์ objective (5) ต่ำสุด แล้วปรับ zoom (6) ให้ได้ภาพคมชัดที่สุด [ถ้าจำเป็นให้ปรับ focus ที่เลนส์ตาดีกที่ (ทำ error correction)]
6. ขยับ sample ไปทางซ้าย-ขวา เพื่อดูรายละเอียดในตัวอย่าง

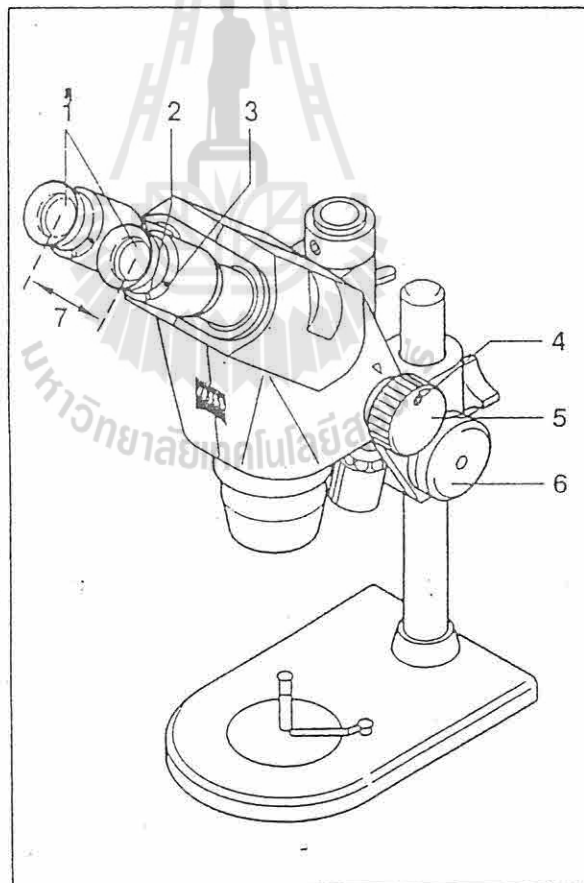
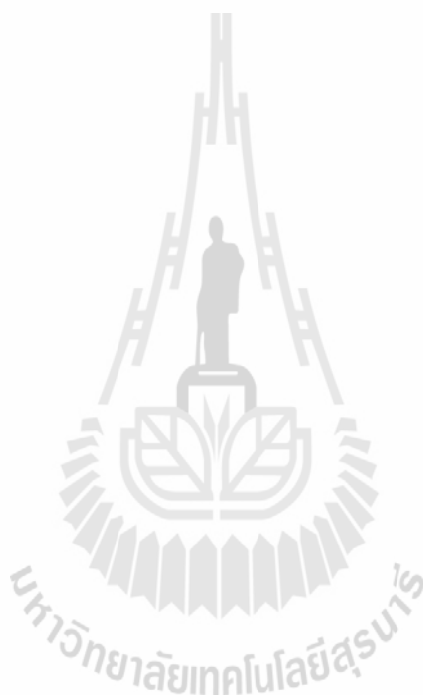


Figure 2-4 Adjusting the Steml 2000-C

### วิธีการบำรุงรักษากล้อง microscope

1. เมื่อเลิกใช้ให้คลุมด้วยผ้าคลุมกันฝุ่น
2. อย่าเก็บกล้องไว้ในห้องที่มีความชื้นมาก ๆ เพราะเลนส์ด้านในจะเป็นรา
3. ปิดฝาช่องเปิดทุกช่องด้วยฝาปิด dust cap ที่บริษัทผู้ผลิตกล้องให้มา
4. ถ้ามีฝุ่นติดที่ optical surface ให้กำจัดด้วยลูกยางเป่าฝุ่นหรือแปรงพิเศษ ทำความสะอาดแปลงนี้ด้วยแอลกอฮอล์แล้วปล่อยให้แห้ง แต่ถ้ามีรอยนิ้วมือหรือเศษสกปรกที่ลูกยางหรือแปลงให้ใช้ผ้านุ่ม ๆ ที่สะอาดและไม่มีขนมาเช็ด (ควรเป็นผ้าที่ขายเพื่อใช้ทำความสะอาดเลนส์โดยเฉพาะ) ถ้าจำเป็นจริง ๆ ให้เอาผ้าชุบ petroleum ether เช็ดได้ แต่อย่าชุบ alcohol
5. เมื่อเลิกใช้ให้เก็บกล้องพร้อมทั้งอุปกรณ์ประกอบไว้ในที่แห้ง มีแสงส่องถึง อากาศถ่ายเทได้ ไม่มีฝุ่น ถ้าต้องเก็บนาน ๆ ควรมีเม็ดดูดความชื้นที่ซุกยามาเชื้อราอยู่ใกล้ ๆ





## ตอนที่ 2

## การเขียนรายงานการทดลอง (Lab Report Writing)

วิศวกรและนักวิทยาศาสตร์ ที่จะประสบความสำเร็จในการทำงานต้องมีความสามารถในการสื่อสารได้ดี (good communication) การสื่อสารทั่วไปต้องทำได้หลายวิธีเช่น สื่อสารโดยการพูด (verbal หรือ oral) และสื่อสารโดยการเขียนรายงาน (Report writing)

การเรียนวิชาปฏิบัติการ (Laboratory) ระดับมหาวิทยาลัย นอกจากจะได้เรียนรู้เทคโนโลยีในสาขาวิชาที่เรียนแล้ว นักศึกษายังจะได้รับการฝึกฝนความสามารถในการเขียนรายงาน (Report writing) และการเขียนรายงานการทดลอง (Lab report writing) ของนักศึกษาเอง จึงสมควรอย่างยิ่งที่นักศึกษาได้ให้ความสนใจในการเขียนรายงานการทดลอง เพื่อจะได้จบออกมาเป็นวิศวกร หรือนักวิทยาศาสตร์ที่ประสบความสำเร็จในอนาคตต่อไป

รายงานทางวิทยาศาสตร์ที่ดีจะทำให้ผู้อ่านคล้อยตามและเข้าใจสิ่งที่ผู้เขียนต้องการถ่ายทอดให้ได้อย่างรวดเร็ว จึงสมควรอย่างยิ่งที่จะต้องใช้ความวิริยะ อุตสาหะ ในการเขียนรายงาน เพราะการเขียนรายงานที่ไม่ดีจะทำให้ผู้อ่าน อ่าน แล้วไม่รู้เรื่อง แล้วยังทำให้ผู้อ่านเกิดความรู้สึกไม่ติดต่อกับผู้เขียนอีกด้วย

โครงร่างรายงานที่จะกล่าวต่อไปนี้ใช้เป็นแนวทางในการเขียนรายงานการทดลอง (Lab report) นักศึกษาจะต้องศึกษาและทำความเข้าใจอย่างดีเพื่อจะได้เขียน Lab report ให้ถูกต้องตามแนวทางนี้

คณาจารย์สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก:  
สำนักวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี  
กันยายน 2542



## โครงร่างของรายงานการทดลอง (Outline for Lab Report)

รายงานการทดลองประกอบด้วยส่วนประกอบทั้งหมด 7 ส่วนคือ

1. ปกรายงาน (Title page)
2. บทคัดย่อ (Abstract)
3. สารบัญ (Table of contents)
4. คำนำ (Introduction)
5. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง (Equipment & Procedure)
6. ผลการทดลอง (Result) และบทวิเคราะห์ (Discussion)
7. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ (Conclusions and Recommendation)
8. เอกสารอ้างอิง (Reference)
9. ภาคผนวก (Appendices)

ส่วนที่ 3-6 นี้รวมกันเป็นส่วนหลักของรายงาน(Main Body)

ในแต่ละส่วนมีรายละเอียดดังนี้

1. ปกรายงาน (Title Page) ควรมียละเอียดของสถานศึกษา, ลำดับที่ของการทดลอง, รหัสวิชา, วันที่ทดลอง, หัวข้อเรื่องที่ทดลอง (Title) , บทคัดย่อ (Abstract), กลุ่มนักศึกษาที่ทดลอง, ชื่อและเลขประจำตัวนักศึกษา ผู้เขียนรายงานการทดลองและสมาชิกในกลุ่ม, วันส่งรายงานทดลองและชื่ออาจารย์ผู้สอนการทดลอง (ตามตัวอย่างในหน้าที่ 4)

ปกรายงานให้ใช้กระดาษสีพื้นอ่อน ๆ เช่น ขาว หรือ เขียวอ่อน เหลืองอ่อน ฯลฯ ไม่จำเป็นต้องใช้ปกแข็ง (เปลืองเงิน) ใช้กระดาษสีขาว A4 ธรรมดาก็ได้

2. บทคัดย่อ (Abstract) เป็นส่วนที่พูดถึงการทดลองอย่างย่อที่สุดเพื่อให้ผู้อ่านที่ไม่มีเวลาอ่านในรายละเอียดทั้งหมดของรายงาน ได้อ่านในส่วนนี้แล้วจะได้ทราบได้ว่า การทดลองนี้ 1)ทดลองอะไร, 2)ทดลองอย่างไร, 3)ได้ผลอย่างไร และ4)สรุปว่าอะไร จะต้องมีความยาวประมาณ 10-15 บรรทัด ไม่เกินครึ่งหน้ากระดาษพอดี ทั้งให้บรรจุในตอนกลางของหน้าปกรายงาน หรือถ้ามีความยาวมากก็นำมาไว้ในหน้าแรกของรายงาน

3. สารบัญ (Table of Contents) เพื่อแสดงหัวข้อของรายงาน พร้อมแสดงเลขหน้า

4. คำนำ (Introduction) เป็นส่วนที่ใช้บอกวัตถุประสงค์ (objective or statement of purpose) ของการทดลอง พูดถึงทฤษฎี (Theory) จัดว่าส่วนนี้เป็น Literature survey ซึ่งจะพูดถึงสูตร, ทฤษฎี และการทดลองของคนอื่น ๆ ที่มีก่อนหน้าที่เกี่ยวข้องกับการทดลองที่ทำครั้งนี้

นักศึกษาจะคัดลอกบางส่วนของ Lab Instruction มากก็ได้แต่ไม่ให้คัดลอกทั้งหมดมาจาก Lab Instruction แต่ควรจะค้นคว้าเพิ่มเติมจากหนังสือหรือแหล่งข้อมูลอื่นๆด้วย

5. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง (Equipment & procedure) ประกอบด้วย 2 ส่วนคือ ส่วนที่พูดถึงอุปกรณ์ (Equipment) กับ ส่วนที่พูดถึงวิธีการทดลอง (Procedure)

ส่วนที่พูดถึงอุปกรณ์ (Equipment) ที่ใช้ในการทดลอง ถ้าใช้เครื่องมือที่เฉพาะ ควรจะอธิบาย พร้อมทั้งมีภาพแสดงถึงเครื่องมือ มีคำอธิบายประกอบชัดเจน เช่น อาจจะต้องโยงลูกศร บอกว่าส่วนไหน เรียกว่าอะไร

ส่วนที่พูดถึงวิธีการทดลอง Procedures ควรจะเขียนขึ้นมาเองตามวิธีการทดลองที่นักศึกษาทำจริง ๆ ในการทดลอง ไม่ใช่ลอก Lab Instruction มา

ในการเขียนวิธีการทดลอง นักศึกษาต้องมีความละเอียดละอในการเขียน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การบอกค่าต่าง ๆ เป็นตัวเลขที่ใช้ในการปรับตั้งเครื่องมือเป็นสิ่งที่วิศวกรในอนาคตต้องให้ความสำคัญ เช่น บอกว่าตั้งแรงดันเครื่อง Filter press ไว้ที่ 80 ปอนด์ แบบนี้ผิด ที่ถูกต้องต้องบอกให้ชัดเจนว่าตั้งแรงดันไว้ที่ 80 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว

#### 6. ผลการทดลองและบทวิจารณ์ (Result & Discussion)

ประกอบด้วย 2 ส่วนย่อยคือ (1) ผลการทดลอง (Result) และ (2) บทวิจารณ์ (Discussion)

6.1) ส่วนผลการทดลอง เป็นส่วนแสดงผลการทดลองที่ได้วิศวกรส่วนใหญ่มักจะนิยมแสดงผลการทดลองในรูปของกราฟมากกว่าในรูปของตาราง ยกเว้นแต่ว่าตารางมีความสำคัญในตัวของมันเอง หลักการในการเขียนกราฟ และตารางในรายงานจะพูดถึงอีกในตอนต่อไป

ในส่วนนี้ถ้าต้องมีการคำนวณข้อมูลมาประกอบด้วย จะต้องแสดงสมการและตัวอย่างการคำนวณประกอบด้วย ข้อมูลละ 1 ตัวอย่าง

6.2) ส่วนวิจารณ์ เป็นส่วนที่จะวิจารณ์ว่าผลการทดลองเป็นไปตามทฤษฎีหรือไม่ ถ้าไม่เป็นไปตามทฤษฎีเนื่องจากสาเหตุอะไร

สังเกตว่า ส่วนนี้ของรายงาน มีความสำคัญมากนักศึกษาทุกคนต้องมีส่วนร่วมในการช่วยกันวิจารณ์ ไม่ปล่อยให้เป็นที่ของนักศึกษา ผู้เขียนรายงานการทดลองวิจารณ์แต่คนเดียว เพราะอาจเกิดความผิดพลาดได้



กลุ่มการทดลอง \_\_\_\_\_ Section \_\_\_\_\_



สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก  
สำนักวิชาเทคโนโลยีทรัพยากร  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี  
111 ถ.มหาวิทยาลัย ต.สุรนารี อ.เมือง จ.นครราชสีมา 30000

การทดลองที่ \_\_\_\_\_

รหัสวิชา \_\_\_\_\_

วันที่ทดลอง \_\_\_\_\_

หัวข้อเรื่องที่ทดลอง  
บทคัดย่อ

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

ผู้เขียนรายงานทดลอง ชื่อ \_\_\_\_\_ เลขประจำตัว \_\_\_\_\_

ผู้ร่วมทำการทดลอง

1) ชื่อ \_\_\_\_\_ เลขประจำตัว \_\_\_\_\_

2) ชื่อ \_\_\_\_\_ เลขประจำตัว \_\_\_\_\_

3) ชื่อ \_\_\_\_\_ เลขประจำตัว \_\_\_\_\_

4) ชื่อ \_\_\_\_\_ เลขประจำตัว \_\_\_\_\_

5) ชื่อ \_\_\_\_\_ เลขประจำตัว \_\_\_\_\_

วันที่ส่งรายงานการทดลอง \_\_\_\_\_ อาจารย์ผู้สอน \_\_\_\_\_

### หลักการในการเขียนรูปภาพและกราฟใน รายงาน

1. ปกติควรมีรูปภาพหรือกราฟ 1 กราฟ ในกระดาษ 1 แผ่น ดังตัวอย่างในภาพที่ 2 หรือ 3
2. ควรเว้นขอบกระดาษทางซ้ายและล่างอย่างน้อย 1.5 นิ้ว และขอบบนและขวาอย่างน้อย 1 นิ้ว ดังตัวอย่างในภาพที่ 3
3. ถ้าในรายงานการทดลองฉบับที่เขียนมีรูปภาพและกราฟมากกว่า 1 ต้องลำดับเลขที่ภาพด้วยเลข Arabic เช่น 1,2,3,4,... ดังตัวอย่างในภาพที่ 2
4. คำอธิบายภาพต้องเขียนไว้ใต้ภาพ ดังตัวอย่างในภาพที่ 3
5. ปกติแกนนอน หรือแกน x ของกราฟมักเป็นแกนที่ไม่สำคัญเท่ากับ y จึงมักเขียนเป็นแกนเวลา หรืออุณหภูมิ
6. ต้อง label แกนให้ชัดเจน บอกหน่วย ถ้าต้องคูณ 10 หรือ 100 ที่แกนใดแกนหนึ่งให้บอกให้ชัดเจน การ label แกน x ให้ label ใต้ตรงกึ่งกลางของแกน x ส่วนการ label แกน y ควรเขียนอักษรในแนวนอนตามแกน วางในแนวที่ให้อ่านอยู่ทางด้านขวามือของหน้ากระดาษสามารถอ่านได้ ดังตัวอย่างในภาพที่ 3
7. ถ้ามีข้อมูลหลายชุด ในกราฟต้องใช้เครื่องหมายที่ต่าง ๆ กัน แสดงตัวแปรแต่ละชุด เช่น เครื่องหมาย  $\circ$   $\square$  ,  $\Delta$  ดังในตัวอย่างในภาพที่ 3
8. ถ้าจำเป็นต้องวางกราฟ ตามแนวยาวของหน้ากระดาษจะต้องวางนอนตามยาวในลักษณะที่ให้อ่านอยู่ทางขวามือของหน้ากระดาษตามตัวอย่างในภาพที่ 1
9. ผู้เขียน ควรใช้วิจารณ์ในการเลือกแกนของกราฟว่า ควรใช้แกน linear ธรรมดา หรือแกน log และในการต่อเส้นของกราฟว่าควรจะทำด้วยเส้นตรง หรือเส้นโค้ง smooth กราฟมากนักน้อยเพียงใด
10. ถ้าคัดลอกกราฟหรือรูปภาพจากแหล่งข้อมูลมาต้องใส่ footnote บอกแหล่งที่มาของรูปภาพหรือกราฟนั้น ๆ ด้วย

### หลักการในการเขียนตารางในรายงานการทดลอง

- ๑) ตารางที่มีไว้เพื่อแสดงผลการทดลองให้ชัดเจนขึ้นเท่านั้น ดังนั้นการมีตารางแล้ว ยังต้องมีคำอธิบายบอกว่าตารางอะไร แสดงข้อมูลดังตัวอย่างในตารางที่ I
- ๒) คำอธิบายตารางจะเขียนไว้บนตาราง ไม่เขียนไว้ข้างล่างดังตัวอย่างในตารางที่ I และตาราง II
- ๓) ถ้าในรายงานการทดลองฉบับหนึ่งมีตารางมากกว่า 1 ตารางต้องลำดับเลขที่ ของตารางด้วยเลขโรมัน I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X,.....
- ๔) ตารางรายงานผลการทดลองไม่ใช่บัญชีข้อมูลดิบ ไม่ต้องลงรายละเอียดทุกสิ่งทุกอย่าง เช่น วัดความหนาของ Specimen ที่เผาเสร็จ วัด 3 ตำแหน่งคือ หัว, กลาง, ท้าย ได้ความหนา 2.0, 2.1 และ 2.2 ม. ก็ไม่ต้องลงทั้ง 3 ค่า ในตาราง แต่ให้ลงค่าเดียวคือค่า mean ที่เกิดจาก 3 ค่า เป็น 2.1 ม.ม. เป็นต้น
- ๕) ข้อมูลที่ plot เป็นกราฟทุกชุดไม่จำเป็นต้องเขียนลงเป็นตาราง
- ๖) หากจำเป็นต้องเขียนตารางข้อมูลละเอียดบางส่วนที่ไม่มีความสำคัญมากในรายงานให้นำตารางนั้นไปไว้ในส่วนที่เป็นภาคผนวกไม่นำมาปนกับส่วนที่เป็น main body ของรายงานและลำดับเลขที่ตารางนั้นต่างหาก แยกจากตารางใน main body
- ๗) ถ้าคัดลอกตารางหรือบางส่วนของตารางจากแหล่งข้อมูลอื่นมาต้องใส่ footnote บอกแหล่งที่มาของตารางหรือข้อมูลด้วย

- ๘) ข้อมูลที่ได้จากการคำนวณในตาราง ควรแสดงตัวอย่างในการคำนวณด้วย  
 ๙) ต้องแสดงหน่วยของข้อมูลทุกข้อมูลในตารางอย่างชัดเจน ดังตัวอย่างในตารางที่ II

#### 7. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ (Result and Recommendation)

เป็นบทที่จะแสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่าง ผลสรุปจากการทดลองและวัตถุประสงค์ของการทดลอง โดยอาจจะสรุปออกมาเป็นข้อ ๆ ตามลำดับความสำคัญ และเสนอแนะให้เห็นถึงข้อควรปรับปรุงในการทดลองเรื่องนี้ หากจะทดลองเรื่องนี้อีกหรือหากจะศึกษาเพิ่มเติมในขั้นต่อไป

#### 8. เอกสารอ้างอิง (References)

เป็นบทที่บอกที่มาของทฤษฎี, ข้อมูล และเนื้อหาที่เกี่ยวข้องที่นำมาเขียนในรายงาน ซึ่งอาจจะยกมาจากหนังสือ หรือวารสารฉบับใดฉบับหนึ่ง ซึ่งผู้เขียนต้องบอกแหล่งที่มา เพื่อให้ผู้อ่านที่สนใจจะไปค้นคว้าต่อไปได้

แบบมาตรฐานในการเขียนเอกสารอ้างอิง จะแตกต่างกันไปในที่นี้จะให้นักศึกษาใช้ตามมาตรฐานของสมาคม American Ceramic Society ซึ่งมีตัวอย่างตามที่ ภาพที่ 1

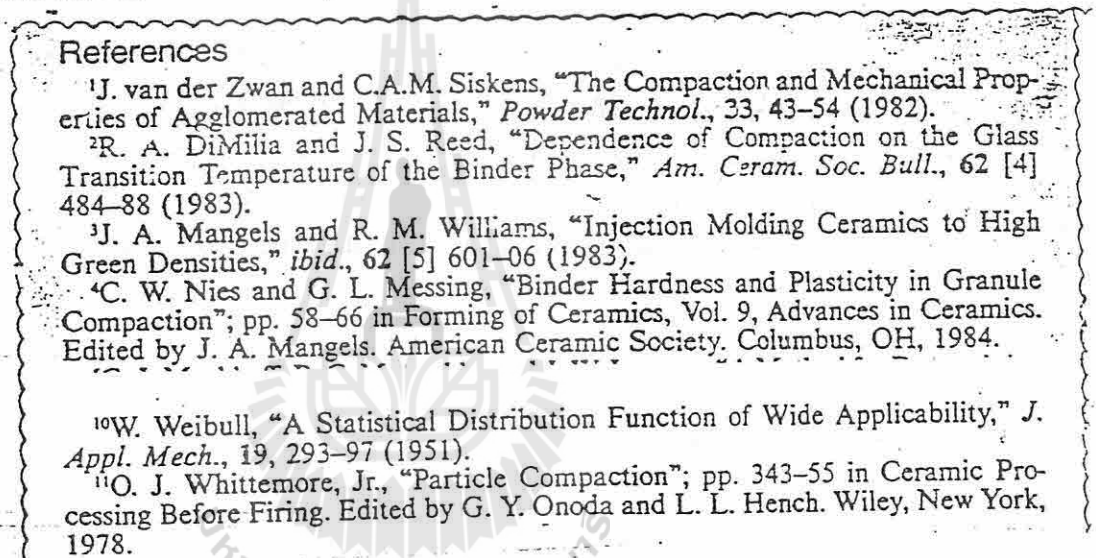


Fig. 1 แสดงตัวอย่างการเขียน References

จากภาพที่ 1 อธิบายได้ดังนี้

เอกสารอ้างอิงหมายเลข 2 คัดลอกมาจาก บทความที่ชื่อว่า "Dependence of Compaction on the Glass Transition Temperature of the Binder Phase" ซึ่งตีพิมพ์ในวารสาร American Ceramic Society Bulletin Volume ที่ 62 issue ที่ 4 หน้า 484 ปี 1983 ผู้เขียนบทความคือ R.A. DiMilia และ J.S. Reed

เอกสารอ้างอิงหมายเลข 3 เขียนว่า "ibid" แสดงว่าพิมพ์ในวารสารชื่อเดียวกันกับเอกสาร อ้างอิงเล่มที่อยู่ถัดขึ้นไป คือเอกสารอ้างอิงหมายเลข 2 คือ Am. Ceram. Soc. Bull

เอกสารอ้างอิงหมายเลข 11 เป็นตัวอย่างเอกสารอ้างอิง คัดจากหนังสือที่ชื่อว่า Ceramic Processing Before firing จัดทำโดย G.Y. Onoda และ L.L. Hench คัดจากหน้า 343-345 ที่เขียนโดย O.J. Whittemore Jr. พิมพ์ที่โรงพิมพ์ Wiley ที่เมือง New York ในปี 1978

### 9. ภาคผนวก (Appendices)

อาจจะไม่มีหรือไม่มีก็ได้ เป็นบทที่บรรจุข้อมูลต่าง ๆ ที่มีมากเกินไปจนความจำเป็นที่จะลงใน main body ของ report เช่น ข้อมูลดิบ, ตัวอย่างการคำนวณที่ยาว ๆ

ทั้ง 9 ส่วน ที่กล่าวมาเป็นโครงร่างทั้งหมดของรายงานที่นักศึกษาเซรามิกจะได้ฝึกฝนให้เขียนให้ถูกต้องเพื่อจะเป็นวิศวกรหรือนักวิทยาศาสตร์ที่ประสบความสำเร็จต่อไปในอนาคต

ท้ายที่สุด การเขียนรายงานนักศึกษาต้องยึดหลักที่ว่า

- 1) ต้องเขียนรายงานมีความกระชับ ตรงประเด็น และมีความต่อเนื่องที่สุด
- 2) ต้องหลีกเลี่ยงการใช้ภาษาพูด และคำสรรพนาม (ผม, เรา .... ฯลฯ) เช่น “ต่อจากนั้น ผมปรับวาล์วไปที่ค่าสูงสุด” เป็นต้น แต่ต้องใช้ภาษาเขียนว่า “วาล์วถูกปรับไปที่ค่าสูงสุด”
- 3) จะพิมพ์ หรือเขียนด้วยลายมือก็ได้ ถ้าเขียนด้วยลายมือตัวหนังสือต้องมีขนาดพอเหมาะและอ่านออกง่าย ถ้าพิมพ์จะต้อง Proof Read มาด้วย
- 4) จัดรูปเล่มให้เป็นระเบียบเรียบร้อยตามลำดับโครงร่างรายงาน
- 5) ต้องตรวจคำสะกด (Spelling) ทั้งภาษาไทยและอังกฤษให้ถูกต้อง ใช้หลักไวยากรณ์ที่ถูกต้อง

ภาพที่ 5 แสดงตารางการให้คะแนนของอาจารย์ผู้ตรวจรายงานซึ่งเต็ม 100 คะแนน/Report 1 ฉบับ เป็นการให้คะแนนกรณีที่นักศึกษาส่ง Lab Report ตรงตามเวลา คือส่งภายใน 7 วันหลังจากการทดลอง (ส่งก่อนเข้าเรียน Lab ถัดไป) ถ้านักศึกษาส่งรายงานผลการทดลองช้าไป 1-7 วัน อาจารย์จะหักคะแนน Late 50 คะแนน หากส่งช้ากว่ากำหนด 7-14 วัน อาจารย์จะตรวจ Report ให้แต่ไม่มีคะแนน (ถูกหัก 100 คะแนน) แต่ถ้าส่งช้ากว่ากำหนด 14 วัน อาจารย์จะไม่รับ Report ฉบับ นั้น



Table I  
Factors For Calculating the Thermal Expansion of Glasses and Enamels

Thermal expansion (cubic)					
	M. & H.	W. & S.	E. & T.	M. & H.	
Composition $\times 10^{-7}$	$\times 10^{-7}$	$\times 10^{-7}$	$\times 10^{-7}$	Composition $\times 10^{-7}$	
SiO <sub>2</sub> . . . .	0.2	0.2	0.15	SnO <sub>2</sub> . . . . .	2.0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . .	5.0	5.0	0.42	TiO <sub>2</sub> . . . . .	4.1
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . .	0.1	0.1	-1.98	ZrO <sub>2</sub> . . . . .	2.1
Na <sub>2</sub> O . . . .	10.0	10.0	12.96	Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub> . . . .	7.4
K <sub>2</sub> O . . . .	8.5	8.5	11.7	NaF . . . . .	7.4
PbO . . . .	4.2	3.0	3.18	AlF <sub>3</sub> . . . . .	4.4
ZnO . . . .	2.1	1.8	2.1	CaF <sub>2</sub> . . . . .	2.5
CaO . . . .	5.0	5.0	4.29	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . . .	5.1
MgO . . . .	0.1	0.1	1.35	CoO . . . . .	4.4
BaO . . . .	3.0	3.0	4.2	CuO . . . . .	2.2
As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . .	2.0	2.0		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . . .	4.0
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . . . .	2.0	2.0		NiO . . . . .	4.0
Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . .	3.6			MnO <sub>2</sub> . . . . .	2.2

E. & T.—Corrected to English and Turner,  
J. Am. Ceram. Soc. 12, 760 (1929).  
W. & S.—Winkelman and Schott, Jena Glass.  
M. & H.—Mayer and Havas.

Table II Comparison of Theoretical Strength and Actual Strength

Material	E [GPa (psi)]	Estimated theoretical strength [GPa (psi)]	Measured strength of fibers [GPa (psi)]	Measured strength of polycrystalline specimen [GPa (psi)]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>a</sup>	380 (55 × 10 <sup>6</sup> )	38 (5.5 × 10 <sup>6</sup> )	16 (2.3 × 10 <sup>6</sup> )	0.4 (60 × 10 <sup>3</sup> )
SiC	440 (64 × 10 <sup>6</sup> )	44 (6.4 × 10 <sup>6</sup> )	21 (3.0 × 10 <sup>6</sup> )	0.7 (100 × 10 <sup>3</sup> )

<sup>a</sup> From R. J. Stokes, in The Science of Ceramic Machining and Surface Finishing, NBS Special Publication 348, 1972, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C., p. 347.

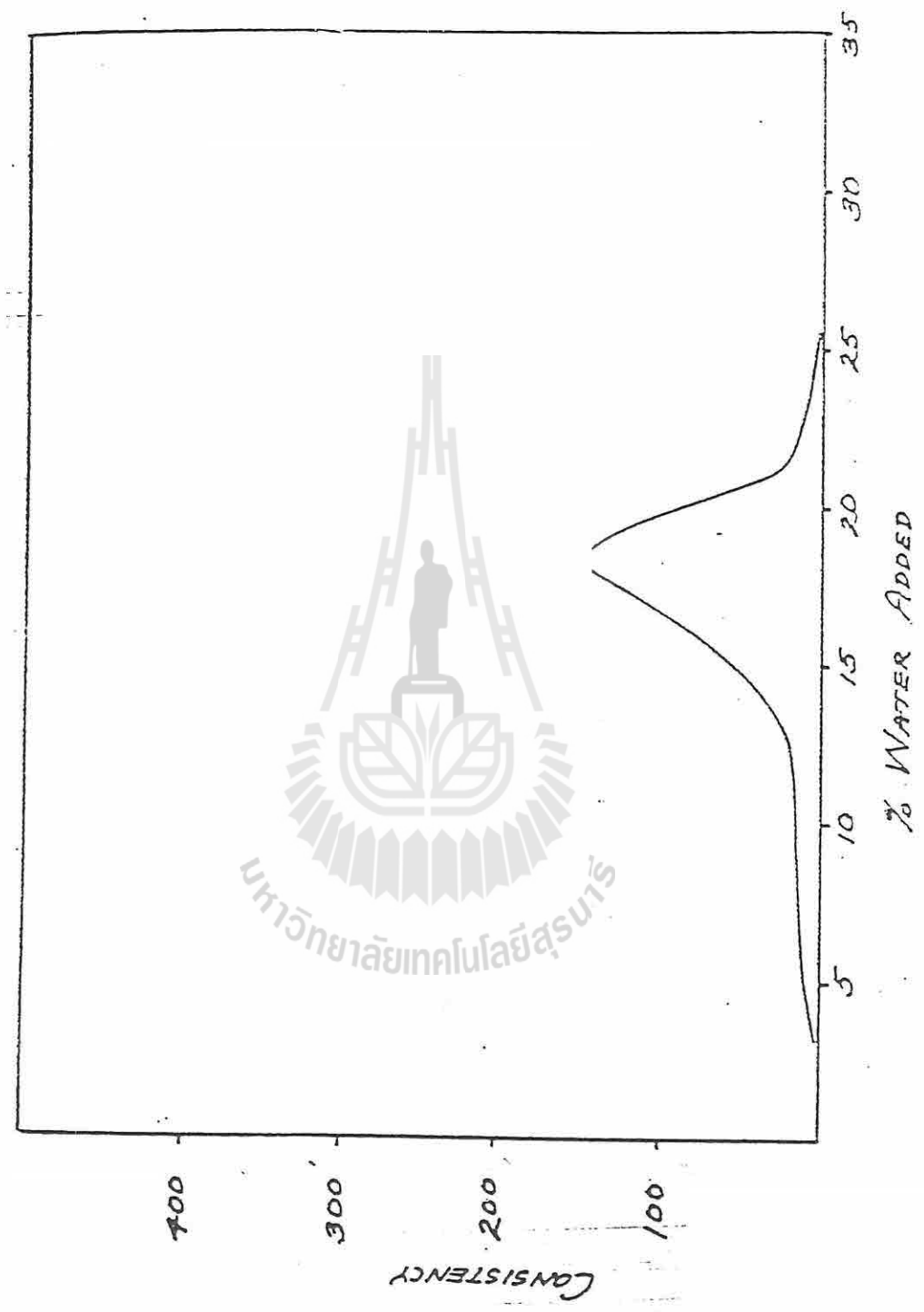


Fig. 2 PLASTOGRAPH OF A RED BURNING BRICK CLAY

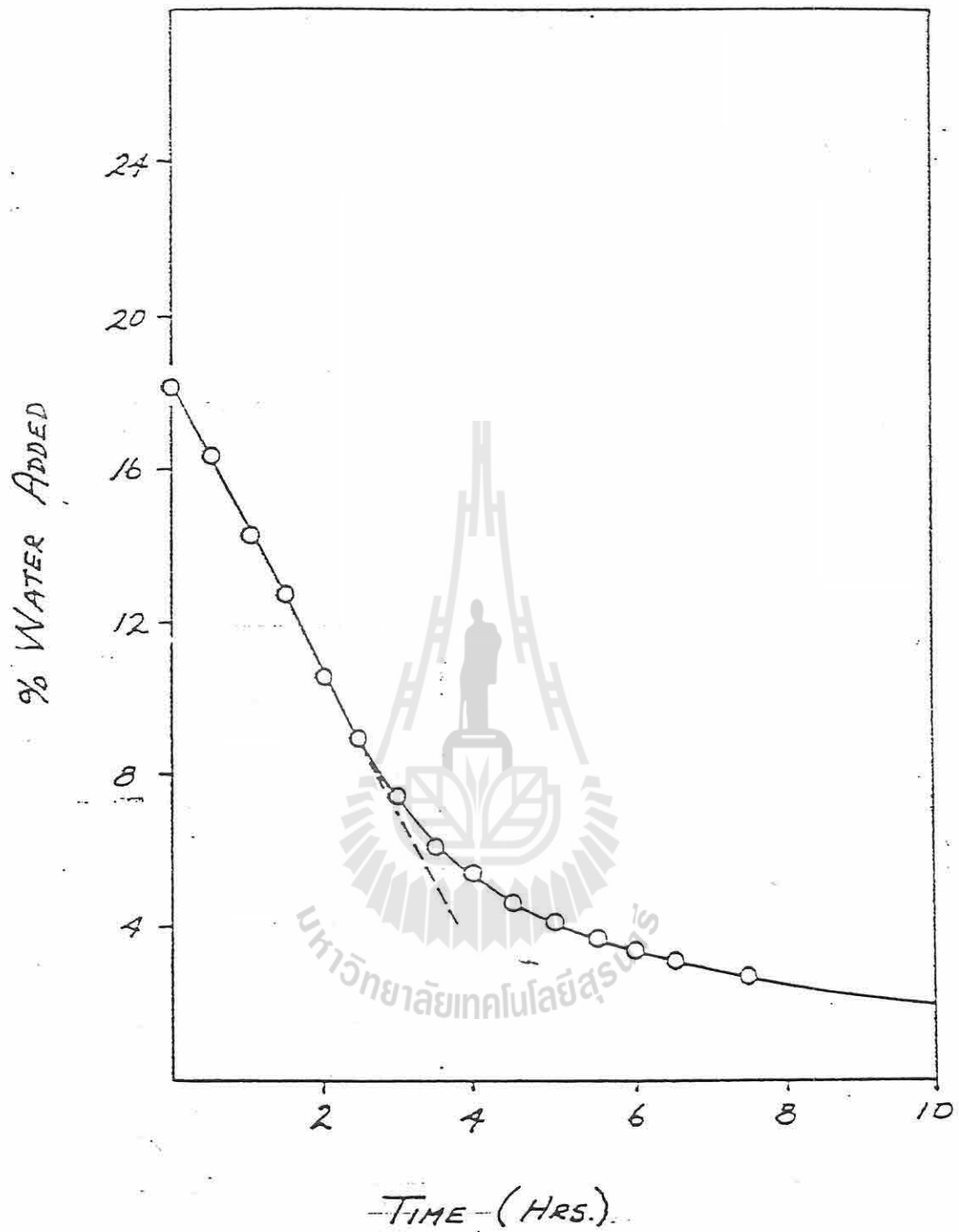


Fig. 3. DRYING CURVE OF A RED BURNING BRICK BODY AT 50°C AND 50% R.H.

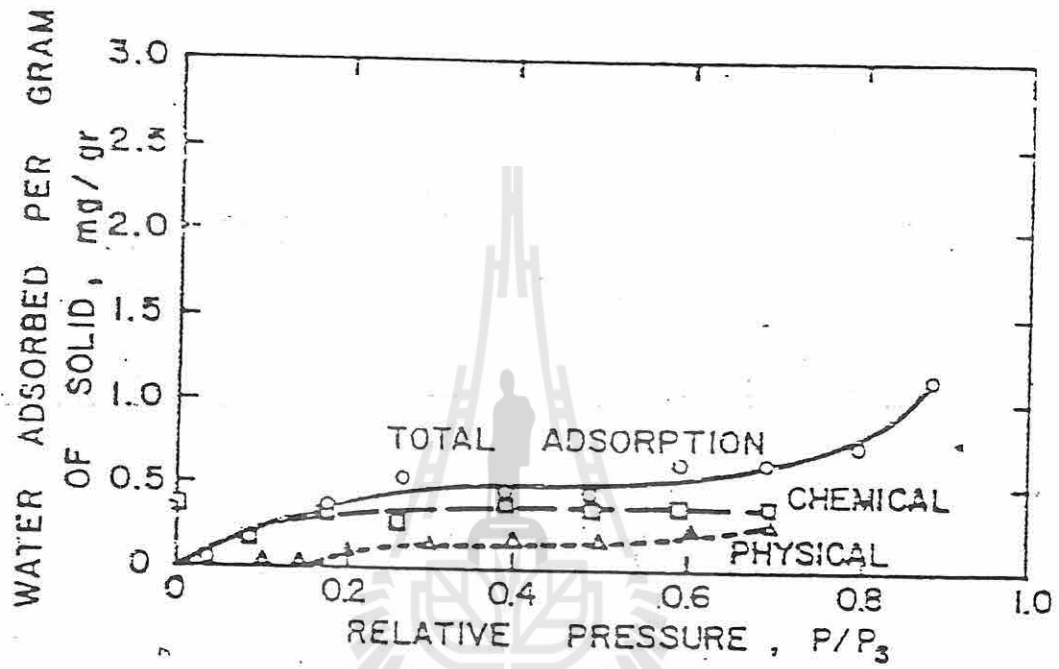


Fig. 4 Comparative Physical and Chemical Effects in Adsorption of Water Vapor on the 1250°C Kaolin Specimen at 35°C.





# ภาคผนวก



## เครื่องวัด Bending Strength

### 1. General

The Bending Strength Testers, series 401, are used for the determination of the bending strength and the static modulus of elasticity at ambient temperature of mainly ceramic raw materials and ceramics. Using different standard supplements measurements on test bodies of different shape, dimensions and materials can be carried out (compare fig. 1-12). The determination follows DIN 51 030 and EN 100.

Depending on application three basic models are available with four load ranges each (compare table 1).

Table 1: Load Ranges of the Bending Strength Tester

Type	load rang / N			
401/1	20	40	80	240
401/2	20	120	240	480
401/3	75	150	300	600

## 2. Construction and mode of Operation (comp. fig. 5)

### **2.1 Principle of Load Transmitting**

Load is effected by the eletro-motive displacement of the sliding weight (1) along the swing boom (2). The arising by unbalancing the sliding weight is transmitted by the load pin (3) to the load frame (4) (principle of the one-armed lever). This force acts onto the centre of the test body which is deposited on two supports (5) (three-point method).

### **2.2 Variation of Load Range and Load Rate**

The four available load ranges of the Bending Strength Tester (compare table 1) can be set by loosening the index pin (8) and displacing the sled (6). The ranges can be read off on the markings on the sled.

Each of the four load ranges is represented by an own division on the scale of the swing boom.

In case of changing the measuring rage the compensation weight (9) is displaced simultaneously by a cable line in such way, that the equilibrium position of the swing boom (2) is maintained.

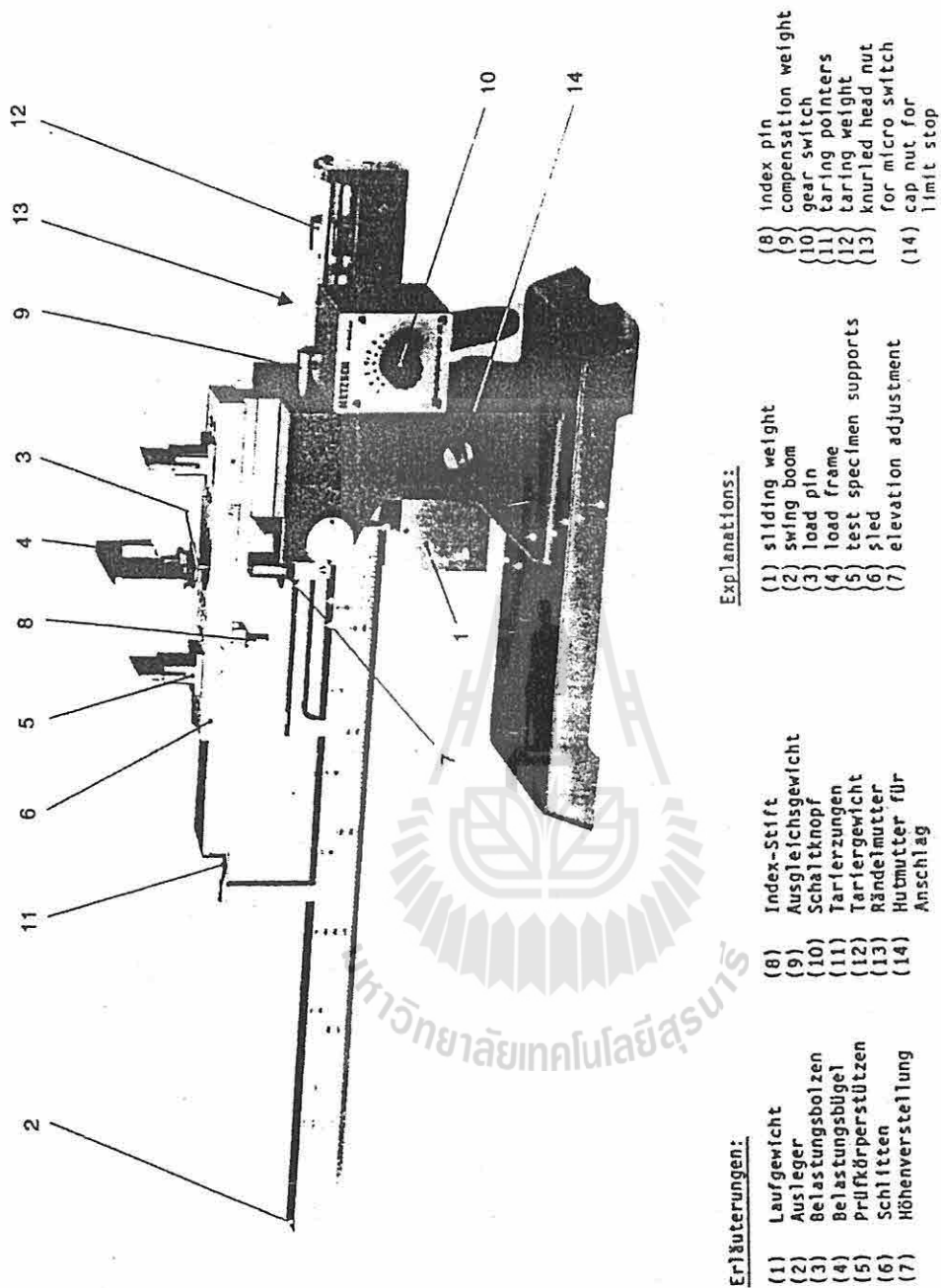
A synchronous motor with a change gearing moves by means of a toothed belt the sliding weight (1) inside the swing boom (2) in accordance with increasing load. Four different speeds can b selected (compare table 2).

Whenever the selector switch (10) is on position "0", the motor is disconnected and the sliding weight (1) can be moved manually.

On the right edge of the swing boom (2) there is a threaded pin. By means of this pin the stop of the sliding weight (1) for load "0" (start of the measurement) can be exactly calibrated.

If the sliding weight is on position "0" the taring pointers (11) must be in accordance. Deviations are corrected with the taring weight (12).

The driving motor is switched on and off by the power switch.



**Erläuterungen:**

- (1) Laufgewicht
- (2) Ausleger
- (3) Belastungsbolzen
- (4) Belastungsbügel
- (5) Prüfkörperstützen
- (6) Schlitten
- (7) Höhenverstellung

- (8) Index-Stift
- (9) Ausgleichsgewicht
- (10) Schaltknopf
- (11) Tarierzungen
- (12) Taringgewicht
- (13) Rändelmutter
- (14) Hutmutter für Anschlag

**Explanations:**

- (1) sliding weight
- (2) swing boom
- (3) load pin
- (4) load frame
- (5) test specimen supports
- (6) sled
- (7) elevation adjustment

- (8) index pin
- (9) compensation weight
- (10) gear switch
- (11) taring pointers
- (12) taring weight
- (13) knurled head nut for micro switch
- (14) cap nut for limit stop

Abb.5 : Biegefestigkeitsprüfer 401

Fig. 5 : Bending Strength Tester 401

**Table 2: Load and Load Increase Ranges of the Bending Strength Tester**

Load Range		Load Increase N/s			
Type	N	1 <sup>st</sup> gear	2 <sup>nd</sup> gear	3 <sup>rd</sup> gear	4 <sup>th</sup> gear
401/1	20	0.0833	0.25	0.5	1
	40	0.1670	0.50	1	2
	80	0.3330	1	2	4
	240	1	3	6	12
401/2	60	0.125	0.25	0.5	1
	120	0.250	0.50	1	2
	240	0.50	1	2	4
	480	1	2	4	8
401/3	75	0.125	0.25	0.50	1
	150	0.25	0.50	1	2
	300	0.50	1	2	4
	600	1	2	4	8

### 2.3 Automatic Determination of Tensile Stress

The switch case on the rear of the Bending Strength Tester contains a micro-switch, which sensor touches the knurled head nut (13). The thread bolt with the knurled head nut (13) move together with the swing boom (2). The micro-switch disconnects the motor at a defined deflection of the swing boom, normally when the test body breaks.

The switch point is adjusted by turning the knurled head nut (13).

The deflection of the swing boom (2) is limited by a stop, which can be displaced after loosening the cap nut (14).

When switching off the driving motor the sliding weight (1) stops immediately on the last load value, which can be easily read off on the scale of the swing boom.

If the final load does not lead to breakage of the test body in the adjusted load range, the motor is switched off automatically.

### 3 Commissioning

Prior to first putting into operation the entrainer rope (for the automatic weight compensation when changing the measuring range) has to be put over the corresponding rolls!

1. Set gear switch (10) to "0"
2. Push the sliding weight (1) to "0"
3. Check whether the sliding weight (1) stops at "0"
4. Bring the pointers (11) in accordance by use of the taring weight (12).
5. Switch the gear switch (10) to any gear.
6. Switch on the power switch.

As soon as the sliding weight (1) has moved a little to the left, the swing boom (2) lowers up to the stop. The stop must be adjusted by means of the cap nut (14) in such way, that a test body will surely break, but the compensation weight does nowhere strike.

7. The knurled head nut (13) must be adjusted in such way, that it is guaranteed that the micro-switch disconnects the drive in case of breakage of the test body, but not already in case of bending.

### 4 Determination of the Tensile Stress

#### 4.1 Measurement

1. Push the sliding weight (1) to "0".
2. Adjust the sledge (6) to the required load range.  
In case of doubt select the lowest load range.
3. Adjust the desired load increase on the gear switch (10) using table 2.
4. Put the specimen supports (5) to the desired width between the supports, symmetrically to the load frame (4).
5. Put on the test body.
6. In case of test bodies which are plane on top loosen the knurled head nut situated on the upper edge of the load pin (3), in case of concave test bodies the knurled head nut must be tightened.
7. Adjust the load frame (4) to the height of the test body using the elevation adjustment (7), that if the pointers are in accordance the knife of the load frame (4) just touches the test body.

Remark:

If a higher bending is to be expected, the lift taring pointer is adjusted a bit higher (maximum up to the stop).

8. Switch on the power switch. Wait for the breakage of the test body and thus stoppage of the sliding weight (1). Read off the break load.
9. Repeat the measurement in a higher load range if no breakage occurred. Put back the sliding weight (1) carefully to "0" (gear switch (10) must be on "0").

#### 4.2 Evaluation

The tensile bending stress can be calculated from the read-off breaking load  $F_B$ , the width between the supports  $L_s$  and the moment of resistance  $W$  of the test body:

$$\sigma = \frac{F_B \cdot L_s}{4W}$$

For specimen with a rectangular cross section of height  $h$  and width  $b$  the moment of resistance is calculated as follows:

$$W = \frac{b \cdot h^2}{6}$$

And thus the tensile bending stress is

$$\sigma = F_B \cdot \frac{3 L_s}{b}$$

According to DIN 51 030 there follows with the dimensions  $h = 15 \text{ mm}$ ,  $b = 21 \text{ mm}$ :

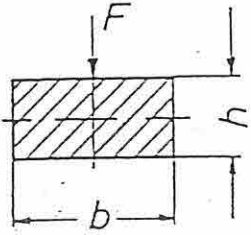
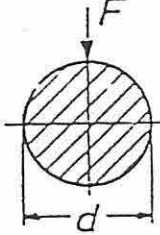
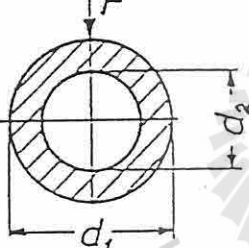
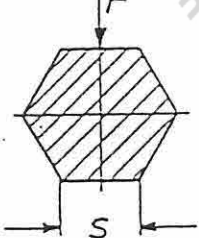
$$\sigma = F_B \cdot \frac{L_s}{3150 \text{ mm}^3}$$

With the standard width between the supports  $L_s = 200 \text{ mm}$  the following relation for the determination of the tensile bending stress results:

$$\sigma = F_B \cdot 0.06349 \text{ mm}^{-2}$$



Table 3 Moment of resistance of some essential cross sectional forms

shape of cross sect.	moment oi resistance
	$W = \frac{h^2 \cdot b}{6}$
	$W = \frac{\pi \cdot d^3}{32}$
	$W = \frac{\pi \cdot (d_1^4 - d_2^4)}{32 \cdot d_1}$
	$W = \frac{5 \cdot s^3}{8}$

5. Instruction to renew the entrainer rope for the automatic weight compensation when changing the measuring rang

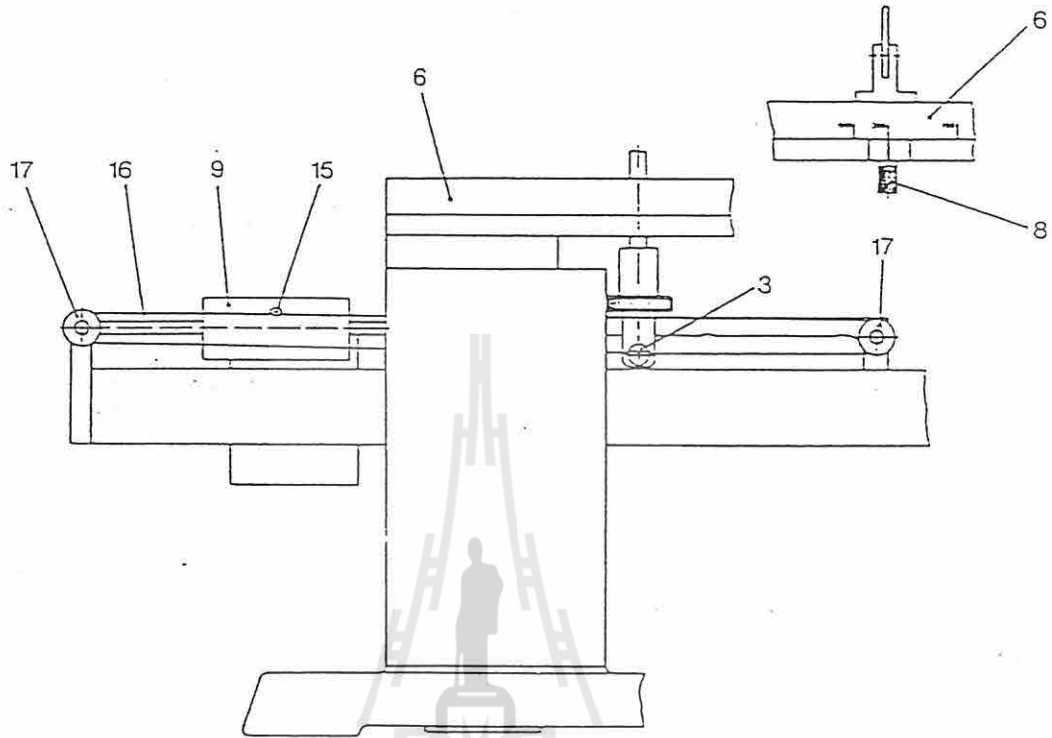


Fig.6 Exchange of the entrainer rope for the automatic weight compensation

1. Select a measuring range as low as possible. For this move the sledge (6) until the locating mark on the sledge matches the locating mark of the index device. Tighten the index pin (8) in this position.
2. Adjust the compensation weight (9) on its guide bar in such way, that both taring pointers (11) of the bending strength tester agree.

**Attention!**

Do not change the position of the compensation weight anymore when mounting the entrainer rope.

3. Loosen the clamping screw (15) on the compensation weight by some turns, afterwards wrap the rope (16) with one turn around the shaft of the clamping screw. Retighten the clamping screw. Now the rope is firmly connected with the compensation weight (9). The clamping point should be in about in the centre of the rope.
4. Now put the rope over the both rope pulleys (17), then the two ends of the rope have to be thread on the left and on the right through the cross hole of the bearing pin (3) and must be knotted first over the surface area of the pin.

To avoid that this knot will be pulled through the bore the free ends of the rope have to be tied again on the left and right of the pin around the rope – afterwards the two ends have to be knotted once more several times over the surface area of the bearing pin (3).

5. The free ends of the rope above the knot now can be cut off. Fix the knots by use of a suitable adhesive (for example “UHU Alleskleber” or an adhesive used for model construction “UHU-Hart”).

**Attention**

Do not operate the sledge adjustment before the fixing adhesive has hardened.

**Check:**

If the mounting has been done correctly, the taring pointers of the instrument remain always in agreement – independent on the selection of the measuring range. No supplementary adjustment by the use of the installed counter-weights is necessary.

## Appendices

### 1) การคำนวณสารละลายกรด 1 normal

สารละลายกรด 1 normal คือ สารละลายกรด 1 ลิตรที่แตกตัวออกมาให้ H<sup>+</sup> ออกมา 1 mole  
 ดังนั้นสารละลายกรด HCl 1 normal ปริมาตร 1 ลิตร มี HCl = 36.5 g (HCl หนัก 1 mole)  
 แต่ สารละลายกรด H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 normal ปริมาตร 1 ลิตร มี H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 49.0 g (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> หนัก 0.5 mole)  
 สารละลายกรด HCl เข้มข้น 36.5 % คือ สารละลายกรด 100 g มี HCl = 36.5 g  
 สารละลายกรด H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> เข้มข้น 98 % คือ สารละลายกรด 100 g มี H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 98 g  
 ถ้าต้องเตรียมสารละลายกรด HCl 1 normal 100 cc จากสารละลาย HCl เข้มข้น 36.5 % ทำอย่างไร?

#### วิธีคำนวณ

สารละลายกรด HCl 1 normal 1000 cc จะมี HCl = 36.5 g  
 $\therefore$  -----100 cc ----- 3.65 g  
 สารละลายกรด HCl เข้มข้น 36.5% 100 g มี HCl 36.5 g หรือกล่าวอีกอย่างได้ว่า  
 ถ้าต้องการ HCl 36.5 g ต้องนำสารละลายกรด HCl 36.5 % มา 100 g  
 -----3.65g -----100 x 3.65/36.5 = 10 g

สรุปถ้าต้องการเตรียมกรด HCl 1 normal จาก HCl 36.5% ต้องนำ HCl 36.5% มา 10 g แล้วเติมน้ำให้เป็น 100 cc (ในทางปฏิบัติเราไม่ชั่งกรดแต่เราจะคำนวณว่าต้องใช้กรด กี่ cc จาก Density ข้างขวดอีกที)

การบ้านจงคำนวณว่า หากต้องการเตรียม H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 normal 100 cc จาก H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98 % ต้องทำอย่างไร?  
 (ตอบ นำ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% มา 5 g เติมน้ำให้เป็น 100 cc)

### 2) การเตรียมสารละลาย Methylene Blue เข้มข้น 0.01 normal จำนวน 1000 cc

methylene blue มีสูตรเป็น (C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>SCl.3H<sub>2</sub>O) molecular weight = 373.905 g เมื่อแตกตัวจะเสียน้ำ 3 mole ออกไป  $\therefore$  methylene blue 0.01 normal คือ นำ methylene blue มา 0.01 mole แล้วเติมน้ำให้เป็น 1000 cc  $\therefore$  เตรียม methylene blue 0.01 normal โดยใช้ MB = 373.905 x 0.01 g แล้วเติมน้ำให้เป็น 1000 cc

3) Specific Surface area หาโดยวิธี Methylene blue

Specific Surface area คือ พื้นที่ผิวของดิน 1 g.

MBI = millimole equivalent สำหรับดิน 100 g.

$$\therefore \text{ถ้าหา millimole equivalent สำหรับดิน 1 g.} = \frac{MBI}{100}$$

$$\therefore \text{ถ้าหา mole equivalent สำหรับดิน 1 g.} = \frac{MBI}{100 \times 1000}$$

$$1 \text{ mole มี} = 6.02 \times 10^{23} \text{ อนุภาค}$$

$$\frac{MBI}{100,000} \text{ mole มี} = \frac{6.02 \times 10^{23} \times MBI}{100,000} \text{ อนุภาค}$$

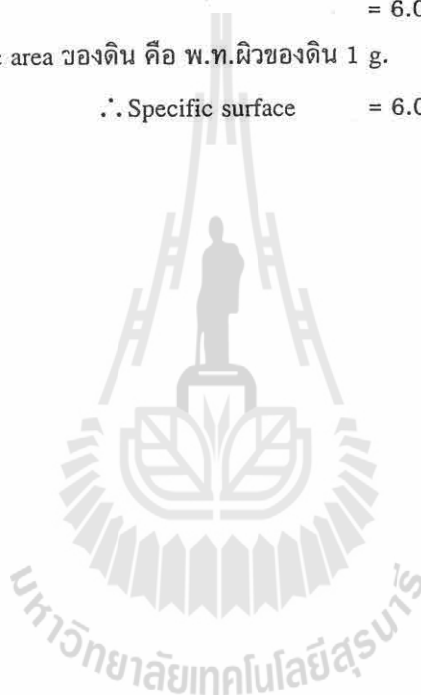
$$1 \text{ อนุภาค methylene มีพื้นที่หน้าตัด} = 129.2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$\text{ดังนั้น } 6.02 \times 10^{23} \times MBI \times 10^{-5} \text{ อนุภาค มี พ.ท.หน้าตัด} = 6.02 \times 10^{23} \times MBI \times 10^{-5} \times 129.2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$= 6.02 \times MBI \times 0.01 \times 129.2 \text{ m}^2$$

เนื่องจาก specific surface area ของดิน คือ พ.ท.ผิวของดิน 1 g.

$$\therefore \text{Specific surface} = 6.02 \times MBI \times 0.01 \times 129.2 \text{ m}^2/\text{g.}$$



# Annual Ceramic Mineral Resources Review

Because of the changing nature of materials requirements for ceramics, such as the synthetic materials used in advanced ceramics, the ACerS Ceramic Minerals Resources Committee, chaired by Hendrik Heystek, requests additional input to the Annual Ceramic Mineral Resources Review. The committee will consider reports on the availability, technology, and economic status of all materials used in ceramics today. Authors wishing to contribute to the May 1986 Ceramic Mineral Resources Review should contact Hendrik Heystek, U.S. Department of the Interior, Bureau of Mines Tuscaloosa Research Center, Box L, University, AL 35486.

## Alumina

G. MacZura\*, R. J. Kramb\*, and  
C. T. McCleod\*  
Alumina Co. of America  
Pittsburgh, PA 15219

"Alumina" is a specific chemical term defining the oxide of aluminum,  $Al_2O_3$ . It occurs abundantly in nature, most often as impure hydroxides which are the essential constituents of bauxites and laterites. Numerous high purity grades of alumina are manufactured from these ores as major chemical products, including hydrated, activated, calcined, low soda, tabular, and fused. Most raw bauxite is refined by the Bayer process to remove impurities (e.g.,  $SiO_2$ ,  $Fe_2O_3$ , and  $TiO_2$ ) and produces a nominal 99.5%  $Al_2O_3$  product with  $Na_2O$  as the dominant impurity. Virtually all commercial production is obtained by the Bayer process with Western World alumina production averaging 25 million metric tons during the decade ending 1983. About 90% of alumina is used in the production of aluminum metal. Ceramic and refractory applications consume slightly more than 50% of the nonaluminum production. Major non-aluminum calcined alumina markets in 1982 are estimated: refractories=30%; abrasives=25%; whitewares and spark plugs=25%; ceramics (80+ %  $Al_2O_3$ )=10%; glass and enamels=5%; and miscellaneous=5%.

The future availability of special Bayer aluminas for the ceramics and refractories industry depends upon the availability of metal grade bauxite and the refining capacity to convert bauxite into high purity alumina. Western World reserves of metal grade bauxite are generally located around the equatorial belt and total 22.4 billion metric tons. At average operating rates for aluminum metal production during the past decade, these reserves are adequate to supply the Western World for over 200 years.

Although a near supply-demand balance occurred in 1979 with regard to refining capacity and aluminum metal and nonmetal requirements, there appears to be plenty of available alumina for future nonmetal requirements. Current refining capacity exceeds 30 million metric tons and is forecasted to exceed

40 million metric tons of alumina by 1990.

Although a wide variety of high purity aluminas is used in ceramics/refractories, specialty calcined alumina powders, tabular alumina refractory aggregate and calcium aluminate cement (CAC) are the most important. Specialty calcined aluminas are prepared in a very wide range of grades to suit a similarly wide range of applications. Both chemical and physical properties may be adjusted during preparation. The normal 0.5%  $Na_2O$  Bayer alumina can be reduced to make specialty low soda grades during refining and/or calcination. Physical properties may be adjusted during rotary kiln calcination and by subsequent grinding. Precision control of crystal size, degree of calcination and level of impurities are required in the manufacture of commercial aluminas during heating to obtain alpha alumina, the stable form of anhydrous alumina known also as the naturally occurring substance corundum.

The availability of specialty grades of calcined alumina in the unground form is basically a function of rotary kiln capacity with the appropriate auxiliary equipment necessary to provide the correct chemical and temperature controls. Excess kiln capacity exists at many alumina refiners because of the adoption of fluid calciners in the manufacture of metal grade alumina. Thus, there will be an adequate supply of calcined aluminas for ceramics/refractories through 1990 when projecting a 10% compound annual growth pattern which is over-optimistic based on historical patterns. The availability of ground calcined aluminas is simply a matter of installing the necessary grinding facilities to accommodate the growth.

Tabular alumina is produced from calcined alumina in large-scale production centers having a capacity of 50 000 to 125 000 metric tons annually. This sintered product is a high purity aluminum oxide that has been recrystallized to the massive corundum state by heating 1.9 cm (0.75-in.) pellets at 1925°C (3500°F), just below the fusion temperature to convert the fine alpha alumina crystallites into large hexagonal elongated table-shape crystals ranging from 40 to 200  $\mu m$  median.

Tabular alumina is crushed and graded to offer a wide variety of particle sizes from 3 mesh aggregate to -325.

\*Member, the American Ceramic Society.

Recent information on Andalusite, Arsenic, Barium Carbonate, Lanthanides and Yttrium, Limestone and Dolomite, Silicon Nitride, and Titanium Products, which are not covered here, can be found in last year's Annual Ceramic Mineral Resources Review (cf. pages 668-91, May 1984 *Ceramic Bulletin*).

mesh powder. Metallic iron picked up in the crushing and screening process is removed by electromagnetic separation.

Recent expansions have boosted U.S. capacity by an estimated 60 000 metric tons. A new tabular plant became operational in early 1985 in Ludwigshafen, Germany, adding 50 000 metric tons of capacity in Europe. Retrofitting older operations with the latest production technology will push total capacity to above 250 000 metric tons. Assuming an optimistic growth of 10% annually, these expansions provide an adequate supply of tabular until 1990-95.

High purity CAC is characterized by its low iron and silica and its high alumina content. Low cement castable technology may limit CAC growth, but expanding monolithic applications tend to counter this trend. The increasing need for more sophisticated high quality monolithic refractories should continue to expand the growth and the demand for these products which are made by reacting high purity alumina with limestone in production centers ranging from 15 000-60 000 metric tons. Availability is, therefore, tied to the capacity of calcium aluminate cement production centers. Recent expansions in the U.S. by Alcoa and Lone Star Lafarge combined with a new high purity CAC plant in Rotterdam, increases total capacity to about 125 000 metric tons. This should be adequate for anticipated growth and demand through 1990.

Market prices were relatively stable for Bayer alumina products until 1974 when prices rose to reflect the rapid increase in costs of fuel and bauxite. Prices from 1974 to 1980 were cost-driven, for the most part reflecting inflationary factors and were generally accepted in the marketplace. Prices from 1980 to 1984 began to again stabilize as a result of low inflationary pressures and market competitiveness. The 1984 year-end price range in the U.S. for carload quantities of Bayer process aluminas follows: alpha alumina trihydrate—\$0.24 to \$1.35/kg (\$0.11 to \$0.61/lb); normal calcined aluminas—\$0.40 to \$0.62/kg (\$0.18 to \$0.28/lb); low soda calcined aluminas—\$0.49 to \$1.74/kg (\$0.22 to \$0.79/lb); tabular alumina—\$0.51 to \$1.73/kg (\$0.23 to \$0.33/lb); and CAC (60%-80%  $Al_2O_3$ )—\$0.33 to \$0.53/kg (\$0.15 to \$0.24/lb).

Although there are numerous methods for producing alumina of increasing purity, commercial production is relatively small compared to the Bayer process alumina production and may be priced as much as 10 times higher than the most equivalent Bayer product.

The Western World market for special aluminas is supplied primarily by Alcoa, Kaiser, and Alcan in North America; PUK, Martinswerk (Alusuisse), Alcoa Chemie, Vereinigte Aluminium-

Werke (VAW), and British Aluminium Company (BACO) in Europe; and Nippon Lightmetal, Showa Denko, Sumitomo Chemicals, and Mitsui Alumina and Moralco in Japan.

Although the depressed 1982-1984 economy reduced the overall demand for all ceramic/refractory aluminas, the general trend by industry to adopt advancing technologies ensures their future growth. This is depicted by the previously cited example about the steel industry turning to more expensive, yet more cost-effective, refractories in the production of higher quality steels using the latest available technologies in order to meet competition and to survive. □

## Ball Clay

David F. Schneider\*  
Kentucky-Tennessee Clay Co.  
Alliance, OH 44601

Ball clay is a fine-grained, highly plastic, and essentially white-burning sedimentary clay that is used as a bonding agent for whitewares and refractory production. These clays are composed mineralogically of kaolinite, quartz, feldspar and/or mica, and organic (carbonaceous) matter. There can be trace to minor amounts of other clay minerals such as illite and/or montmorillonite present in certain commercial grades.

The main function of ball clay in ceramic compositions is to contribute plasticity or workability, provide green strength, and fire to a reasonable degree of whiteness. They must also possess certain rheological properties that enable them to be deflocculated easily for slip cast applications.

The major ball clay sources are in the U.S., most of the ball clays are mined in Kentucky and Tennessee with lesser quantities extracted from Mississippi, Texas, and Maryland. The major producers are Kentucky-Tennessee Clay Co., Mayfield, KY; H. C. Spinks Clay Co., Paris, TN; Cyprus Industrial Minerals, Gleason, TN; and Old Hickory Clay Co., Mayfield, KY. K-T operates open pit mines in the three states. The other producers restrict their operations to one or two states.

U.S. and world production of ball clay minerals increased, for the second consecutive year and continues to reverse the downward trend in production that persisted from 1978 to 1982 (according to preliminary figures from BuMines). In 1984, major domestic uses for ball clays were estimated as 32% dinnerware and pottery, 13% floor and wall tile, and 18% sanitary ware.

Nearly all U.S. imports of ball clay are from England and probably represent less than 1% of all ball clay consumed in the U.S. Most of the world supplies are provided from sources in the central U.S. (Kentucky and Tennessee) and England. There are other ball-clay-like materials produced in central and eastern Europe.

The use of U.S. ball clay increased every year between 1975 and 1979 and was sparked essentially by the demand for housing in that time period. That growth declined significantly since 1979 to a low of 582 000 metric tons (642 000 short tons) in 1982. In 1983 and 1984 increases in home and commercial building, and automobile production increased the demand for ball clays again. For the first nine months of 1984 production is reported at 758 000 metric tons (835 000 tons) with a value of \$31 894 000.

Prices for U.S. ball clays have increased moderately over the last five years. The price range is a high of \$55 for air-floated bagged clay to a low of \$21 for shredded, bulk material. Generally, foreign sources are more expensive at FOB point of origin. All U.S. prices are expected to increase slowly, reflecting higher quality requirements and increasing costs associated with land acquisition, land rehabilitation, and environmental and energy factors.

There have been no significant new developments in processing ball clays. The processing still consists of shredding, blending, drying, and grinding. Blending is extremely important to the producer and consumer in making available blends of specific technical properties, as well as making possible better control of properties. (This also extends the reserve of important grades.)

Other forms commercially available include: shredded and semidried, air-floated, and slurry (in the U.S. and England). Air-floated production accounts for over 65% of U.S. production.

There has been a trend in recent years to use more dried clay and less shredded clay by the consumers to offset higher transportation costs. This means more air-floated and semidried production and less shredded is being produced. In processing the clay, many of the producers are moving to larger, more energy efficient mills. In producing semidried or partially dried ball clays, fluid-bed-type driers have been more popular than rotary driers from an efficiency standpoint and also in cleanliness of operation.

There has been a trend in the U.S. and more recently in England for certain industries to convert from conventional handling methods of dried clays to a liquid of slurry clay delivery. This means the ball clay industry now has mixing, screening, and storage equipment for liquid clay.



Table I. Chemical Analysis of Typical U.S. Ball Clays

	A	B	C	D	E
SiO <sub>2</sub>	61.7%	54.7%	57.5%	54.0%	61.0%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24.9	31.0	25.9	30.7	24.5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.0	1.0	1.2	1.6	1.0
TiO <sub>2</sub>	1.7	1.1	1.3	1.1	1.3
CaO	0.3	0.3	0.5	0.4	0.1
MgO	0.2	0.2	0.7	0.5	0.1
K <sub>2</sub> O	2.1	1.2	1.6	0.2	1.7
Na <sub>2</sub> O	0.5	0.2	0.4	0.1	0.4
LOI	7.7	10.4	10.8	11.5	9.7
Total	100.1	100.1	99.9	100.1	99.8

Ball clays and ball clay mixes are available in a wide variety of chemistries, particle size distributions, organic content, and soluble salt levels. Clays and clay blends are formulated to develop desired properties depending on the application and attempts are made to control the properties within agreed-upon realistic limits. Table I shows some chemical analysis for typical U.S. ball clays.

Because of the complex factors that have to be considered, the user needs to consider more than the chemical analysis in determining his specific needs. Consulting with a supplier can be beneficial in determining all important properties for the application. Some important physical and chemical properties include: physical properties (MOR,

plasticity), casting properties (rheology), soluble salt content (SO<sub>4</sub>), type and amount of organic matter (colloidal vs massive), and chemical analysis.

Most grades are in excellent supply. Many producers have excess capacity and are not expected to have shortages even during a full economy. More truck shipping is used presently than in the past due to the deregulation of the trucking industry in the U.S.

There is little change in ball clay technology. In general, better equipment and greater recovery are achieved by using newer, more efficient equipment. More quality control is possible today due to better knowledge of the clays in the ground, better blending after mining, and better rotation of stock.

The major U.S. markets for ball clay

minerals are ceramics, pottery, and related products. The ball clay for these products is used as a plasticizing and bonding agent and must be essentially white-firing. For refractory products, the principal function of ball clays is as a bonding agent. There are some non-ceramic and specialty uses for ball clay minerals, but most of this information is withheld by the clay producers as proprietary information. There are minor amounts of ball clays used in adhesives, feeds, and drilling muds according to BuMines.

Ball clay producers have several problem areas that effect their production efforts. Some of these problems include:

1. Higher overburden/clay ratios.
2. Longer hauling distances from new producing mines to older producing plants.
3. Higher energy costs (diesel, natural gas, gasoline, and electrical costs).
4. More governmental regulations involving pollution control, permits, etc., required to open mines, work rules, etc.
5. Reclamation.
6. Greater emphasis and awareness by the general public of the effects of mining industry on the quality of life.

All of the above add up to higher costs to the producer and ultimately to the consumer. □

## Bauxite

J. L. Cunningham\*  
Harbison-Walker Refractories  
Pittsburgh, PA 15222

This overview will be limited to calcined, refractory-grade bauxites consumed from imports into the U.S. Statistics are unavailable for domestically produced bauxites due to the limited number of producers as reported by BuMines.

The 1984 imports of refractory-grade bauxite (85% to 90% alumina range, calcined basis) totalled 189 000 metric tons. About 58% of these imports were produced in Guyana; another 40% came from the Peoples Republic of China. Both sources are large-scale mining operations with the object being premium grade calcined materials. Production and imports from Surinam have been curtailed. Five-year historical bauxite im-

ports for refractory production are given in Table I.

Calcined bauxites continue to find application in a wide variety of high alumina refractory brick and monolithics. Usage trends are steady.

Typical technical features of major imported bauxite are shown in Table II.

Suppliers representing each major bauxite type are continually attempting to upgrade and build on the strengths of their respective material positions while optimizing production efficiencies. Availability appears to be no problem provided delivery lead times are planned in advance. Ample production capacities for refractory grade bauxites are described by the major suppliers.

Prices for calcined Guyanese material are \$165 per metric ton FOB rail

(Baltimore) or barge (Gulf Coast) according to *Industrial Minerals*. Chinese material runs about \$120 to \$145 per ton, CIFFO Burnside, depending on production method, grade, and size. □

## Beryllia

Kenneth A. Walsh  
Brush Wellman, Inc.  
Elmore, OH 43416

Beryllium oxide (BeO), or beryllia, is an outstanding conductor of heat as well as an excellent electrical insulator. Be-

Table I. U.S. Bauxite Imports

Year	Metric tons
1980	285 000
1981	237 000
1982	131 000
1983	147 000
1984	189 000

Table II. Commercial Bauxite Grades

Chemistry (calcined)	Source	
	Guyana	China
Alumina	88.30	87.8
Silica	6.50	6.0
Iron oxide	1.76	1.5
Titania	3.20	3.75
Alkalies	0.03	0.15
Bulk density (g/cc)	3.10+	3.10-3.30
Primary mineral form	Gibbsite	Diaspore



cause of its unique combination of thermal, electrical, and mechanical properties, its use as a ceramic material has greatly expanded. The largest use of beryllium oxide is as the raw material for the manufacture of beryllium-copper alloys, followed closely as the raw material for conversion to the metal.

BeO has been used as a ceramic material since the 1930s. Its initial metallurgical usage was for crucibles and thermocouple protection tubes because of BeO's inertness against reactive molten metals. BeO was also used in the phosphor formulation of early fluorescent tubes. With the advent of the nuclear age in the 1940s, the extremely small neutron-absorption cross section of beryllium was exploited for neutron moderation and to limit contamination in metal processing associated with nuclear technology.

During the early 1960s, beryllia's excellence as a heat sink ceramic material for electronics was recognized. Its specific heat of 1088 J/kg·K at room temperature is the highest of any oxide ceramic and is greater than that of all metals except beryllium. The thermal conductivity of beryllia is also the highest of any oxide ceramic; at room temperature the thermal conductivity of 250 W/m·K (145 Btu·ft/h·ft<sup>2</sup>·F) is about two-thirds that of copper and six to seven times that of alumina. Although its thermal conductivity decreases rapidly as temperature rises, the conductivity of beryllia at 100°C (a common operating temperature for electronic components), is still half that of copper and 10 times that of alumina. Even at 1000°–1500°C, thermal conductivity of BeO is three to eight times higher than that of alumina. Power transistors for most communications equipment and high-powered communication tubes use beryllia heat sinks to avoid overheating. Likewise, heat generated in resistor cores and substrates is rapidly dissipated, thereby minimizing hot spots and reducing temperatures of critical components. Such products are manufactured by Kyocera, Metaramics, National Beryllia Div. of General Ceramics, Inc., Brush Wellman, Inc., and NGK.

Cold-pressed-and-sintered BeO ceramics are manufactured by Brush Wellman, Inc., Consolidated Beryllium LTD, and the National Beryllia Div. of General Ceramics, Inc. High purity beryllium oxide powder is mixed with fluxing agents and grain-growth inhibitors before compacting at relatively high pressure. The moderating chemicals are commonly oxides of magnesium, aluminum, silicon, or a combination of two or three of these. The industry standard has become 99.5% BeO in the ceramic. One of the most common applications of BeO ceramics is in the electronic ignition modules of a large number of standard automobiles and trucks. In this

module, the metallized BeO plate is a heat sink under the Darlington integrated circuit chip. Similar metallized BeO ceramic products for use in other electronic and electrical applications are manufactured by Ceradyne, Kyocera, Brush Wellman, Inc., National Beryllia Div., Varian, Metaramics, NGK, Coors, and others.

Because of complex configurations or special dimensions, many beryllia parts must be machined to close tolerances. Beryllia has a hardness of about 65 R<sub>45N</sub> or 9 Mohs; grinding is usually done with diamond-impregnated wheels. Lapping or polishing is usually done with diamond or silicon carbide powder. Precision BeO substrates which are polished, laser scribed, or both, are available from Laser Services, Laseration, Accumet, Laserage Technology Corp., and P/M Industries, Inc. Grinding shops which shape precision parts from already-fired BeO ceramic stock are operated by Ceradyne, Accuratus Ceramics, San Jose Delta, Brush Wellman, National Beryllia, and Speedring.

In 1946, a chronic lung disorder found among many fluorescent tube workers in Massachusetts was described in the literature by Drs. Hardy and Tabershaw. This disease was later identified with beryllium exposure and is now referred to as berylliosis. Berylliosis is now accepted by medical opinion to be a disease of delayed immunological response. In other words, an individual must be "allergic" to beryllium to contract the disease. The experience in the beryllium and fluorescent lamp industries, where large numbers of employees were massively exposed before the toxicity of beryllium was recognized, indicated that only about 1% of those exposed contracted berylliosis.

There is no record of any ill effects resulting from ingestion of beryllia. However, the same care should be taken to avoid swallowing beryllium compounds as one would take with any other chemical compound. Beryllia ceramics utilized in their solid form for electronic applications are completely safe. The only known potential problem with beryllia is inhalation of excessive amounts of respirable beryllia (particulates less than 10 μm in size) by individuals who are hypersensitive reactors to beryllium. Respirable beryllia might be created as dust during drilling, machining, filing, crushing or other mechanical operations, as fumes and mists when metallizing, chemical etching, or wet grinding beryllia, or when chips, burrs, and slivers are pulverized into finer particles. In 1949, the U.S. Atomic Energy Commission (AEC) established three levels of maximum respirable airborne beryllium concentrations to safeguard against potential health hazards. Two covering in-plant conditions are 2 micrograms of beryllium per m<sup>3</sup> maximum

atmospheric concentrations over an 8-h day and 25 micrograms of beryllium per cubic m<sup>3</sup> of air for periods less than 30 min. These two limits were adopted as a consensus standard by OSHA. The third AEC recommendation of an out-plant standard limiting the level to 0.01 micrograms of beryllium per m<sup>3</sup> of air averaged monthly was established by the EPA for the immediate area surrounding a beryllium plant.

The standards adopted for airborne beryllium concentrations and the problems associated with air sampling and beryllium analysis have led to a decrease in the number of companies willing to manufacture beryllium oxide powders. The only source of BeO powder in the western world is Brush Wellman. Beryllia powder and ceramics are believed to be manufactured in the communist block countries of Poland, Russia, and China.

The utilization of BeO ceramics in the communications and electronic microcircuits continues to grow at a rapid pace in spite of the high cost of BeO over that of alumina. Raw stage BeO powder sells for \$120/kg (\$55/lb), FOB Elmore, OH, in quantities greater than 9100 kg (20 000 lb). The reserves of raw materials for BeO ceramic materials are quite encouraging. Since 1969, Brush Wellman has supplied its beryllium oxide requirements for alloy, metal, and ceramics from domestic deposits of bertrandite ore processed in its Delta, UT, mill. Although domestic mineral production would be capable of meeting all domestic requirements well beyond the year 2000, there is a need to rejuvenate the search for and recovery of beryl ore. Toward this goal, Brush Wellman resumed processing of beryl ore in its Delta mill in 1978. With both bertrandite and beryl processing capabilities installed, any increase in world demand for beryllium products can be met with pegmatic or domestic resources. □

## Boron

Paul F. Guttman\*  
U.S. Borax & Chemical Corp.  
Los Angeles, CA 90010

Domestic production of boron minerals and chemicals increased 7% in 1984 to an estimated 617 000 metric tons B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (680 000 tons). Imports of colemanite, ulexite and boric acid (mostly from Turkey) were estimated at 36 250 metric tons B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (40 000 tons) while exports of boric acid and refined borates were estimated at 235 000 product metric tons (260 000 tons). Reported domestic

consumption increased 1.2% in 1984 to 313 000 metric tons (345 000 tons). All U.S. production is based in California.

The ceramic industry represents almost 60% of the domestic borate market on a  $B_2O_3$  basis. Insulation fiber glass is the largest market segment consuming about 30% of total domestic  $B_2O_3$  in the form of borax pentahydrate and ulexite. Textile fiber glass, the fastest growing ceramic segment, consumes about 15% of the total  $B_2O_3$ . About 10% of total  $B_2O_3$  goes into other borosilicate glass manufacture; this market has declined recently because of pressure from imported glass. Other ceramic uses include vitreous enamels, frit, boron carbide, boron nitride and refractories. Overall market growth is expected to average 3%–4% through 1990.

The largest domestic producer, United States Borax & Chemical Corp., operates an open-pit mine at Boron, California. The adjacent refinery complex produces borax in decahydrate, pentahydrate, and anhydrous forms. Boric acid is produced in a unique direct ore processing plant. Specialty borate chemicals are produced at the firm's Wilmington, CA, plant.

Kerr-McGee Corp. recovers boron from the brines of Searles Lake. Borax decahydrate, borax pentahydrate, and anhydrous borax are produced at West End, CA; boric acid and anhydrous borax are produced at Trona, CA.

The third U.S. producer, American Borate Co., a subsidiary of Owens-Corning Fiberglas Corp., is mining colemanite (calcium borate) and ulexite/probertite (sodium-calcium borate) from an underground mine in Death Valley. Colemanite is used domestically in textile fiber glass production and ulexite is used as a raw material in making insulation fiber glass.

Etibank, the state trading company of Turkey, is the largest producer of boron minerals and chemicals outside of the United States. Etibank was to begin producing refined sodium borates at Kirka. This plant did not come on stream in 1984 and start-up operations are continuing. When completed, Etibank will be a full-line supplier with colemanite, ulexite, refined sodium borates and boric acid.

Other world producers of borates are the USSR, China, Argentina, Peru, and Chile. Several other countries produce boric acid from imported boron-containing materials.

With adequate capacities and inflation remaining under control, prices of major boron minerals and chemicals remained stable during the past year. A 3% price increase for major products was announced by U.S. Borax for April 1, 1985 and included the first increase for boric acid prices in over three years. Announced prices in dollars per metric ton for bulk railcars, FOB California are:

borax decahydrate \$206; borax pentahydrate \$236; boric acid \$627; and anhydrous borax \$664.

The U.S. ceramic industry is in a favorable position for long term supply of all boron-containing materials. Current capacities are adequate and economic reserves, while not definitely known, are typically published as being at least 100 years. In any case, the life of U.S. reserves will be affected by the timing and rate of development of the sodium borate deposits in Turkey. □

## Chromite

Harry M. Mikami\*  
Consultant  
Pleasanton, CA 94566

Chromite has three principal uses, metallurgical, refractory, and chemical. Many years ago, 25 or more, each use had its own type of chromite with the types being designated according to its usage. As the refractory application is the only one strictly within the ceramic industry, this review previously could have been confined to refractory chromite. But at present, there is considerable interchangeability of the different chromite types among the uses. Therefore, in discussing the supply-demand situation, it is desirable to cover all of the wide range of chromites and the consumption patterns affecting them. The U.S. has no domestic production and is totally dependent on imports.

Table I shows the U.S. consumption of chromite by industry for the 1980–84 period.

All three categories declined, reaching a low point in 1983. In that year the

long dominant metallurgical usage was number three. This was caused by enormous increase in use of imported ferrochrome by the steel industry over domestic ferrochrome produced from chromite. The increase of chromite for metallurgical use in 1984 to 108 000 metric tons (207 000 tons) was caused mainly by the conversion of government stockpile chromite to ferrochrome by way of a contract let out by the federal government. Since the ferrochrome will be returned to the strategic stockpile, the chromite consumption pattern is not normal. The second line for 1984 in Table I presents the normal distribution, excluding the special production from stockpile chromite. This line shows 1983 to 1984 increases of 67%, 32%, and 2% for metallurgical, refractory, and chemical industries, respectively. The chemical industry has emerged as the number one consumer of chromite and will likely remain so for the foreseeable future.

It should be emphasized, however, that the metallurgical industry always has been and will continue to be the largest consumer of chromium, most of which is provided by imported ferrochrome produced in countries that mine chromite.

The increase in refractory chromite consumption in 1984 was influenced substantially by the 10% increase in steel production from the previous year. A disproportionate share of the chromite increase, however, was caused by the 40% increase in open hearth steel production, as that process consumes about 10 times more chromite per ton of steel as does total steel by all processes. Open hearth steel rose to 9.1% of total steel in 1984 as compared to 7.1% in 1983. This is probably a temporary interruption in the long decline of the open hearth.

In 1984 chromite was imported from five countries. Table II shows sources

Table I. U.S. Chromite Consumption by Industry

Year	Metallurgical		Refractory		Chemical		Total
	Amt.*	%	Amt.*	%	Amt.*	%	
1980	520	59.2	141	16.0	218	24.8	879
1981	456	56.6	134	16.6	216	26.8	806
1982	245	49.5	73	14.7	177	35.8*	495
1983	58	19.7	65	22.1	171	58.2	294
1984†	207‡	44.1	86	18.3	176	37.6	469
1984	97§	27.0	86	24.0	176	49.0	359

\*Thousands of metric tons. †Preliminary estimates for all 1984 figures. ‡Includes G.S.A. chromite converted into ferrochrome for strategic stockpile. §Excludes converted stockpile chromite.

Table II. Chromite Imports into the U.S.\*

Country	Gross weight†	%	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> content	%	No. of grades	Avg. wt % Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
South Africa	201 822	78.4	92 914	81.4	3	46.0
Philippines	36 989	14.4	12 961	11.4	2	35.0
Finland	10 186	3.9	4 482	3.9	1	44.0
New Caledonia	3 150	1.2	1 764	1.5	1	56.0
Canada‡	5 408	2.1	2 047	1.8	3	37.9
Total	257 555		114 168			

\*First 11 months, 1984. †Metric tons. ‡Transshipment from a producing country.



and amounts of imports.

It is seen from the table that South Africa is by far the largest source of chromite, 78%, with the Philippines as second. The two countries supply 93% of the total imports. The chromite imports of Table II actually represent a minor portion of the total imports of chromium. In the same 11-month period shown in Table II, there was 2.6 times more chromium imported in ferrochrome. In this period 202 484 metric tons of chromium contained in ferrochrome and 78 119 metric tons of chromium contained in chromite were imported. This translates to 72% of the chromium from ferrochrome and 28% from chromite. Ferrochromium is imported from 15 countries. But only five countries supplied 93% of the total. These are: South Africa, 62%; Zimbabwe, 12%; Turkey, 9.2%; Yugoslavia, 6.3%; Brazil, 3.7%. South Africa supplied 67.4% of total chromium from chromite and ferrochrome.

Prices for chromite remained flat for most of 1984. EMJ market quotation for Transvaal 44% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, no ratio, chromite was \$56 to \$61/metric ton (\$51 to \$55/ton) for January-February and \$53 to \$57/metric ton (\$48 to \$52/ton) for the remainder of the year and January, 1985. Turkish 48% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3:1 Cr:Fe ratio, was quoted at \$121/metric ton (\$110/ton) for the same period. Actual prices for chromite imported during the first 11 months of 1984 ranged from \$40.53 to \$113.34 per metric ton FOB port of shipment. The weighted average price of total chromite imports in the same period was \$55.91 per metric ton. The wide range in prices attests to the need for special grades commanding premium prices. For example, Philippine high alumina grade with only 33% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sold for \$106.79/metric ton, while high iron South African with 44% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> brought the lowest price of \$40.53/metric ton. Another Philippine grade with low iron and 59.5% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> had the highest price of \$120.56/metric ton, but this chromite comprised only 1.1% of the total. Physical properties, such as grain size and hardness, as well as chemistry, affects the price. Prices of chromium in ferrochrome remained constant during 1984. These materials have been caught in the great metals-minerals commodities recession that has been going on for about three years, much longer for chromite.

Chromite usage in refractories declined very steeply from the 1970s and from as recently as 1981. The decline from 1981 to 1983 was 51%. In that period, raw steel production, a major user of refractory chromite, declined only 31%. Open hearth steel production, which uses the most chromite per ton of steel, declined 56% in that period.

It appears that the downtrend in refractory chromite consumption has flat-

tened out and will probably continue in the present range for a number of years. One reason for this is that the greatest erosion of use in the steel industry has occurred, although it is not completely over in the U.S. Another reason is that chromite usage in nonsteel industries now accounts for a larger percentage of the total than formerly. These uses have remained more or less the same as a percent of the output of these industries.

Supplies remain very large in South Africa and Zimbabwe. Reserves in the other countries from which the U.S. obtains chromite, while small in comparison to southern Africa, are adequate for a number of years. □

## Dolomite

David A. Hopkins  
J. E. Baker Co.  
York, PA 17405

Dolomite is a double carbonate of calcium and magnesium (CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) which theoretically contains 54.3% CaCO<sub>3</sub> (30.4% CaO) and 45.7% MgCO<sub>3</sub> (21.8% MgO), or a rock that is composed mainly of the mineral dolomite along with a certain percentage of impurities. These impurities are typically silica, iron, alumina, sulfur, and phosphorus. Dolomite that is used for ceramic purposes is usually of high purity. A high purity dolomite is generally considered to be one that contains at least 98% total carbonates (over 43% MgCO<sub>3</sub>) and less than 2% impurities.

The reserves of dolomite in the U.S. and Canada are extremely large, although high purity deposits are restricted to certain geographical areas, and many deposits have been and continue to be lost due to restrictive zoning regulations, urban development, and the continuing public opposition to mining in general. The largest reserves of high purity dolomite are contained in the Niagara Group in the states of the Great Lakes region, notably Ohio, Indiana, Illinois, and in the Canadian province of Ontario. Other less extensive deposits occur scattered throughout many other states. Reserves of dolomite for construction material and reserves of high purity dolomite for most applications should be more than adequate for many years to come, although some deposits more remote from market areas may have to be considered.

The exact tonnage of dolomite produced in the U.S. is difficult to determine, but BuMines is again attempting to differentiate between limestone and dolomite in its annual statistics. According to BuMines, in 1983 (which is

the last year for which complete statistics are available), dolomite was produced exclusively in 84 quarries. These quarries produced an estimated 22 million metric tons (24.2 million tons). An additional 46 quarries produced both limestone and dolomite without indicating the volume of each. A total of 61 companies in 23 states was involved in the production of dolomite. Leading states in dolomite production include New York, Pennsylvania, Michigan, Tennessee, and Virginia.

In 1983, 28 plants in 13 states produced dolomitic quicklime or dead-burned dolomite. The total lime production in 1984 is estimated to be approximately 14.4 million metric tons (15.9 million tons): of this amount, about 20% or around 2.9 million metric tons (3.2 million tons) was dolomitic including approximately 517 000 metric tons (570 000 tons) of dead-burned dolomite. This represents nearly a 6% increase in total lime production, and over a 20% increase in refractory dolomite production over the 1983 figures.

Approximately 1% of the total lime production and over 1.2 million metric tons (1.3 million tons) of crushed limestone and dolomite were used to manufacture glass. The amount of dolomite used for other ceramic applications; although important, make up a relatively minor tonnage. These uses include the production of refractory dolomite brick, a bonding agent in silica brick, and other specialized refractories in the process to produce periclase from sea water or brine, and as a filler or flux in the production of some whiteware and pottery. Other major nonceramic applications of dolomite include agricultural stone, flux stone, filler material, and for environmental applications.

Prices of dolomite are highly variable depending on the proposed application and the degree of processing of the material required. Prices may vary from a few dollars per ton for crushed dolomite used for construction purposes, to hundreds of dollars a ton for special varieties of dead-burned dolomite.

Although some rationalization of the industry is still occurring, 1984 was a relatively stable year after the rash of plant sales and shutdowns that occurred in 1983. Efforts are still continuing in order to reduce the cost of processing dolomite, especially in regard to optimizing kiln efficiencies, and research continues in order to improve the quality of various ceramic products manufactured from dolomite. This is in response to a more competitive marketplace, and more strict customer specifications. It is anticipated that 1985 should be on par with 1984, with some slight improvement possible. No supply problem can be seen for dolomite, as the U.S. is, and should continue to be, self-sufficient in this commodity. □

## Feldspar

William Z. Rogers\*  
Feldspar Corp.  
Spruce Pine, NC 28777

Feldspar is the name given to a group of minerals which are the most abundant constituents of the igneous rocks. Feldspar is found in pegmatites and granites throughout the U.S. The principal types of feldspar are orthoclase and microcline (the K-Spars), albite (NA-Spar), and anorthite (CA-Spar). All of these types are found in varying ratios in the granites and pegmatites exploited for commercial production of feldspar in the U.S. Potash spar refers to feldspar which is predominantly orthoclase or microcline (with a  $K_2O$  content of 8% or higher). Soda spar describes feldspar which is predominantly albite (usually containing about 7%  $Na_2O$ ).

Of the more than 40 countries around the world which produce feldspar, the U.S. is the largest. Production in the U.S. of feldspar and feldspar-silica (figures for feldspar-silica mixtures reflect feldspar content only) mixtures in 1984 was estimated at 644 000 metric tons (710 000 tons) with a production value of \$23 million, according to preliminary statistics from BuMines. 1984 results were comparable to those of 1983, with 644 000 metric tons (710 000 tons) valued at 22.5 million. Potash feldspar ( $K_2O$  content 8% or higher) production for 1984 was estimated at 65 000 metric tons (72 000 tons) valued at \$3.7 million, and was an improvement over 1983, 59 200 metric tons (65 200 tons) valued at \$4.2 million. Exports accounted for an estimated 9072 metric tons (10 000 tons) in 1984 vs 8490 metric tons (9360 tons) in 1983.

The improved economic conditions during 1984 maintained the demand for feldspar and related materials experienced in 1983. Strong demand for housing and commercial construction further increased the requirement for pottery plumbing fixtures, tile, and structural clay products in which feldspar is used. Fiber glass production was up with the continued improvement in construction, but further decline in glass container production resulted in reduced demand for feldspar in 1984, which offset gains in the other areas.

Feldspar for glassmaking is ground to nominal 20-mesh and 40-mesh, depending on the application. Feldspar provides alumina and soda ash for the glass batch, which improves the melting and forming characteristics of the glass. Among the end uses are glass containers, fibrous glass, TV picture tubes, specialty glass, and art glass.

Feldspar is the most widely used fluxing agent for ceramics, and can be found in formulations for both bodies and glazes, as well as for enamels and frits. End uses include pottery plumbing fixtures, wall and floor tile, dinnerware, electrical porcelain, and artware. Feldspar has also been found to be very suitable as an inert extender/filler in latex foam, paints, caulks, and plastics, and as an abrasive agent in cleanser compounds. End use distribution in 1984 of feldspar was estimated at 58% for glass, 38% for ceramics, and 4% for other applications, including enamels and fillers.

The major producing states were (in order of volume): North Carolina, Connecticut, Georgia, California, Oklahoma, and South Dakota, with the top three providing 90% of the output. Primary producers of feldspar and feldspar-silica mixtures are shown in Table I.

By-product and co-product producers of feldspar and/or feldspar/silica mixtures are shown in Table II.

The outlook for 1985 is for production volume somewhat better than in 1984 on the strength of continued stability in housing and construction related markets. Overall decline in demand for glass grade feldspar is expected to be offset by increased demand for feldspar for ceramic and filler applications. The U.S. government estimate for production in 1985 is 653 000 metric tons (720 000 short tons). □

## Fluorspar

John McClurg  
Seaforth Mineral & Ore Co., Inc.  
Cleveland, OH 44122

Consumers and producers experienced a good year for fluorspar in 1984; 1985 looks to be just as good.

Consumers have been treated to adequate supplies of fluorspar as well as stable if not lower prices for the entire year.

Producers have seen increased sales not only reduce some very large stockpiles that accumulated over the last several years of recession but also increase their operating rates from 40%–45% to the 95%–98% range. There are a few small remaining producer stockpiles, but these will shortly be worked off.

Supplies may tighten by the end of 1985 but we do not see any shortages on the horizon. Although fluorspar consumption has grown with the economic recovery in the past year and a half, it has not yet reached its prerecession level, partly due to the decline of raw steel production, some EPA considerations, and the general deindustrialization of the U.S.

There remains only one domestic mine/mill to supply an acid grade fluorspar for the ceramic industry; however, that facility exists primarily as a supplier of acid grade fluorspar to its parent company for the production of hydrofluoric acid and downstream compounds. Only 15%–20% of its production is sold to the general commercial market. The other large domestic mine has been closed for two years on a standby basis; it has now stopped the maintenance of the underground workings.

The high valued dollar has been a major factor in the closing of this mine and other industrial mineral mines in this country. The following change in ratio of (fluorspar-producing) foreign currencies are shown in Table I.

Table I. Producer of Feldspar and Silica-Feldspar Mixtures in the U.S.

Producer	Location	Facilities
Feldspar Corp.	Spruce Pine, NC	Mine and plant
	Middletown, CT	Mine and plant
	Monticello, GA	Mine and plant
Indusmin, Ltd.	Spruce Pine, NC	Mine and plant
Imcore Div., International Minerals & Chemical Corp.	Spruce Pine, NC	Mine and plant
Feldspar Div., Pacer Corp.	Custer, SD	Mine and plant
Calspar Corp.	Santa Fe Springs, CA	Mine and plant

Table II. By-Product and Co-Product Producers of Feldspar and Feldspar-Silica Mixtures in the U.S.

Producer	Location	Facilities
Arcola Sand & Gravel Div. of Ashland Oil Co.	Muskogee Co., OK	Dredge and plant
Foot Mineral Co.	Kings Mountain, NC	Mine and plant
Kings Mountain Mica Co.	Kings Mountain, NC	Mine and plant
Ottawa Silica Co.	Crystal City, CA	Mine and plant
Owens-Illinois Glass Co.	Mission Viejo, CA	Mine and plant
Spartan Minerals Div.	Bessemer City, NC	Mine
Lithium Corp. of America	Pacolet, SC	Plant



Table I. Rates of Exchange\* Affecting U.S. Fluorspar Production

Currency	Year	
	1980	1985
Rand	1 to 0.75	1 to 2.2
Peso	1 to 12.5	1 to 225
Peseta	1 to 90	1 to 175

\*Ratio of dollar to . . . .

Ceramic fluorspar which is a 90%–95%  $\text{CaF}_2$  product is generally not available, as it has been replaced by acid grade fluorspar. Due to the U.S. Tariff Code, less than 97%  $\text{CaF}_2$  has an ad-valorem duty of 13.5% vs a \$2.10 gross ton duty for over 97% (acid) acid (or a difference of from \$10 to \$12 a ton). Almost all dried fluorspar shipped to ceramic users is now over 97%  $\text{CaF}_2$ . Small amounts of ceramic or subacid grade are imported from Mexico, where poor metallurgy or complex ores prevent raising the grade to the U.S. Tariff grade of plus 97%  $\text{CaF}_2$ .

Total U.S. production of fluorspar in 1985 should be in the range of 39 000–68 000 metric tons (65 000–75 000 tons) of acid grade whereas apparent consumption will be from 680 000–317 000 metric tons (750 000–900 000 tons) of all grades. Imports from South Africa should be in the range of 154 000–172 000 metric tons (170 000–190 000 tons); acid plus some subacid grades from Mexico should be 200 000–245 000 metric tons (220 000–270 000 tons), from Spain 18 000–27 000 metric tons (20 000–30 000 tons) and perhaps as much as 14 000 metric tons (15 000 tons) from Italy. Most of this acid and subacid tonnage will be consumed by hydrofluoric plants and the balance will go into ceramics, steel, welding rods, abrasives, and metallurgical fluxes.

Wet concentrate prices, world-wide FOB vessel, for 1984 were in the range of \$95 to \$100 per metric ton. Ocean rates for 30 000 or 40 000 ton vessel lots have been very competitive and in some cases fluorspar bulk shipments have gotten "ballast" rates for ships coming to U.S. ports for grain cargoes. The excess vessel capacity in the world should continue at least through this year maintaining the low vessel rates to U.S. ports. Most present nonoperating domestic fluorspar producers would need price increases in the range of \$44/metric ton (\$40/ton) to motivate them to restart their mines and mills.

Mexico's effort to form a cartel totally collapsed in 1982–83 when buyers resumed control of the market; as a result Mexico lost market share that they have not, and probably won't, recover. South Africa took over a large part of that market with Spain and Italy following, based on good price, good grade, and on-time deliveries.

China keeps threatening to be a force in the market but they haven't seemed

to be able to prove consistency of delivery even though their grade and price have been good. Until China can improve its domestic infrastructure and reliability it will only be an occasional part of the fluorspar picture in the U.S.

Fluorspar has suffered from the environmental reaction to fluorine; the worst example was the fluorocarbon/ozone theory several years ago that destroyed a propellant market that was growing at the rate of 7% per year. Fluorine reduction projects in the glass and ceramic industry are working for 25% to 50% or more reductions in fluorine. For those industries continuing to use fluorspar, their specification for arsenic, phosphorus, mercury, and other possible hazardous residuals have tightened considerably, so that producers are constantly improving their techniques for purity to maintain their market share.

World reserves of fluorspar have remained fairly constant, as reduced consumption has practically eliminated the need for further exploration. Total operating mines have been reduced worldwide and there have not been any new large mines brought into production for over ten years.

Based on present and low projected future consumption, the present foreign sources of fluorspar are equipped to provide the U.S. industries with sufficient quantities of fluorspar for some years to come. □

## Graphite

Wilfred M. Kenan\*  
Asbury Graphite Mills, Inc.  
Asbury, NJ 08802

Natural graphite, a strategic industrial mineral, sometimes referred to as "plumbagos" or "black leads," is a soft, black, natural-occurring form of carbon which varies in hardness from 1 to 2 on the Mohs scale and has a specific gravity between 2.1 and 2.3 g/cc. It is resistant to attack by ordinary chemical agents and is chemically inert and stable at ordinary temperatures. Natural graphite is an excellent conductor of heat and electricity and will sublime at approximately 3500°C. It is furthermore characterized by an extremely low coefficient of friction and thermal expansion. This is primarily due to the atomic arrangement of the base structure of the graphite crystals. The crystals being held together both by van der Waal forces and covalent bonding.

The classifications of natural graphite fall into three general groups. They are

flake, veined (high crystalline), and amorphous graphite. The basis for variant modes of formation are contributed to both the base raw material and to the method in which the graphite was formed. The differences being both in physical properties and appearance as well as chemical composition.

Flake graphite consists of flat plate-like particles that occur in a disseminated form through layers of regional metamorphosed silica-rich sedimentary rocks such as quartz and mica schists, feldspathic or micaceous quartzites, gneisses, and marbles. The particle size can vary greatly depending on the nature of the formation. Commercial importance of each deposit will vary considerably, depending on the carbon content and the size of the flake.

Vein graphite (high crystalline) deposits are found in fissures, fractures, or other cavities, transverse, igneous, or metamorphic rock. This form is typically massive and the size of the particle can vary from fine grain to large lumps. Minerals that may be present as impurities include feldspar, quartz, mica, zircon, rutile, apatite, and iron sulfides. The vein deposits exhibit wide variation in width from a few millimeters to over two meters. There has been some debate over the formation of these deposits which display a high degree of density and toughness as well as high crystallinity in respect to the spacing.

Amorphous graphite is formed by metamorphism of coal seams or carbon-rich deposits which have been exposed to extremely high pressure and moderate temperatures. This particular type of graphite has a soft black earthy appearance in contrast to the crystallized graphites which have the striking metallic luster. In fact, the term "amorphous" is not strictly correct in this case at all, due to the fact that this graphite has small crystallites when examined under a microscope. The more appropriate term would be "microcrystalline graphite."

In common the vein, flake, and amorphous deposits vary considerably in size and purity. The purity is dependent upon the type of material it was before metamorphosis and determines to what application the graphite is eventually put. For example, the low grade Korean graphite is often used in industrial fuel because it is high in nongraphitic carbon.

The importation of natural flake graphite has shown a steady increase in all areas except the battery industry. The total imported natural flake graphite to the U.S. exceeded 18 000 metric tons in the year 1983 and is expected to grow at approximately 5% for the next several years, but the long term growth rate is expected to decrease to somewhere in the 3% to 4% range.

Although in 1979 a major change oc-

Table I. Major U.S. Imports of Natural and Artificial Graphite Powders (Metric Tons)

Country of Origin	Year					
	1979	1980	1981	1982	1983	1984*
Brazil <sup>†</sup>	2 097	4 863	3 585	4 720	3 233	3 750
Canada <sup>†</sup>			2 839	250	4 825	5 500
China <sup>†</sup>	2 449	3 342	3 926	7 640	5 368	5 800
Germany <sup>†</sup>	1 965	958	836	1 006	1 368	1 560
India <sup>†</sup>	60	55	458	392	425	415
Madagascar <sup>†</sup>	3 165	2 571	4 015	4 169	3 367	3 070
Russia	4 866	1 954	620			
Sri Lanka <sup>‡</sup>	2 022	1 223	919	1 195	743	760
China <sup>§</sup>	2 695	2 220	5 042	5 470	4 307	12 500
Korea <sup>§</sup>	11 574					
Mexico <sup>§</sup>	46 382	36 736	35 879	28 441	26 335	22 560
Switzerland <sup>†</sup>	1 316	1 699	1 796	1 959	2 555	2 765

\*Estimate. <sup>†</sup>Flake, price range: \$200-\$3500 per metric ton (FOB); media: \$929. <sup>‡</sup>Price range: \$500-\$1500 per metric ton (FOB); media: \$1025. <sup>§</sup>Amorphous, price range: \$60-\$120 per metric ton (FOB); media: \$929. <sup>¶</sup>Synthetic, price range: \$1650-\$3300 per metric ton (FOB); media: \$2475.

occurred in the importation of natural graphite, due to the decrease usage in the battery industry, the overall requirements have constantly increased due to recent developments in the refractory industry, both in the magnesite refractory and in the high alumina developments. It would be good to mention at this time that two new deposits have been reported in the last two years, one of them in Canada and the other one in China. Neither one of these deposits is presently being mined, but as the demand increases, these will start operation.

The importation of vein graphite (high crystalline graphite) in the U.S. has declined during the last several years. In 1982 1195 metric tons were imported, but in 1983 it declined to 743 metric tons. The decline has been primarily due to the low quality, erratic shipments and increase in price. It is due to the above factors that the majority of the U.S. consumers spent monies on research to develop new products without vein graphite.

In many research programs it was discovered that a superior product could be made with flake graphite at considerable savings.

It appears that the general decline will continue in the usage of vein graphite over the next several years or until the prices are put into proper perspective. Since vein graphite has a single source, Sri Lanka, it is not considered a desirable graphite for the development of new products. There will be more than an adequate supply until the year 2000 and the Sri Lanka mining company continues to search for new deposits and tries to upgrade its process.

Amorphous natural graphite has maintained its long historical standing as being the major volume material of the U.S. and the worldwide natural graphite consumption. The major uses for amorphous graphite are in the hot metal industries.

The general decline in the usage which has occurred in the last year has been primarily due to the lack of production in the hot metal industries. This setback

is only expected to be a temporary situation, and new developments in refractories will add to the increase in the consumption during the next several years. The one factor that makes amorphous graphite very acceptable in the hot metal and refractory industry is the fact that it is one of the cheapest graphitic materials on the market. It would be well to point out that there are various grades of amorphous graphite according to particle size and carbon content.

In Table I, four major categories have been listed on natural graphite and synthetic graphite powders which were imported into the U.S. Also included in this table is the general price range for each of these types. One must consider the fact that carbon content, type of graphite, and size of graphite are all factors which can affect the cost. It can easily be seen from Table I that there has been a general decline in the total usage of graphite since 1981, but 1985 projections will almost equal 1981 consumption. It can be also easily seen from Table I that as one source seems to disappear another one appears. Note that we no longer import graphite from Russia, primarily due to trade relations; but the new operation in Canada more than offsets what was lost from Russia. It can also be seen that the market area is constantly growing for the synthetic high purity graphite powders. The major consumers for the synthetic high purity powders are the battery industries.

In summary, there are three major uses of natural graphite: refractories, hot metals, and pencil industries. Other applications consist of batteries, powdered metals, plastics, magnetic tapes and disks, carbon brushes, seals, gaskets, conductive coatings, paints, and friction products. The general growth in all uses of natural graphite is expected to be in the range of 3% to 5% over the next five to ten years.

With respect to the world supply there appears to be an abundance of all types with the exception of vein (high crystalline graphite—Sri Lanka) graphite. This does not mean shortages will not

occur in certain types, due to development in new products. The supply line on the sources is very long, and many times new products can be on the market before mining operations can increase their production. As graphite is essential to a number of industrial processes, the demand is dependent upon the worldwide industrial activity.

The major industries which import and refine natural graphite in the U.S. are: Asbury Graphite Mills, Inc., the largest processor and its subsidiaries throughout the U.S., Canada, and Mexico; Superior Graphite Co. has processing plants in Chicago and Kentucky and mines graphite through its affiliates in Mexico; Southwestern and Dixon also have plants in the U.S. and import and process natural graphites in Texas and New Jersey. □

## Kyanite

Jesse J. Brown, Jr.\*  
Virginia Polytechnic Institute  
Blacksburg, VA 24061

Kyanite,  $Al_2SiO_5$ , is a mineral widely used in the refractories, glass, and ceramic industries. Most kyanite is used to make mullite refractories which cost more but have a much longer life than fireclay refractories under similar conditions. The U.S. has huge reserves of kyanite ore with proven workable kyanite-quartzite deposits containing 10% to 30% recoverable kyanite exceeding 91 million metric tons (100 million tons). The U.S. produces and consumes more kyanite than any other country.

Kyanite and the related aluminum silicate minerals, sillimanite and andalusite, became important during World War I with the critical need for porcelain spark plug insulators for airplane engines. Almost simultaneously, their value as raw materials for the production of mullite



and mullite refractories was recognized. By 1925, four domestic mines were in operation, but slow development of the mullite refractories industry and competition from imported Indian kyanite eventually forced most of these mines to close. Since 1955 only two mines have produced kyanite in the U.S.: Kyanite Mining Corp., in Virginia, and C-E Minerals, in Georgia. Through competition between these two companies, the price of domestically produced kyanite has enabled the U.S. to change from a major importer to a major exporter over the past 20 years. Kyanite was removed from the list of strategic materials for stockpiling by the U.S. government in March 1970.

Kyanite is an important refractory raw material because: 1) it provides an  $Al_2O_3$  content of 55% to 60%, 2) it expands irreversibly upon heating, 3) it decomposes to mullite at high temperatures, and 4) it does not melt until about 1800°C. In order to be commercially useful, kyanite ore must be crushed and extensively beneficiated to obtain a product that contains over 55%  $Al_2O_3$  and below 1%  $Fe_2O_3$ . Kyanite is marketed in size ranges of 35, 48, 100, 200, and 325 mesh (Tyler). Calcined kyanite (mullite) is also produced in similar size ranges.

Approximately 75% of the kyanite consumed in the U.S. is used to make refractories for the metals industry; an additional 15% is used in the glass industry, with the remainder being used in whitewares, such as spark plug insulators, catalyst substrates, dinnerware, sanitary ware, etc. Statistics on the production and consumption of kyanite in the U.S. are not made public because of the competitive postures of the two producing companies, but estimates suggest that 91 000 metric tons (100 000 tons) of kyanite are consumed and about 136 000 metric tons (150 000 tons) are produced annually in the U.S. at this time. Obviously significant quantities of kyanite are exported every year. The U.S. is the major supplier of kyanite to the world market.

India has produced and exported kyanite for many years, but a recent decision by the Indian government states that it does not intend to permit future export of refractory-grade minerals such as kyanite. Brazil has begun to market kyanite and will probably increase production somewhat in the near future. It has also been reported that a kyanite deposit in Bulgaria is in the process of being developed with significant production expected in several years.

The major producer of commercial kyanite in the U.S. (and the world) is Kyanite Mining Corp. operating the East Ridge and Willis Mountain Mines in central Virginia. Their production capacity is not public knowledge, but they have recently completed a new plant that in-

creases their capacity greatly. The other producer of kyanite is C-E Minerals, which operates the Graves Mountain mine in northeast Georgia.

It is interesting to note that kyanite consumption in the U.S. has decreased slightly in recent years. Apart from the recession, this is primarily a result of the process change to continuous casting in the steelmaking industry, a change that requires fewer refractories. New applications using kyanite, such as volume stable monolithic mixes, investment casting molds, brake linings, welding rod fluxes, ceramic fiber blankets, flex insulating blankets, etc., generally use small volumes and do not offset the decline in steel usage.

The main competition or substitute for kyanite is andalusite, primarily produced in South Africa. At this time, production and shipping costs prevent andalusite from being cost-competitive with kyanite in the U.S.; however, it does appear to be cost-competitive in Europe, Asia, and the Far East. There are

significant differences in andalusite and kyanite that may overshadow their price differences. Andalusite, for example, is available in coarse grades up to 1.27 cm (0.5 in.), whereas kyanite is not available coarser than 35 mesh. Andalusite does not expand irreversibly upon heating as kyanite does. There appears to be a trend toward mixing kyanite and andalusite where possible for many refractory applications, especially in the area of unfired monolithic mixes.

Extensive research in mining, beneficiation and product development of kyanite and kyanite-containing products has been conducted over the years, primarily by BuMines, National Bureau of Standards, and U.S. Geological Survey. In recent years all these programs have become essentially inactive. There continues to be the need for research, especially in developing improved methods of beneficiation, quality control, and development of techniques to make volume stable mullite prod. □

## Lead Products

John S. Nordyke\*  
Hammond Lead Products, Inc.  
Pittsburgh, PA 15220

Lead may well be the first metal to be smelted and used by ancient man. Artifacts made of lead are dated as early as 6500 B.C. The use of lead oxides in glass and glazes dates at least to the period from 2000 B.C. to 1600 B.C., while its use in enamels for application to glass and metals may date from the first century B.C.

The largest single use for lead is in the manufacture of storage batteries of all types. This industry uses, in an average year, about 60% of all lead produced. While this lead is used, it is not consumed. Most of the lead used in storage batteries is recovered as secondary lead and is used again. This is one reason why any fear that we may run out of lead in the foreseeable future is unfounded. There are other reasons as well.

The U.S. is the world's leading producer of primary lead. Australia, Canada, Peru, Mexico, and Yugoslavia follow in that order. The latest year for which U.S. production figures for pure refined lead are available is 1983 (see Table I).

Production of antimonial lead and other alloys make the grand totals of 1 019 000 metric tons (1 123 000 short

tons) in 1983. Recovery of secondary lead in the U.S. reached a high of 801 368 metric tons in 1979, but fell to 675 578 metric tons in 1980. Figures for 1981 and 1982 will show further declines because of the recession. U.S. production of lead is about 20% of the world total. Table I shows the effect of the recession on both the demand for and the supply of lead.

Both production and price of lead metal and lead products have been highly variable in the past few years (Table II). With reduced demand, prices have fallen from an all-time high of \$1.39/Kg (0.63/lb) in October 1979 to \$0.40/Kg (\$0.18/lb) for a brief period in January 1985, with frequent ups and downs between those extremes. Many factors affect the price of lead, chief of which are supply and demand. World politics which result in wars, or such inconveniences as the closing of the Suez Canal a few

Table I Lead Production (Pure Refined) U.S.\*

Year	Metric tons	Short tons
1972	648 160	714 463
1973	691 537	762 277
1974	646 278	712 388
1975	581 869	641 390
1976	597 276	658 374
1977	555 233	612 030
1978	517 831	629 191
1979	581 617	461 113
1980	550 087	606 358
1981	501 897	533 238
1982	512 817	565 288
1983	515 203	567 913

\*Source: Minerals Yearbook; BuMines, 1983.

Table II Lead Supplies in the U.S.\* (1983)

	Metric tons	Short tons
Mine production, metal content of ores	419 038	494 979
Refined primary lead	515 203	567 913
Secondary lead	503 501	555 104
Imports:		
Refined lead	176 000*	194 006
In ores and concentrates	20 000	22 046
Consumption, U.S.	1 148 487	1 265 989

\*Includes 42 000 metric tons of U.S. brands returned from the London Metal Exchange.

years ago, have their effect. Strikes or smelter closures force prices up by interfering with supply. Business recession drives prices down by cutting demand. Long range prediction of price trends, with any hope of accuracy, is difficult, if not virtually impossible.

Lead monoxide (litharge), or its equivalent in the form of lead silicates or frits, is the principal lead product used in ceramic industries (Table III).

Glass products represent the greatest usage. Glass for television, lighting, various electronic products, radiation absorbing glasses, optical and ophthalmic glasses, and tableware are all substantial consumers of lead compounds. While from year to year the quantity is variable, it can exceed 91 000 metric tons (100 000 tons) of world consumption in a single year. Lead oxides for glazes for dinnerware and for floor and wall tile are substantial consumers of lead products. Some of this is provided in the form of lead silicates of very low solubility and some is supplied by the manufacturers of frits and colors. Some of these frits have very low solubility and thus present little hazard to the workers.

Dry process enamels, used largely on sanitary ware such as bathtubs, also account for a substantial usage of lead products. This use is directly related to the rate of housing construction and rehabilitation and therefore is quite variable.

Lead compounds and compositions that are soluble in body acids such as gastric juice are toxic if ingested or inhaled in quantity. The average person, not industrially exposed, is not at risk from the normal environment. Much work has been done to assure safe foodware of all types. Concern for the industrial worker has resulted in development of safe lead compounds and frits which

are not absorbed significantly and pass through the body if ingested or inhaled. Engineering controls in the plants also are designed to minimize or remove the chance of exposure in the plant. The results of this effort to provide safe work conditions in the plants are shown by the near-absence of lead poisoning symptoms in the ceramic industries since World War II. In Britain, the potteries industry reported as many as 450 lead poisoning cases per year in the early part of this century; there have been none reported since World War II. □

## Lithium

J. H. Alexander\*  
Foote Mineral Co.  
Exton, PA 19341

Continued improvement was noted in the world consumption of lithium chemicals and metal during 1984 (See Table I). It is estimated that in 1984, 27 million kg (60 million lb) of lithium carbonate equivalents were consumed vs approximately 24.4 million kg (53.7 million lb) in 1983. Demand by the traditional consuming industries strengthened during the year.

During 1984, lithium chemicals continued to be produced in the U.S. by Foote Mineral Co. (a subsidiary of Newmont Mining Corp.) and Lithium Corp. of America (a subsidiary of Gulf Resources & Chemical Corp.). Chemetall (a wholly-owned subsidiary of Metallgesellschaft AG) of West Germany and Honjo Chemical of Japan, as well as the USSR and the Peoples Republic of China, also continued lithium chemical production. Lithium ore production continued in the U.S., Brazil, Australia, and Zimbabwe.

Lithium Corp. of America has an open-pit mining operation near Bessemer City, NC, where it produces spodumene ore as feed for its chemical plant in Bessemer City. A complete line of lithium chemicals and metal are manufactured. The announced capacity at this facility is 16 million kg (36 million lb) of lithium carbonate equivalents annually. Lithium

Corp. of Europe, a wholly-owned subsidiary of Lithium Corp. of America, located near Liverpool in the U.K., produces butyllithium and lithium metal.

Foote Mineral Co. has two sources of lithium in the U.S.—an operation at Kings Mountain, NC, where lithium carbonate is produced from spodumene, and at Silver Peak, NV, where lithium carbonate is produced from brine. Other downstream lithium chemicals are produced at Sunbright, VR, New Johnsonville, TN, and Frazer, PA. Foote Mineral's U.S. operations have a total capacity of 13 million kg (34 million lb)\* a year of lithium carbonate equivalents.

Sociedad Chilena de Lito Ltda. (SCL) began commercial production of lithium carbonate in July 1984. The feed material is supplied from a brine deposit located in the Salar de Atacama in northern Chile. This material is transported to a chemical facility located near the port city of Antofagasta. The initial capacity of this plant is rated at 6.4 million kg (14 million lb) of lithium carbonate annually. SCL is a joint venture, owned 55% by Foote Mineral Co. and 45% by the Chilean government development corporation, Corporacion de Fomento de la Produccion (CORFO).

Chemetall of West Germany produces a variety of lithium chemicals at its Langelshheim operation and is the largest producer of secondary lithium chemicals in Europe. The principal producer of downstream lithium products in Japan is Honjo Chemical Corp.

Higher internal consumption of lithium values is believed to be the principal reason for the lower level of exports from the USSR during 1984. The Peoples Republic of China had a lower level of activity with exports of lithium carbonate and lithium hydroxide in 1984 vs the previous year.

Lithium chemical prices rose by approximately 5% at midyear. The price trend over the past few years has roughly paralleled the rate of U.S. inflation.

Lithium carbonate and lithium ores continued to be used in black-and-white television tubes and in the production of glass/ceramics.

Research efforts continue on programs utilizing lithium to produce glass that will decrease or contain fuel and

Table III. Litharge Used in the U.S.\* Ceramic Industry

Year	Metric tons	Short tons
1979	37 620	41 469
1980	36 560	40 300
1981	34 732	38 285
1982	30 980	34 150
1983	37 143	40 943

\*All data are provided by BuMines Minerals Yearbook, 1985.

Table I. Estimated 1984 Western World Consumption Lithium Metal and Chemicals\*

Market	Kilograms	Pounds
North America	11 300	25 000
Western Europe	6 400	14 000
Far East	4 500	10 000
South America	2 500	5 500
All other countries	2 500	5 500
Total	27 200*	60 000

\*Thousands of kg and lb of Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> equivalents. †5116 metric tons U.



manufacturing costs. Chemical boosting of glasses with lithium can result in increased capacity by as much as 10% with only minor adjustments to the batch composition. Other advantages are decreases in temperature and refractory erosion.

The overall consumption of lithium values in the western world in 1984 increased by approximately 11% vs 1983. In 1985, consumption is projected to improve by an estimated 10%. The additional 6.4 million kg (14 million lb) of annual capacity that came on stream in midyear in Chile assures the consuming industries of long-term availability of lithium. □

## Magnesia/ Magnesite

A. N. Capp  
Combustion Engineering Corp.  
Bettsville, OH 44815

Magnesium oxide (MgO) is the most important product of the magnesium compounds industry. It occurs naturally as the mineral periclase, but those occurrences are rare and of no commercial value. The principle sources of magnesium oxide for commerce are magnesite ( $MgCO_3$ ), dolomite ( $CaCO_3 \cdot MgCO_3$ ), seawater, and magnesium-rich brines.

Major deposits of magnesite occur in Austria, Brazil, Canada, China, Czechoslovakia, Greece, India, North Korea, U.S., USSR, and Yugoslavia. The ores contain varying amounts of silica, iron, alumina, and lime and are usually mined selectively and often beneficiated. Beneficiation methods vary according to location but can include crushing and size separation, hand sorting, optical sorting, magnetic separation, heavy media separation, and froth flotation. Crude magnesite has very limited application and the bulk of it is used for the production of magnesium oxide.

The most important commercial process for the production of magnesium oxide from seawater and brines takes advantage of the fact that magnesium hydroxide  $Mg(OH)_2$  can be precipitated from solutions of magnesium salts by the addition of a strong base. The magnesium hydroxide is washed, thickened, filtered and then calcined to produce magnesium oxide. Calcined limestone ( $CaO$ ) or calcined dolomite [ $CaO \cdot MgO$ ] are usually used as the source of alkali. If calcined dolomite is used, half of the magnesium hydroxide in the pre-

cipitate comes from the dolomite. In another commercial process, concentrated magnesium chloride brine is sprayed into a thermal reactor where hot gases convert it to magnesium oxide and hydrochloric acid. The magnesium oxide is slurried and forms magnesium hydroxide, which is washed, filtered and calcined to produce magnesium oxide.

In the U.S., the main source of magnesium oxide is seawater and brines. Other countries which are major producers of magnesia from seawater and/or brine are Ireland, Israel, Italy, Japan, Mexico, UK, and the USSR.

The physical properties of magnesium oxide (magnesia) are governed by the precursor, time and temperature of calcination, and impurities. With increasing calcining time and temperature, the magnesium oxide crystallites increase in size and this is accompanied by decreases in porosity and reactivity.

Caustic-calcined magnesia is produced at temperatures below about 900°C and characterized by its moderate-to-high chemical reactivity. Typical end uses are in the manufacture of chemicals, rayon, petroleum additives, fertilizers, oxychloride cements for construction, and mineral supplements for animal feeds. Dead-burned magnesia is produced at temperatures above about 1400°C and characterized by low chemical reactivity and resistance to basic slags. Dead-burned magnesia is consumed almost exclusively in refractory applications.

BuMines estimates that in 1984 over 80% of the magnesia consumed in the U.S. was dead-burned magnesia for refractories; principally those used in the iron and steel industry. The remainder was used for caustic-calcined and specified magnesias and other magnesium compounds. In most other countries, the proportion of magnesia consumed in refractory applications is even greater.

Domestic production of magnesia for 1984 was estimated by BuMines to be 590 000 metric tons (650 000 tons), up slightly from 1983's 567 000 metric tons (625 000 tons), but down significantly from 1980's 726 000 metric tons (800 000 tons). Over the same period (1980-1984) imports increased from 47 000 to 59 000 metric tons (52 000 to 65 000 tons) while exports decreased from 47 000 to 18 000 metric tons (65 000 to 20 000 tons). Import sources over the period 1980-1983 were Ireland—41%, Greece—21%, Canada—10%, Japan—9% and other—19%. Canada became a major source in 1983. BuMines estimates for 1985 are 612 000 metric tons (675 000 tons) domestic production and 649 000 metric tons (715 000 tons) domestic consumption.

World magnesium oxide capacity is estimated to be approximately 8.1 million metric tons (8.9 tons); approxi-

mately 70% derived from natural magnesite and 30% from seawater/brines. Dead-burned magnesia accounts for approximately 85% of that total.

In recent years the world's magnesia industry has been plagued by overcapacity. There are a number of reasons for this, principal among them are 1) the decline in world steel production, which resulted in reduced refractory consumption, 2) a reduction in the specific consumption (lb/ton of steel) of refractories brought about by (a) improvements in steelmaking process technology and operating practices and (b) improvements in refractory technology and product applications, 3) overly optimistic estimates of future growth in world steel production during the 1960s and 1970s that led to major expansions in magnesia production capacity, 4) major increases in the price of energy during the early 1970s that reduced the competitiveness of synthetic magnesia and led to capacity expansions in natural magnesite operations and 5) the entry of North Korea and China, both with vast reserves of high grade natural magnesite, into the world market.

Magnesia resources are virtually unlimited and magnesia production capacity is more than adequate to meet probable demand for many years. World prices are depressed and range from less than \$110/metric ton (\$100/ton) to more than \$441/metric ton (\$400/ton) depending on grade. Domestic prices recently reported by the Chemical Marketing Reporter for synthetic magnesia, bulk in carload lots FOB plant, were: \$364/metric ton (\$330/ton) for chemical grade (caustic-calcined) and \$432/metric ton (\$392/ton) for refractory grade (dead-burned). □

## Nepheline Syenite

L. J. Carter\*  
International Minerals & Chemical Corp.  
Mundelein, IL 60060

Nepheline syenite is a holocrystalline, granular, igneous rock made up of nepheline ( $K_2O \cdot 3Na_2O \cdot 4Al_2O_3 \cdot 9SiO_2$ ), potash feldspar (microcline), soda feldspar (albite), and such minor accessory minerals as mica, hornblende, and magnetite. It is found in Canada, India, Norway, and the USSR. It resembles granite in texture but contains no free quartz. An analysis of the commercial ceramic nepheline syenite from Blue Mountain, ON, is:

SiO <sub>2</sub> .....	60.4%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	23.6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	0.08
CaO.....	0.7
MgO.....	0.1
Na <sub>2</sub> O.....	9.8
K <sub>2</sub> O.....	4.6
LOI.....	0.7
Total	99.98%

This analysis represents the commercial material after removal of iron. Iron content of the original rock is about 2%.

For this composition, nepheline syenite has a molecular weight of 447, specific gravity of 2.61 in the crystalline form, and 2.28 in the glossy state; hardness of about 6 in Mohs scale. It starts to sinter at cone 08 and has a PCE of about cone 7. There is an eutectic between soda feldspar and nepheline which is a factor in the wide sintering range of nepheline syenite.

In sanitary ware bodies, the substitution of nepheline syenite for potash feldspar makes possible a much lower firing temperature. A longer firing range with decreased warpage is noted when firing the ware in commercial tunnel kilns. Recent research in the development of low fired vitreous ware has demonstrated the fact that a cone 4 sanitary ware body can be made which will provide a very large reduction in the cost of fuel and refractories plus the added advantage of a fast firing cycle.

In floor and wall tile bodies, the lower fusibility and increased fluxing action of nepheline syenite permit the formulation of bodies maturing at lower temperatures. Direct substitution of nepheline syenite for potash feldspar in wall tile bodies lowers the absorption and moisture expansion and increases the shrinkage and mechanical strength. Floor tile bodies show less variation in thermal expansion with differences in thermal treatment than the corresponding feldspar bodies. Thermal expansion of talc wall tile bodies is lowered by the direct substitution of nepheline syenite for feldspar, although bodies fluxed with nepheline syenite alone have a higher thermal expansion than those fluxed with potash feldspar only.

In electrical porcelain the same general results as noted above may be expected; substitution of nepheline syenite for potash feldspar increases firing range, increases strength, decreases absorption, and increases shrinkage at the lower firing temperature.

In semivitreous bodies, nepheline syenite produces increased vitrification. There is a long range which results in less warpage. In bodies fluxed with nepheline syenite, the thermal expansion is greater than in corresponding feldspar bodies. This tends to further a state of compression in the glaze and reduces crazing tendencies.

Low temperature vitreous bodies ma-

Table I. Proposed Batch\* for Glass Using Nepheline Syenite

Sand	1000 lb
Nepheline syenite	153 lb
Burned dolomite lime	169 lb
Barium sulfate	12 lb
Fused borax (pyrobor)	27 lb†
Soda ash	339 lb
Arsenic	2 lb
Decolorizer	Sufficient quantity
Cullet	35% of weight of batch

\*Not considering weight of cullet, the foregoing batch will produce approximately 1548 lb of glass. †Prefer using fused borax or pyrobor, but if ordinary borax, which contains waters of crystallization, is used, it will be necessary to use 54 lb instead of 27 lb.

turing at cone 3 to 5 can be formulated from clays and nepheline syenite without recourse to an auxiliary flux. Such bodies have a long firing range and good strength. These bodies are highly translucent when prepared by wet milling, and by combining low temperature with a fast firing cycle a large savings is made in fuel, refractories, and ware lost from warpage; furthermore, a wider color range in both body and glaze is made possible.

The higher the nepheline syenite content of the bodies, the higher the thermal expansion and the smaller the variation in expansion with differences in thermal history. The addition of 5% to 10% flint raises the thermal expansion of the bodies so that typical semivitreous dinnerware glazes are placed under adequate compression and can be used for one fired ware. Also, special high compression glazes have been developed for this use. For two fired ware excellent glazes are available which have good service characteristics and which mature at cone 01.

A typical low temperature body formula is shown below:

Nepheline syenite.....	54%
Flint.....	6
Kaolin.....	24
Ball Clay.....	16

Due to its high alumina content, nepheline syenite is a good material for introducing alumina into a glass batch. It contains considerable alkali, a desirable constituent of the batch, and melts at a relatively low temperature. These advantages, together with the fact that it is taken into the melt very readily make it a desirable addition to tank glasses. Substitution of nepheline syenite for potash feldspar on a chemical analysis basis in a typical opal glass batch is said to permit melting at a lower temperature, thereby affording the possibility of fuel economy and longer life of refractories. The resultant glass will have the same thermal expansion as the comparable feldspar glass, but softens at about 50°C lower temperature. The iron-alumina ratio of this material makes it useful in glasses where low iron oxide content is of primary importance.

Table II. Glass Grade Nepheline Syenite

Silica	70.30%
Iron and alumina	2.36
Calcium oxide	6.32
Magnesium oxide	4.54
Barium oxide	.50
Sodium oxide	14.26
Potassium oxide	.48
Boric oxide	1.20
Total	99.96%

A typical container batch is shown in Table I which is rather high in aluminum oxide and lime, but it has been found that this glass has great durability and strength, and the rate of production is increased due to the higher aluminum oxide content.

Glass-grade nepheline syenite is now refined by means of magnetic separation, making possible a granular concentrate with a constant low iron oxide content (Table II).

In porcelain enamels, the obvious advantage again is the decreased fusion temperature possible. However, when substituting directly for feldspar, increased viscosity due to increased alumina makes it necessary to fire at nearly normal temperature to get proper maturity. It is also possible, through the use of nepheline syenite, to incorporate considerably more alumina in an enamel without increasing the hardness of the enamel. This is desirable because increasing alumina generally reduces the solubility of the enamel.

Recent tonnage figures indicate 413 000 metric tons (455 000 tons) of nepheline syenite shipped by the two North American producers on an annual basis. Of this total, 54 000 metric tons (60 000 tons) were fine grind, 309 000 metric tons (340 000 tons) were glass grade and 50 000 metric tons (55 000 tons) were export offshore.

Pricing for nepheline syenite has been depressed in recent years due to excess production capacity. In addition, glass containers, the major consumer of tonnage, has been affected by severe competition from both P.E.T. bottles and cans. □

## Pyrophyllite

Konrad C. Rieger\*  
R. T. Vanderbilt Co., Inc.  
Norwalk, CT 06855

The mineral pyrophyllite is in appearance similar to talc and is grouped with talc in many statistical presentations. In its pure form, it is characterized chiefly by its micaceous habit, cleavage, and

greasy feel. It is a comparatively rare mineral found in metamorphic rocks, frequently with kyanite. It occurs in considerable amounts in Guilford and Orange counties, North Carolina.

Pyrophyllite is anhydrous aluminum silicate with the formula  $Al_2O_3 \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$ , and like talc, rarely occurs in its pure form. For example, pyrophyllite mined in Robbins and Glendon, North Carolina, has a distinct mineralogy which makes it suitable for whitewares and refractories.

According to BuMines' *Mineral Facts and Problems*, 1985 Ed., using a table differentiating end uses for ground talc and pyrophyllite in 1983, we can extract the following data for the United States: 25 000 metric tons (27 000 tons) of pyrophyllite used in ceramics and 21 000 metric tons (23 000 tons) in refractories with a total of 84 000 tons. These figures account for 32.1% and 27.4% for ceramics and refractories respectively. In 1978 the use of pyrophyllite for all uses amounted to 103 000 metric tons (113 000 tons) with 15 000 metric tons (17 000 tons) (15%) used in ceramics and 35 000 metric tons (39 000 tons) (34.5%) in refractories. This indicates that the total tonnage for all uses decreased by 25% over the last 5 years. The use of pyrophyllite in refractories decreased by 41% since 1978 while the use for ceramics increased 59%.

The pyrophyllite reserves in North Carolina alone are said to total at least 12 million metric tons. Estimates of quantities are not available for California and Pennsylvania. Those states also have commercial deposits of lesser importance.

The whiteware grades contain, in addition to major pyrophyllite, major sericite and quartz with minor kaolin. High sericite pyrophyllite shows the following properties:

- Lowers firing temperature.
- Produces low moisture expansion bodies resulting in good craze resistance.
- Produces bodies with little or no shrinkage and reduced warpage.
- Increases thermal shock resistance due to its high thermal conductivity and low coefficient of thermal expansion.
- Greatly increases firing strength in vitreous bodies.

These properties result in the principal use of pyrophyllite ceramic wall tile bodies, with little or no shrinkage, greater uniformity in tile size, and less warpage. The high sericite content also contributes to the formation of mullite at comparatively low temperatures. Mullite, with its interlocking grain structure, results in greatly increased fired strength in vitreous bodies, where it substitutes for all the flint or all of the flint and some of the feldspar. The shrinkage and absorption properties are not affected by this substitution, while thermal shock

resistance is increased.

Another type of industrial pyrophyllite, mined at Glendon, is of particular interest for refractory applications, due to the following properties:

- Permanent expansion.
- Excellent reheat stability.
- Low reversible thermal expansion.
- Low bulk density.
- Low thermal conductivity.
- Highly resistant to corrosion by molten metals and basis slugs.

The minerals present are major pyrophyllite, major-to-moderate quartz, minor kaolin, and trace quantities of sericite. The properties of this type

pyrophyllite make it particularly suitable for insulating fire brick class 2300, 2500, and 2600.

Other applications include metal pouring refractories, castables, stiff plastic refractory compositions, gunning mixes, and kiln car refractories. In mold dressing, this type of pyrophyllite suppresses or totally inhibits the formation and structure of a skin on iron castings.

Another type of pyrophyllite is the andalusite-pyrophyllite deposit at Hillsborough. Here, quartz is floated away from pyrophyllite and andalusite, increasing the  $Al_2O_3$  content and PCE. □

## Refractory Clays

Paul Eusher\*  
Combustion Engineering, Inc.  
Andersonville, GA 31711

BuMines estimates 1984 clay usage for refractories in the U.S. was 1 700 000 metric tons (1 900 000 tons) categorized as fire clay, kaolin, bentonite, and ball clay.

Usage trends are dominated by production and technology requirements of the iron and steel industry, which consumes approximately 50% of U.S. refractories. Higher refractory clay consumption requirements caused by a 10% increase in raw steel production in 1984 was offset by the continued shift toward the use of higher alumina, basic, and nonoxide refractories. Increased usage of monolithic refractories has emphasized the importance of calcined aggregates and further decentralized specialty refractory production to regional locations.

The highest quality refractory clays—kaolin, and bauxitic kaolin—are mined and processed primarily in the Andersonville, GA, and Eufaula, AL, areas. Other kaolin producing areas are in central and northern Georgia, South Carolina, and Lone, CA. Most of the super duty flint clay is mined and processed in Missouri. There has been a further reduction of the lower quality refractory clays in Pennsylvania, Ohio, Kentucky, West Virginia, and Alabama.

The poor economic condition of the steel industry continues to hold prices down. Production focus is on cost reduction without adversely affecting quality. The most important process innovation to reduce costs has been the conversion of rotary kilns to coal firing. Production capacity exceeds demand with ample clay and calcined aggregate

available to the refractory industry. However, the larger operations must have sufficient volume to maintain profitable operations without price increases. Smaller companies with less capital and overhead can operate at lower capacity levels but cannot meet the demand requirements of the refractory industry. This will result in further restructuring if volume continues to decline.

Maintaining quality control standards is being increasingly stressed by refractory consumers. This situation has in turn reflected renewed attention on both the quality and long term consistency of all raw materials used to produce refractory products. High quality clays and calcined aggregates are rapidly replacing lesser quality materials—especially in monolithics—as more attention is given to hot load and corrosion resistance properties. □

## Silica

L. G. Burwinkel\*  
Pennsylvania Glass Sand Corp.  
Pittsburgh, PA 15237

The mineral industrial silica is distinguished from sand and gravel by its chemical purity—high  $SiO_2$  content and a low percentage of impurities such as  $Fe_2O_3$ ,  $Al_2O_3$ , and refractory minerals. For certain applications, industrial silica sand with an  $SiO_2$  content exceeding 90% is adequate. For most uses, however, the purer grades of industrial silica containing  $SiO_2$  in the 98% to 99+% range are specified. Unlike sand and gravel, industrial silica is washed, sometimes beneficiated to remove impurities, dried, and carefully screened to specific mesh ranges determined by its intended use. Industrial silica is also ground into grades such as 98% passing a 120 mesh, 98% passing a 325



mesh, etc. Finer micron-sized grades are offered by a few producers, with one supplier offering grades with average particle sizes as fine as 1.1  $\mu\text{m}$ .

Production and consumption of industrial sand, as reported by the BuMines, declined steadily from a high of 30 047 000 metric tons (33 120 000 tons) in 1979 to only 24 147 000 metric tons (26 617 000 tons) in 1983. Sales volume in 1983 fell 3.9% from 1982 tonnage and 17.1% from 1979 results, per the Bureau's statistics. Preliminary estimates from the Bureau indicate that 26 000 000 metric tons (29 000 000 tons) were produced in 1984, an increase of 8.9% over 1983.

Another source of industrial sand production data is the National Industrial Sand Assn., which reportedly represents producers accounting for approximately 85% of the industrial sand (excluding gravel) sold in the U.S. This association reports its members produced 22 702 000 metric tons (25 025 000 tons) in 1979, but only 15 823 628 metric tons (17 442 271 tons) in 1983. No tonnage estimates are available as yet for 1984.

According to BuMines' latest annual report, the average price of industrial sand in 1983 varied by region (as it has

historically). The 1983 reported prices were \$15.22/net metric ton (\$13.81/net ton) in the northeast, \$11.89/net metric ton (\$10.79/net ton) in the north central states, \$14.93 net metric ton (\$13.55/net ton) in the south and \$16.81/net metric ton (\$15.25/net ton) in the west. The national average price was \$13.93/net metric ton (\$12.64/net ton), while total revenues in 1983 are reported to have been \$329 500 000. Based on the latest information from the Bureau, 1984 total sales revenues are estimated at approximately \$370 000 000 with average national prices last year projected to be about (\$13.00/net ton).

Major consuming industries for industrial silica are glass (all types), foundry, metallurgical, abrasive, chemical, ceramics, filtration, coatings, and oil/gas well fracturing sand. Demand for industrial silica products is, of course, tied to their overall economic performance. The 1985 market will, therefore, mirror the conditions that prevail within these major markets during the year.

Expansion and modernization of various industrial silica producing facilities and the startup of new plants in recent years assure adequate supplies of silica products for at least the immediate future. □

## Silicon Carbide

Richard C. Perkins and Neil N. Ault\*  
Norton Co.  
Worcester, MA 01606

The first silicon carbide crystals were made accidentally by Edward Acheson while experimenting with a mixture of clay and carbon in an electric furnace. Silicon carbide does not occur naturally; it is a synthetic material made by combining silica and carbon. The Acheson resistance furnace remains as the basic manufacturing process, though it has been modified and updated in recent years to improve productivity and meet environmental standards.

High-quality silica sand (99.5%  $\text{SiO}_2$ ), low-sulfur petroleum coke, and electricity (3.5 kWh/lb) are the major ingredients. The reaction takes place in a trough-like furnace with removable refractory sides, or some similar configuration, and permanent refractory ends holding carbon electrodes. When the furnace is started, these electrodes are joined by a graphite core laid the length of the furnace near the center of the mixture which fills the furnace. The volt-

age passing through the resistance core generates a temperature of about 2400°C, and in about 36 hours the chemical reaction of silica and carbon to silicon carbide is complete. The reaction requires five to seven pounds of raw material for one pound of  $\text{SiC}$ . The highest purity (light green in color) material is found near the core. The outside layers of uncombined material are removed before further processing of the crude  $\text{SiC}$  begins. The crude is then selected for purity, crushed and graded with screens to meet the various requirements.

The most critical manufacturing issues in recent years have been the cost and availability of coke, cost of electricity, and environmental considerations. Petroleum coke, a by-product of petroleum refining, is also used by the aluminum industry and as a result in periods of high aluminum demand, it is in tight supply. Prices also have risen sharply in line with other petroleum-based products. Most plants are located near sources of low-cost hydroelectric power, but energy related cost pressures will continue to have an impact on  $\text{SiC}$  costs.

The issue that will continue to draw a great deal of the industry's attention and capital resources is the need to meet tighter environmental regulations. Costs and availability of material will be im-

acted as manufacturers decide which of the older plants will be closed, which can be effectively modified, and when to build new plants in order to meet the stricter standards.

Purity of silicon carbide determines the color. Light green material is about 99.8% pure and as the purity declines to 99.5%, the color changes to dark green, then to black at about 99% and finally to grey at 90%  $\text{SiC}$ . The purities generally available are 90% which is used for metallurgical and some refractory applications; 98%–99% is used for most abrasive and refractory applications. High-purity green  $\text{SiC}$  is used in a few special grinding wheel applications and special ceramic applications and as resistance heating rods. Ultrapure  $\text{SiC}$  is in growing demand for reaction-bonded products.

The requirement for high purity green material is relatively small and as a result, all manufacturers have rationalized their production to the point where it is manufactured only in selected plants and only in Europe or Japan.

For the manufacture of high performance ceramics by sintering or hot pressing, other methods of synthesis are sometimes used to prepare high purity, very fine reactive powders. Such processes include: plasma arc synthesis, continuous feed-through and induction furnace, batch reactions of silica and carbon in CO or inert gas, decomposition of polycarbosilanes, and chemical vapor deposition.

Six firms in North America currently produce silicon carbide by the Acheson process. This is one less than 1983 because ESK (USA) and Exolon have announced plans to combine their operations into a new company. Imports from Europe account for less than 6% of the total usage and are generally confined to specialty items such as green  $\text{SiC}$  and microgrits. Prices vary widely from \$496 to \$6614 per metric ton (\$450 to \$6000 per ton), depending on chemical and physical specifications. The bulk of materials for refractory uses sell for between \$661 and \$1102 per metric ton (\$600 and \$1000 per ton). Prices have been depressed for about three years—industry wide. As the economy picks up, price increases are likely.

According to BuMines, North American production in 1984 was 110 000 metric tons (121 000 tons) which is the same as 1983. The largest portion, about 45%, of  $\text{SiC}$  production is used in metal melting as additives in iron and steel-making. Aside from acting as a source of silicon and carbon, the silicon carbide imparts other desirable properties to the melt. It acts as a deoxidant, but more importantly, once the material is melted, the silicon carbide dissociates in an exothermic reaction which makes production of thin castings easier.

Abrasive applications account for

about 35% of silicon carbide usage. Large quantities are used in grinding wheels and in wire sawing of granite. Smaller applications include the manufacture of coated paper and cloth, lapping, and a wide variety of specialty jobs.

The most promising growth area of SiC is in refractory and ceramic applications. This segment now accounts for about 20% of total production. Silicon carbide has a number of properties that are desirable in these applications. Properties such as high thermal conductivity, high thermal shock resistance, high hot strength, and low coefficient of thermal expansion make it useful in applications such as kiln furniture, cements, crucibles, etc. Its extreme hardness is utilized in applications such as furnace skid rails where resistance to abrasion is critical.

Resistance to chemical attack even at high temperatures make it effective in corrosive environments such as those encountered in blast furnaces, aluminum reduction cells, and coal-fired power plants. The unique nonlinear electrical resistance characteristics of SiC make it useful in lightning arrestor blocks and heating elements.

Silicon carbide products of high strength can also be made by reaction bonding in which carbon and molten silicon are reacted in situ in form shapes made from carbon with or without silicon carbide. The strongest and most wear-resistant silicon carbide products are made by sintering or hot pressing of fine high purity powders. Such products are finding applications in areas of high wear such as mechanical seals and pump parts. Properties of wear and corrosion resistance and high hot-strength also make them useful for some engine components.

Silicon nitride, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, is a synthetic raw material which is made by high temperature chemical reactions between 1000° and 1600°C. Because of the unique properties of dense products of silicon nitride, it is beginning to find commercial uses after many years of research. Sintered and hot pressed silicon nitride bodies have high hardness, high strength, low density (3.2 Mg/m<sup>3</sup>) low thermal expansivity, and good oxidation resistance.

The first silicon nitride products were made not from silicon nitride raw material, but from silicon. Powder metallurgy techniques were used to fabricate shapes of silicon metal which were then fired in nitrogen to produce a porous silicon nitride product. Silicon carbide products bonded with silicon nitride have been made commercially for about 30 years. Like reaction bonded silicon nitride, the silicon nitride is manufactured in situ by firing a silicon carbide and silicon mixture in nitrogen.

High strength silicon nitride shapes were obtained after it was learned how

to hot press or sinter silicon nitride powders to theoretical density. The three most important methods for manufacturing silicon nitride powder are: reacting silicon metal powder with nitrogen; reacting silica, carbon, and nitrogen; and reacting chlorosilanes with a gas containing nitrogen or a nitrogen compound. The newest synthesis method is to spray fused silicon in nitrogen and quench.

For hot pressing or sintering, these powders are normally mixed with a sintering aid such as calcia, magnesia, or yttria. The sialons (combinations of silicon, aluminum, oxygen, and nitrogen) are often fabricated with silicon nitride powder as a raw material.

Published production figures for the U.S. and the world for silicon nitride powders are not available. Many of the manufacturers of silicon nitride products make their own powder. Estimated annual production of silicon nitride powder is 9.1 to 13.6 metric tons (10 to 15 tons) in the United States and 18 to 27 metric tons (20 to 30 tons) worldwide. Apparently, there is no domestic supplier of commercial quantities of silicon

nitride powder.

Powder can be purchased from German, Japanese, U.K., and Canadian sources. Prices vary depending on specifications for particle size and purity. They range from \$20 to \$350/kg.

Silicon nitride has been studied as a potential material for engines for the last 15 years. It is being used today to produce prechamber cups for a diesel application in quantities of about 120 000 pieces annually. This is the order of about 1000 kg annually, but it is a start. Tool bits of silicon nitride, sialon, and mixtures of silicon nitride with other materials are finding increasing use. There are at least five domestic suppliers of tool bits. They are also manufactured in Japan, the U.K., and Germany. Rolling contact bearings are being used in small quantities for high performance application.

Now that commercial uses are beginning to develop for this material, there should be a dramatic growth of these products made from silicon nitride. Fortunately, both silica and nitrogen are plentiful sources for the manufacture of silicon nitride. □

## Sodium Carbonate

Charles W. Raleigh  
FMC Corp.  
Philadelphia, PA 19103

Production of soda ash in the U.S. in 1984 was 7.8 million metric tons, essentially unchanged from 1983. Despite the strength of the dollar, however, the export market remained, strong particularly in the Asian markets. Latin America, Southeast Asia, China, and Japan continued to be major importers of U.S. soda ash. Exports represented 20% of U.S. production. Worldwide soda ash demand was 28 million metric tons, supplied by some 90 manufacturing plants in 36 countries. The U.S., with almost 30% of world capacity, was the

leading supplier (Table I). There are seven soda ash producing plants in the U.S. All except one (Allied's Syracuse plant) are based on the refining of naturally occurring ores or brines in Green River, WY, and Searles Lake, CA. Outside of the U.S. the synthetic process based on ammonia and salt still dominates.

Overcapacity in the U.S. and Western Europe continues to be a problem. U.S. pricing, although improved somewhat in 1984, is still down substantially from the 1982 high of \$101/metric ton. At the end of 1984, the price was \$87/metric ton at Green River, WY, with somewhat higher pricing by the east and west coast producers.

Table II summarizes the present U.S. soda ash end-use market. Glass containers dominate the market, but are experiencing severe competition from aluminum cans and from plastics. Soda ash consumption in glass container manufacture has also been adversely affected by the increased use of eco-

Table I. U.S. Domestic Producers of Soda Ash

Producer	Location	Nameplate capacity (Millions of metric tons)
FMC	Green River, WY	2.6
Allied Corp.	Green River, WY	2.0
Stauffer	Green River, WY	1.7
TexasGulf	Green River, WY	0.9
Tenneco	Green River, WY	0.9
Kerr-McKee	Searles Lake, CA	1.3
Allied Corp.	Syracuse, NY	0.7
Total		10.0

**Table II. U.S. Soda Ash Markets (1984)**

End use	Consumption (Millions of metric tons)
Glass and ceramics	
Glass containers	2.10
Flat glass	0.60
Fiber glass	0.20
Other glass and ceramics	0.20
Total glass and ceramics	3.10
Chemicals	1.20
Detergents	0.60
Pulp	0.15
Water treatment	0.20
All other	1.05
Total U.S. demand	6.30
Exports	1.45
Total U.S. production	7.75

logical cullet. State container deposit laws and environmental pressures have made cullet more available for recycle. Glass container production peaked in 1978 and has declined each year since. This end use for soda ash is expected to show no growth and probably will decline.

Soda ash is also used in the production of a wide variety of chemicals, many

of which find use in the ceramic industry. These include sodium silicates, phosphates, and lithium compounds. Other chemicals, such as baking soda and chrome compounds for pigments and auto use, are also based on soda ash. Two use areas showing good growth are builders for household detergents and the scrubbing of sulfur-containing wastes. Overall, though, growth of the U.S. soda ash industry is expected to be less than one percent per year.

With overcapacity in many parts of the world, considerable attention has been devoted to methods of reducing soda ash production costs. In the U.S., FMC Corp. has undertaken a major development program to apply solution mining techniques to the mining of trona (soda ash) ore. Solution mining in its simplest form consists of drilling two parallel wells, injecting a solution to dissolve the trona in one, developing an underground cavity, and removing the dissolved trona through the second well. This basic technique had been used for a number of years in salt and potash mining. It has the advantage of lower labor costs than dry mining, provides a higher percentage of ore recovery, and allows mining at depths that normally would be too deep to safely mine by conventional methods. By the fall of

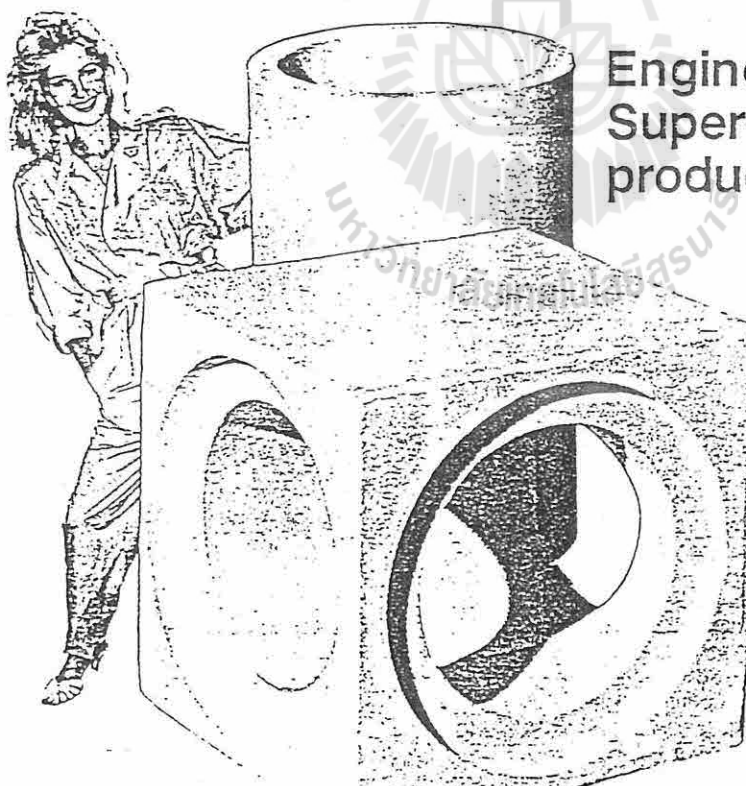
1985, FMC plans to have a full scale soda ash plant on stream at Green River, WY, using this technique.

The synthetic soda ash plants outside of the U.S. have been particularly troubled by the high cost of energy. To help combat this problem, several of the European synthetic plants have recently been converted from oil and gas based energy to coal or lignite. Two synthetic process soda ash plants within Europe have been closed.

Another result of this never-ending search for ways to reduce production costs has been an increasing interest in the development of foreign natural based soda ash deposits which might have lower energy requirements.

Recently, the discovery of large deposits of trona ore near Ankara, Turkey, has been reported. These deposits are receiving considerable attention because of their proximity to the EEC market. Studies to determine the optimum method for commercializing these deposits are now under way.

The Peoples Republic of China has reported the finding of extensive deposits of soda-ash-containing ore in Honan Province. Soda ash brine deposits in Mongolia have been known for many years. At present both of these deposits are too remote from their major markets for large scale develop-



## Engineering Excellence plus Super-Duty Kyanite or Mullite produce Superior Refractories

We have unlimited reserves of raw kyanite. A modern research and product development laboratory. The largest and most modern processing plant in the world. Strict quality controls in the production of both Kyanite and Mullite. And, on-time delivery by truck, railroad, shipboard, etc. These are the things that help us meet the growing world-wide needs for high alumina refractory additives.

For information, R and D assistance or samples, contact: Carroll Kay, Vice President Sales. Available: 35, 48, 100, 200 and 325 mesh.

**KYANITE MINING CORPORATION**

Dillwyn, Va. 23936 Telephone 804-983-2043 TWX 710-874-0290

Circle No. 165 on Reader Service Card.





ment. However, the Peoples Republic of China has a rapidly increasing demand for soda ash to supply its fast growing glass industry, and new synthetic process plants have been announced for Shandong, Xiamen, and Lianyungang. Completion is scheduled over the next three years. Present capacity there is 1.9 million metric tons.

In Africa, ICI has incrementally expanded its natural soda ash plant at Lake Magadi from 250 000 to 300 000 metric tons per year. British Petroleum is conducting studies to determine the economics of producing soda ash in Botswana from the Sua Pan deposits. Lake Natron in Tanzania contains major amounts of soda ash, but the cost of developing an infrastructure has slowed its commercialization.

Most recently, there have been reports of the finding of potentially interesting soda-containing brines in Queensland, Australia. Because of its large alumina industry, Australia must import major quantities of alkalis in the form of caustic soda. Should these new deposits prove economically attractive, the resulting soda ash could supplement a portion of these import requirements. ICI produces soda ash synthetically in Australia at Botany Bay.

In the area of synthetic soda ash capacity, there have been few changes. India has announced a new 400 000 metric ton plant scheduled for completion in 1986-87. Although India already has a capacity to produce 750 000 metric tons of soda ash per year, their requirements are rapidly increasing. Brazil has had plans to construct a new 200 000 metric ton per year plant at Macau for six years. The equipment has been received and delivered to the site, but funds are lacking for its completion. The ASEAN Group (Assn. for Southeast Asian Nations) proposed erecting 300 000 metric ton soda ash plant at Jattahip, Thailand. This plant too has been subject to numerous delays. Recent press releases indicate renewed interest.

A summary of soda ash capacity and demand is shown in Table III.

The North American and European market is mature and supply is more than adequate to supply the demands of the glass and ceramic industry. In Latin America and Asia (with the exception of Japan), the reverse is true, and these regions are net importers of soda ash. Japan has adequate soda ash capacity to supply its domestic needs, but has high production costs and hence imported soda ash has become highly competitive with locally produced material. Africa and the Middle East are essentially in balance, although Africa both imports and exports material.

Another new development during the past year is the foundation of the American Natural Soda Ash Corp. (ANSAC).

Table III. World Soda Ash Capacity and Demand (Millions of Tons)

Area	Capacity	Demand
North America	10.8	7.4
Africa/Middle East	0.6	0.6
Asia/Oceania	5.0	5.6
Eastern Europe	10.5	8.3
Latin America	0.4	0.9
Western Europe	7.3	5.8
Total	34.6	28.6

All of the U.S. soda ash producers have joined in the association to pool export sales and better serve their overseas customers.

In summary, there is adequate world soda ash capacity to serve all markets. Little new synthetic production capacity will be built over the next few years except in regional markets such as the Peoples Republic of China. Emphasis of the major soda ash producers will be on cost reduction projects. As part of this program, the industry may be expected to continue to seek out new natural brine and trona sources having potentially lower costs. □

## Talc

Randall L. Johnson\*  
R. T. Vanderbilt Co., Inc.  
Norwalk, CT 06855

The mineral talc is a soft, hydrous magnesium silicate,  $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Commercial talcs range from mineral products approaching the near-theoretical mineral composition to mineral products that have physical and/or pyrophysical properties in common with pure talc but contain very little of the actual minerals. The mineral composition of talc mined in Montana, for example, is essentially talc with minor chlorite, dolomite, calcite, and quartz. In Texas, depending on the district of mining, associated minerals include quartz, magnetite, chlorite, tremolite, and anthophyllite. In Vermont, magnesite, serpentine, chlorite, and sulfides are associated with the talc rock. We can see in just reviewing a few locations that talc minerals from different sources may present notable differences, which in turn shape the consumption pattern.

According to BuMines, the latest figures show the production of talc in 1982 for the U.S. was 1 million metric tons (1.1 million tons) and 1983 estimated at 0.95 million tons (1.04 million tons), a drop of approximately 8%.

Vermont, Montana, Texas, and New York, in order of volume, produced to-

gether 83% of the yearly total. There were 21 talc producing companies in 11 states in 1983; the three largest supplied 50% of the output. The ceramic industry consumed 34% of the ground talc.

Estimated reserve bases of talc-group minerals remain at 136 million metric tons (150 million tons) in the U.S. Exports of talc and related minerals from the U.S. during 1983 are estimated to outweigh imports by more than 11 to 1. Apparent consumption of talc-group minerals in the U.S. was 2% lower than 1982. However, using 1979 as a base, demand for talc and related minerals is expected to increase at an annual rate of about 2% through 1990. It is further estimated that in 1984, figures will show domestic mine production of talc will be 1.2 million metric tons (1.3 million tons) and U.S. apparent consumption will be 0.91 million metric tons (1.0 million tons). U.S. exports of talc minerals has shown cyclical growth in prior years, but the tonnage in 1983 was the same as 1982, and the lowest since 1976.

BuMines reports production worldwide for 1982 totalled 6.9 million metric tons (7.6 million tons), with 1983 tonnage estimated at 6.4 million metric tons (7.1 million tons.) The present world reserve base is listed at 299 million metric tons (330 million tons). World resources are estimated to be approximately five times the quantity of reserves. Shortages of talc, therefore, are not expected. The supply situation could be adversely affected, however, by lack of financial capital for expansion or stringent regulations on mining.

Petrographic and X-ray examinations of ores from the talc mining areas of Gouverneur, NY, show them to contain three principal minerals: talc, tremolite (nonasbestiform), and serpentine (in the form of antigorite). Due to the presence of 30%-50% prismatic tremolite, New York talc provides unique properties for the ceramic industry. Tremolitic talc is used in whitewares (semivitreous ware and vitreous ware), glazes, and refractories.

Typical semivitreous bodies include wall tile art pottery, and dinnerware. Tremolitic talc has been found to be an ideal raw material for the following reasons:

- Produces high thermal expansion bodies through the formation of enstatic, resulting in glazes being put in compression which, in turn, tends to prevent crazing.
- Low moisture expansion bodies are produced resulting in good resistance to delaying crazing.
- Aids dry-pressing because of the presence of 30%-50% prismatic tremolite.
- Permits faster pressing, eliminates lamination, and improves product density.

- Especially suitable for high talc, low temperature casting bodies through control of specific resistance on certain grades.

- Low firing temperatures and fast firing schedules are possible, which conserve energy and, in many cases, reduce cost.

The use of talc as an auxiliary flux in vitreous bodies (high alumina, electrical porcelain, vitreous china, sanitary ware, and translucent artware) to form a eutectic with feldspar and nepheline syenite is well known. The result is a tighter and stronger body when fired to the same temperature, or the maturing temperatures may be reduced to effect fuel impact on the maturing temperature. Pieper described a low-thermal-expansion ceramic composition in his patent application, using tremolite (5%–20%) as a constituent to make "cordierite-like ceramics" suitable for thermal shock resistance cookware. This body composition has advantages when compared with a cordierite body such as reduced firing temperatures and wider firing range. □

## Wollastonite

Konrad C. Rieger  
R. T. Vanderbilt Co., Inc.  
Norwalk, CT 06855

Wollastonite, a calcium silicate (48.3% CaO 51.7% SiO<sub>2</sub>), has received much attention over the last decade. Twelve years ago, world production of wollastonite was about 40 000 metric tons/yr, a rise of 275%. With the market for wollastonite to grow at about 10% per year for at least the next five years, the increase may create a shortage.

The U.S. is the leader in wollastonite production with an output in excess of 50% of the estimated world production. Other producers include Finland, Mexico, India, Turkey, and Namibia. West Germany is producing synthetic wollastonite. The wollastonite ore bodies vary from location to location and for the most part need to be beneficiated. Associated minerals in the largest wollastonite operation (at the Fox Knoll Mill near Willsboro, NY), are primarily up to 40% garnet and other impurities. High intensity magnetic separation is used to separate the garnet. In the Gouverneur region of New York, a rather pure wollastonite is being mined, which contains only minor calcite and traces of diopside, and does not have to be beneficiated. In Finland, the deposit contains limestone, dolomite, and an average wollastonite content of 18%–20%. Froth flotation and optical ore sorting is being

used in this operation to upgrade the wollastonite.

Why has wollastonite become so popular for ceramic application? In wall tile, its major use area, it assists toward uniformity of dimensions, low shrinkage, good strength, low warpage, low moisture expansion, and fast firing with decreased gas evolution. In semivitreous ware, substituting 1% to 3% wollastonite for flint and/or flux decreases shrinkage and moisture expansion and increases strength. In vitrified bodies, replacing 2% to 5% feldspar and quartz with wollastonite results in decreased shrinkage and lower vitrification temperature. In glazes, wollastonite may be used to substitute for limestone and flint, reducing the volatiles and increasing the gloss and texture of the glaze. In porcelain enamels, wollastonite acts as a natural frit reducing gas evolution.

In the production of glass and fiber glass, wollastonite shows advantages of reduced energy requirements, if used in place of limestone and sand. In addition, the presence of "scum" (floating layer of unmelted material on the molten glass surface) and "seeds" (extremely small gaseous inclusion in glass) are also lessened. We can see that most benefits are related to reduced energy consumption, a basic reason for the sudden popularity of wollastonite.

Wollastonite also finds use in glaze and body stains, in frits for glazes, in bonds for vitrified grinding wheels, in ultralow ceramic insulating bodies, and an auxiliary flux in electrical insulators. In other applications, such as in slag treatment for the steel industry, wollastonite is being investigated and could potentially contribute to a greater increase than projected. Overall, wollastonite has unique properties which will push up the demand. □

## Zinc Oxide

Michael L. Deelo  
St. Joe Resources Co.  
Monaca, PA 15061

Consumption of zinc oxide in the U.S. over the last 10 years has averaged 182 000 metric tons (200 000 tons) and most of this has been supplied by three large domestic producers. In 1984, U.S. consumption was about 186 000 metric tons (205 000 tons), a 10% increase over 1983.

Production capacity for U.S. zinc oxide is presently 227 000 metric tons per year (250 000 tons per year) and is adequate for today's market. Imported zinc oxide has made substantial gains in re-

cent years. Currently, it accounts for about 17% of U.S. consumption.

The U.S. has ample zinc oxide capacity for the short term future, even though raw material availability remains a concern. The supply of zinc concentrates for primary smelting is adequate for the present time, but many metal producers have started using high quality zinc secondary (recycle) materials that were traditionally reserved for zinc oxide and zinc dust producers. The problem of recycle raw material availability is becoming serious as auto shredders begin to process the generation of automobiles which contain less recoverable zinc.

Price of zinc oxide is largely influenced by the price of slab zinc (metal). The slab zinc market has approximately 10 times the volume of zinc oxide on a world basis. That factor is significant in the area of feed materials. Zinc oxide producers compete with slab zinc producers for the same raw materials which are all based on slab zinc price. Therefore, the production costs and, eventually, the price of all zinc products generally move in the same direction, at about the same time.

Zinc oxide does not exactly track the price of slab zinc on a month-to-month basis. However, long term pricing trends of both materials are similar. Last year, we saw the price of slab zinc move downward at a very sharp rate. The price of zinc oxide followed at a lagging pace.

With regard to properties, zinc oxide is a fine, white powder and is both a pigment and a chemical. It is nontoxic, amphoteric, and relatively inexpensive. All these properties have resulted in zinc oxide appearing in a wide range of important large tonnage applications.

Rubber is the most important market for zinc oxide, accounting for over 50% of industry sales. Zinc oxide continues to serve an important function as a rubber vulcanization activator. No substitute products are anticipated to replace zinc oxide, even though much effort has been put into assessing replacements. The recent recession has hit the rubber industry hard, but it is expected to recover as economic recovery becomes apparent.

Within the rubber industry, the major tire companies use most of the zinc oxide. In 1984, tire production was excellent and resulted in a very good year for zinc oxide consumption. The present year is expected to remain strong for the rubber industry—following the trends of automobile production.

The paint industry accounts for approximately 10% of zinc oxide consumption. After significant declines in the late 1970s, the paint industry usage for zinc oxide seems to be holding steady at slightly less than 10% of the total market. The loss of tonnage was attributed to a customer preference for





Designation: C 775 - 79 (Reapproved 1997)<sup>ε1</sup>

## Standard Method for Particle-Size Analysis of Whiteware Clays<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 775; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

<sup>ε1</sup> NOTE—Section 16 was added editorially in October 1997.

### 1. Scope

1.1 This method covers the quantitative determination of the distribution of particle sizes in kaolins and ball clays in the size range 44 to 0.1  $\mu\text{m}$  by the sedimentation process. Particles are allowed to settle under normal gravitational forces and concentrations of particles in the size range 44 to 2  $\mu\text{m}$  are measured using a hydrometer. Centrifuging is used to cause the smaller particles to settle more rapidly so that concentrations of particles in the size range 2 to 0.1  $\mu\text{m}$  may be measured using a pipet.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

- E 11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes<sup>2</sup>
- E 100 Specification for ASTM Hydrometers<sup>3</sup>

### 3. Definition

3.1 *equivalent spherical diameter*—the diameter of a spherical particle having the same density and sedimentation rate in the same fluid as the clay particles being tested.

### 4. Apparatus

4.1 *Stirring Apparatus*—A mechanically operated stirring device in which a suitably mounted electric motor turns a vertical shaft at a speed of not less than 10 000 r/min without load. The shaft shall be equipped with a replaceable stirring paddle made of metal, plastic, or hard rubber as shown in Fig. 1. The shaft shall be of such length that the stirring paddle will operate at not less than  $\frac{3}{4}$  in. (19.0 mm) nor more than 1  $\frac{1}{2}$  in. (38.1 mm) above the bottom of the dispersion cup. A special dispersion cup conforming to either of the designs shown in Fig. 2 shall be provided to hold the sample while it is being dispersed.

<sup>1</sup> This method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.04 on Clays.

Current edition approved Aug. 31, 1979. Published November 1979. Originally published as C 775 - 74. Last previous edition C 775 - 74.

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.02.

<sup>3</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.03.

NOTE 1—A few clays are difficult to disperse and for these clays the use of a Waring blender<sup>4</sup> or equivalent is recommended.

4.2 *Centrifuge*—The centrifuge shall have bottles with a capacity of approximately 250 mL, and the rotational speed shall be closely controlled and measured using a tachometer. A timing device should be used to stop the centrifuge after predetermined time intervals.

4.3 *Hydrometer*—An ASTM hydrometer, graduated to read in either specific gravity of the suspension or grams per litre of suspension, and conforming to the requirements for Hydrometer 152H in Specification E 100.

4.4 *Sedimentation Cylinder*—A glass cylinder essentially 18 in. (457 mm) in height and 2  $\frac{1}{2}$  in. (63.5 mm) in diameter, and marked for a volume of 1000 mL. The inside diameter shall be such that the 1000-mL mark is  $360 \pm 20$  mm from the bottom on the inside.

4.5 *Sieve*—A No. 325 (45- $\mu\text{m}$ ) sieve conforming to the requirements of Specification E 11.

4.6 *Water Bath or Constant-Temperature Room*—A water bath or constant-temperature room for maintaining the clay suspension at a constant temperature during the hydrometer analysis. A satisfactory water tank is an insulated tank that maintains the temperature of the suspensions at a convenient constant temperature at or near 25°C (77°F). Such a device is illustrated in Fig. 3. In cases where the work is performed in a room at an automatically controlled temperature, the water bath is not necessary.

### 5. Records

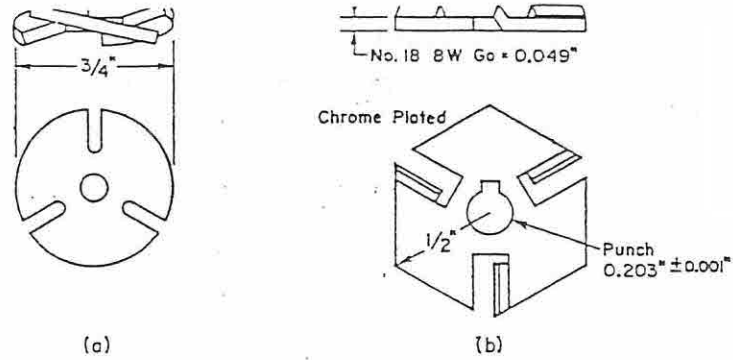
5.1 *Dispersing Agent*—Dissolve 2 g of sodium hexametaphosphate (sometimes called sodium metaphosphate (Na-PO<sub>3</sub>)) in 1 L of distilled or demineralized water.

NOTE 2—Some fine-grained clays require more of the dispersant and up to 6 g/L of water may be added after trials have been run to determine the percentage of dispersant causing the maximum fluidity using a viscometer suitable for clay-water suspensions.

NOTE 3—Solutions of this salt, if acidic, slowly revert or hydrolyze back to the orthophosphate form with a resultant decrease in dispersive action. Solutions should be prepared frequently (at least once a month) or adjusted to pH of 8 or 9 by means of sodium carbonate. Bottles containing solutions should have the date of preparation marked on them.

5.2 *Water*—All water used shall be either distilled or demineralized water. The water for a hydrometer test shall be brought to the temperature that is expected to prevail

<sup>4</sup> Available from Waring Products Div., Dynamics Corp. of America, New Hartford, CT 06057.



Metric Equivalents

in.	0.001	0.049	1/2	3/4
(mm)	(0.03)	(1.24)	(12.7)	(19.0)

FIG. 1 Detail of Stirring Paddles

during the hydrometer test. For example, if the sedimentation cylinder is to be placed in the water bath, the distilled or demineralized water to be used shall be brought to the temperature of the controlled water bath; or, if the sedimentation cylinder is used in a room with controlled temperature, the water for the test shall be at the temperature of the room. The basic temperature for the hydrometer test is 25°C (77°F). Small variations of temperature do not introduce differences that are of practical significance and do not prevent the use of corrections derived as prescribed.

6. Hydrometer Test and Sieve Analysis

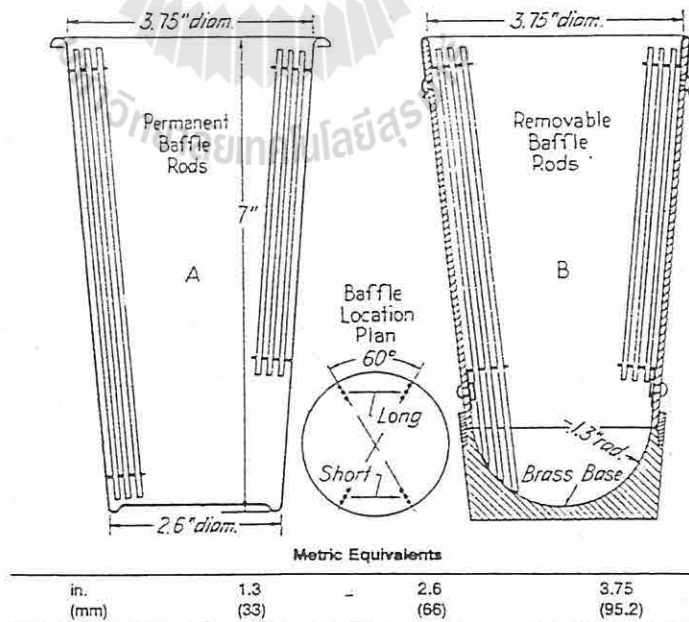
6.1 Determination of Composite Correction for Hydrometer Reading:

6.1.1 Equations for percentages of clay remaining in suspension, as given in Section 13, are based on the use of distilled or demineralized water. A dispersing agent is used in the water, however, and the specific gravity of the resulting liquid is appreciably greater than that of distilled or demineralized water.

6.1.2 Calibrate the hydrometer at 20°C (68°F). Variations in temperature from this standard temperature produce inaccuracies in the actual hydrometer readings.

NOTE 4—The amount of the inaccuracy increases as the variation from the standard temperature increases.

6.1.3 Hydrometers are graduated by the manufacturer to be read at the bottom of the meniscus formed by the liquid



Metric Equivalents

in.	1.3	2.6	3.75
(mm)	(33)	(66)	(95.2)

FIG. 2 Dispersion Cups of Apparatus

C 775

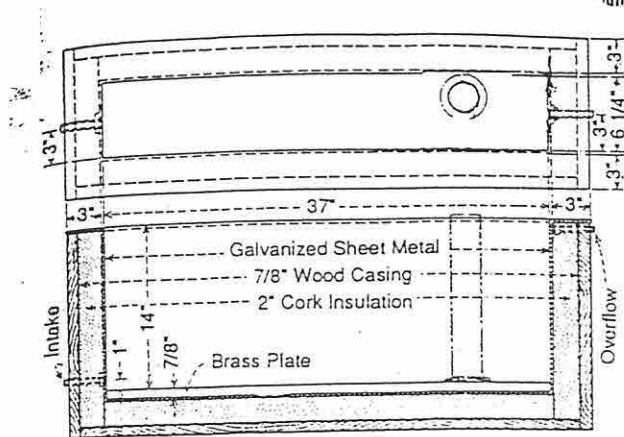


FIG. 3 Insulated Water Bath

on the stem. Since it is not possible to secure readings of the clay suspensions at the bottom of the meniscus, readings must be taken at the top and a correction factor applied.

6.1.4 The net amount of the corrections for the three items enumerated is designated as the composite correction, and may be determined experimentally.

6.2 For convenience, a graph or table of composite corrections for a series of  $1^\circ$  temperature differences for the range of expected test temperatures may be prepared and used as needed. Measurement of the composite corrections may be made at two temperatures spanning the range of expected test temperature, and corrections for the intermediate temperatures calculated assuming a straight-line relationship between the two observed values.

6.3 Prepare 1000 mL of liquid composed of distilled or demineralized water and the dispersing agent in the same proportion as will prevail in the sedimentation (hydrometer) test. Place the liquid in the sedimentation cylinder and the cylinder in the constant-temperature water bath, set for one of the two temperatures to be used. When the temperature of the liquid becomes constant, insert the hydrometer, and, after a short interval to permit the hydrometer to come to the temperature of the liquid, read the hydrometer at the top of the meniscus formed on the stem. For Hydrometer 152H, it is the difference between the reading and zero. Bring the liquid and the hydrometer to the other temperature to be used, and secure the composite correction as before.

## 7. Hygroscopic Moisture

7.1 When the sample is weighed for the hydrometer test, weigh out an auxiliary portion from 10 to 15 g in a small metal or glass container, dry the sample to a constant weight in an oven at  $110 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $230 \pm 9^\circ\text{F}$ ), and weigh again. Record the weights.

## 8. Dispersion of Clay

8.1 Weigh out a sample of 50 g of air-dry clay. Place the sample in a 500-mL beaker and cover with 250 mL of the dispersing agent (2 g/L). Stir until the clay is thoroughly wetted. Allow to soak for at least 24 h.

8.2 At the end of the soaking period disperse the sample further, using the stirring device. Transfer the clay-water slurry from the beaker into the special dispersion cup shown

in Fig. 2, washing any residue from the beaker into the special dispersion cup using distilled or demineralized water. Add more of the distilled or demineralized water, if necessary, so that the cup is more than half full. Stir for a period of 10 min.

## 9. Sieve Analysis

9.1 Transfer the suspension to a No. 325 (45- $\mu\text{m}$ ) sieve, collecting the suspension passing through the sieve for use in the hydrometer test. Rinse the special dispersion cup with a small amount of distilled or demineralized water and pour through the sieve. Transfer the material on the No. 325 sieve to a suitable container, dry in an oven at  $110 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $230 \pm 9^\circ\text{F}$ ) and weigh. Record the weight.

## 10. Hydrometer Test

10.1 Immediately after dispersion and passing through a No. 325 (45- $\mu\text{m}$ ) sieve, transfer the clay-water slurry to the glass sedimentation cylinder, and add distilled or demineralized water until the total volume is 1000 mL.

10.2 Using the palm of the hand over the open end of the cylinder (or a rubber stopper in the open end), turn the cylinder upside down and back for a period of 1 min to complete the agitation of the slurry. (Note 5). At the end of 1 min set the cylinder in a convenient location and take hydrometer readings at the following intervals of time (measured from the beginning of sedimentation), or as many as may be needed depending on the sample or the specification for the material under test: 2, 5, 15, 30, 60, 240, and 360 min. If the controlled water bath is used, the sedimentation cylinder should be placed in the bath between the 2 and 5-min readings.

NOTE 5—The number of turns during this minute should be approximately 60, counting the turn upside down and back as two turns. Any clay remaining in the bottom of the cylinder during the first few turns should be loosened by vigorous shaking of the cylinder while it is in the inverted position.

10.3 When it is desired to take a hydrometer reading, carefully insert the hydrometer about 20 to 25 s before the reading is due, to approximately the depth it will have when the reading is taken. As soon as the reading is taken, carefully remove the hydrometer and place it with a spinning motion in a graduate of clean distilled or demineralized water.

NOTE 6—It is important to remove the hydrometer immediately after each reading. Readings shall be taken at the top of the meniscus formed by the suspension around the stem, since it is not possible to secure readings at the bottom of the meniscus.

10.4 After each reading, take the temperature of the suspension by inserting a thermometer into the suspension.

## 11. Pipe Test After Centrifuging

11.1 Weigh out a sample of approximately 50 g of air-dry clay. Disperse the clay in 250 mL of the dispersing agent (2 g/L) and allow to soak for 24 h in the same manner as described for the hydrometer sample in Section 8. Disperse the sample further using the stirring device and pass through a No. 325 (45- $\mu\text{m}$ ) sieve as described in Section 9. Transfer the suspension passing through the No. 325 sieve to a glass 1000-mL graduate and then dilute with distilled or demineralized water to within  $\frac{1}{2}$  in. (12.7 mm) of the 1000-mL graduation mark. Place the suspension in the

graduate in the constant-temperature water bath maintained at a temperature of 25°C (77°F). When the suspension reaches the temperature of the bath fill the graduate to the 1000-mL graduation using distilled or demineralized water.

11.2 The centrifuge bottles used in this portion of the test are illustrated in Fig. 4. Place a mark on the side of each bottle at a level that represents a condition of the bottle filled with 250 mL of the clay-water suspension. This may be accomplished by using a 250-mL volumetric flask filled with water to add to each to the centrifuge bottles for marking of the desired level.

11.3 Using the palm of the hand over the open end of the graduate (or a rubber stopper in the open end), turn the cylinder upside down and back for a period of 1 min as described in 10.2. Fill one of the centrifuge bottles to the 250-mL calibration mark placed there previously.

11.4 Centrifuge the suspension in the bottle for 24.45 min at a corrected centrifuge speed of 500 r/min. Measure the temperature of the suspension after centrifuging and record

the average temperature of the suspension during centrifuging. Place the end of the pipet 75 mm below the surface of the clay-water suspension as shown in Fig. 4 and withdraw a 5-mL specimen. Place the specimen in a tared weighing dish and evaporate to dryness at a temperature of  $110 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $230 \pm 9^\circ\text{F}$ ) and weigh to determine the concentration of the clay in the suspension after centrifuging in grams per cubic centimetre.

11.5 Prepare three additional specimens of the clay-water suspension in the same manner as described in 11.3 and centrifuge at a speed of either 1000, 2000, or 2500 r/min for a period of either 23.50, 36.70, or 93.90 min, respectively. After each centrifuging, take specimens at a depth of 75 mm below the surface of the suspension, dry and weigh as described in 11.4 to determine the concentration of the clay in the suspension in grams per cubic centimetre.

## 12. Calculation

12.1 *Hygroscopic Moisture Correction Factor*—The hy-

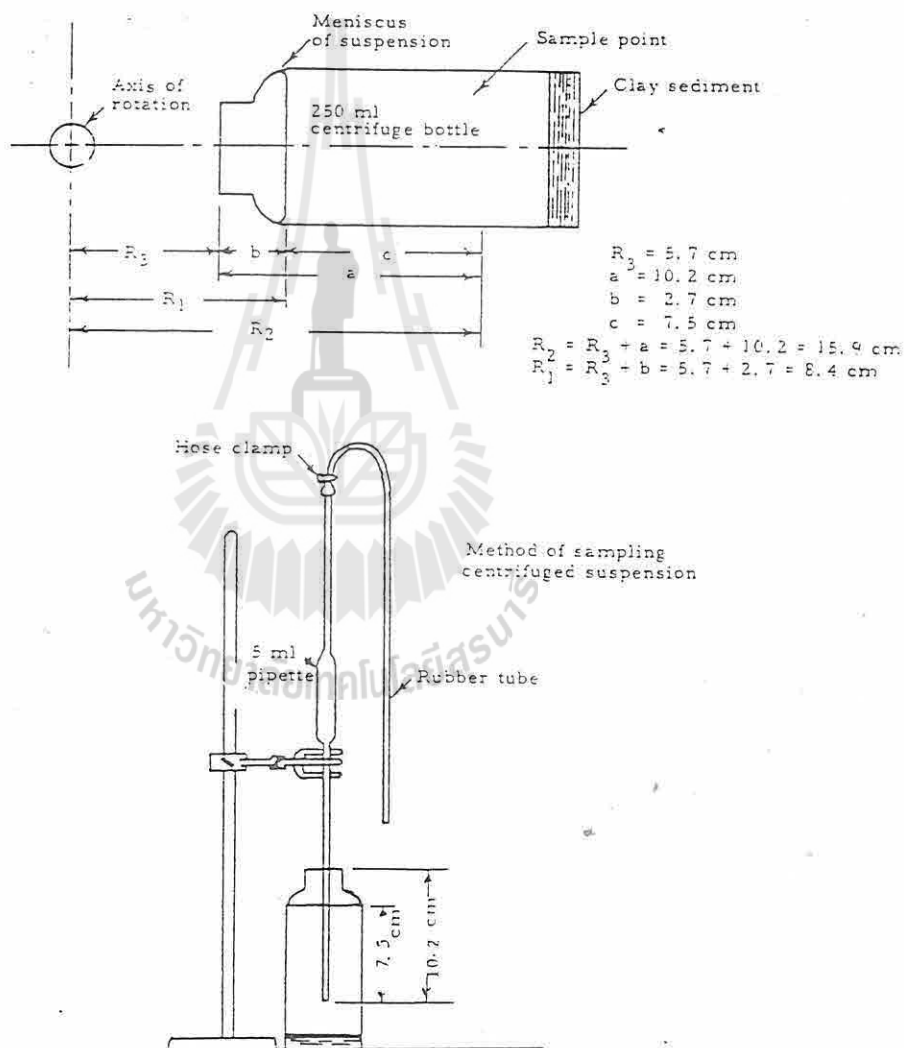


FIG. 4 Centrifuge Bottle and Sampling Pipet



## C 775

Hygroscopic moisture correction factor is the ratio between the weight of the oven-dried sample and the air-dry weight before drying. It is a number less than one, except when there is no hygroscopic moisture.

### 12.2 Percentage of Coarse Material in Clay Sample:

12.2.1 Calculate the oven-dry weight of clay used in the hydrometer analysis by multiplying the air-dry weight by the hygroscopic moisture correction factor.

12.2.2 Calculate the percentage of the clay sample that is coarser than 45  $\mu\text{m}$  by dividing the weight of the material remaining on the No. 325 (45- $\mu\text{m}$ ) sieve by the oven-dry weight of clay used for the hydrometer experiment, and multiplying the result by 100.

12.3 Percentages of Clay in Suspension in Hydrometer Experiment—Calculate the percentage of clay remaining in suspension at the level at which the hydrometer is measuring the density of the suspension as follows (Note 7):

NOTE 7—Hydrometers are easily broken and sometimes require considerable time for purchase. The instructions for sampling using the pipet (Section 11) may be substituted after appropriate time interval for sedimentation or centrifuging has elapsed.

For Hydrometer 152H:

$$P_b = (Ra/W) \times 100$$

where:

$a$  = a correction factor of 1.01 to be applied to the reading of Hydrometer 152H because the hydrometer is calibrated for solids having a specific gravity of 2.65 and clay is considered to have a specific gravity of 2.60.

$P_b$  = percentage of clay remaining in suspension at the level at which the hydrometer measures the density of the suspension,

$R$  = hydrometer reading with the composite correction applied (Section 6), and

$W$  = oven-dry weight of clay in total test samples as represented by weight of clay dispersed (see 12.2.1), g.

### 12.4 Diameter of Clay Particles:

12.4.1 Calculate the diameter of a particle corresponding to the percentage indicated by a given hydrometer reading in accordance with Stokes' law (Note 8) on the basis that a particle of this diameter was at the surface of the suspension at the beginning of sedimentation and had settled to the level at which the hydrometer is measuring the density of the suspension. The particle diameter may be calculated in accordance with Stokes' law as follows:

$$D = \sqrt{[30\eta/980 (G - G_1)] \times (L/T)}$$

where:

$D$  = diameter of particle,  $\mu\text{m}$ .

$\eta$  = coefficient of viscosity of the suspending medium (in this case water) in poises (varies with changes in temperature of the suspending medium),

$L$  = distance from the surface of the suspension to the level at which the density of the suspension is being measured, (For a given hydrometer and sedimentation cylinder, values vary according to the hydrometer readings. This depth is known as effective depth. See Table 1.), cm,

$T$  = interval of time from beginning of sedimentation to the taking of the reading, min,

$G$  = specific gravity of clay particles, which is considered to be 2.60, and

$G_1$  = specific gravity (relative density) of suspending medium (value may be used as 1.000 for all practical purposes).

NOTE 8—Since Stokes' law considers the terminal velocity of a single sphere falling in an infinity of liquid, the sizes calculated represent the diameter of spheres that would fall at the same rate as the clay particles.

12.4.2 For convenience in calculations, the above equation may be written as follows:

$$D = K \sqrt{L/T}$$

where:

TABLE 1 Values of Effective Depth Based on Hydrometer and Sedimentation Cylinder of Specified Sizes<sup>a</sup>

Hydrometer 152H			
Actual Hydrometer Reading	Effective Depth, L, cm	Actual Hydrometer Reading	Effective Depth, L, cm
0	16.3	31	11.2
1	15.1	32	11.1
2	16.0	33	10.9
3	15.3	34	10.7
4	15.6	35	10.6
5	15.5		
6	15.3	36	10.4
7	15.2	37	10.2
8	15.0	38	10.1
9	14.3	39	9.9
10	14.7	40	9.7
11	14.5	41	9.6
12	14.3	42	9.4
13	14.2	43	9.2
14	14.0	44	9.1
15	13.8	45	8.9
16	13.7	46	8.8
17	13.5	47	8.6
18	13.3	48	8.4
19	13.2	49	8.3
20	13.0	50	8.1
21	12.9	51	7.9
22	12.7	52	7.8
23	12.5	53	7.6
24	12.4	54	7.4
25	12.2	55	7.3
26	12.1	56	7.1
27	11.9	57	7.0
28	11.7	58	6.8
29	11.5	59	6.5
30	11.4	60	6.5

<sup>a</sup> Values of effective depth are calculated from the equation:

$$L = L_1 + \frac{1}{2}[L_2 - (V_B/A)]$$

where:

$L$  = effective depth, cm,

$L_1$  = distance along the stem of the hydrometer from the top of the bulb to the mark for a hydrometer reading, cm,

$L_2$  = overall length of the hydrometer bulb, cm,

$V_B$  = volume of hydrometer bulb,  $\text{cm}^3$ , and

$A$  = cross-sectional area of sedimentation cylinder,  $\text{cm}^2$

Values used in calculating the values in Table 1 are as follows:

For hydrometer 152H:

$L_1$  = 10.5 cm for a reading of 0 g/L

= 2.3 cm for a reading of 50 g/L

$L_2$  = 14.0 cm

$V_B$  = 67.0  $\text{cm}^3$

$A$  = 27.8  $\text{cm}^2$

TABLE 2 Values of  $K$  for Use in Equation for Computing Diameter of Particles Having a Specific Gravity of 2.60 in Hydrometer Analysis

Temperature, °C	$K$ Values
16	0.01457
17	0.01439
18	0.01421
19	0.01403
20	0.01386
21	0.01369
22	0.01353
23	0.01337
24	0.01321
25	0.01306
26	0.01291
27	0.01277
28	0.01264
29	0.01249
30	0.01236

$K$  = constant depending on the temperature of the suspension and the specific gravity of the clay particles. Values of  $K$  for a range of temperatures and the specific gravity of the clay particles considered as 2.60 are given in Table 2. The value of  $K$  does not change for a series of readings constituting a test, while values of  $L$  and  $T$  do vary.

12.5 *Percentages of Clay in Suspension After Centrifuging*—Calculate the percentage of clay remaining in suspension at the level at which the pipet specimen is withdrawn 75 mm below the surface as follows:

$$P_p = [(200 \times W_c)/W] \times 100$$

where:

$W_c$  = oven-dry weight of clay in the 5-ml test specimen removed at a depth of 75 mm below the surface of the suspension after centrifuging, g.

$W$  = oven-dry weight of clay in the total test sample as represented by weight of clay dispersed (see 12.2.1), g.

$P_p$  = percentage of clay remaining in suspension at the level at which the pipet specimen is withdrawn 75 mm below the surface of the suspension.

12.6 *Diameter of the Clay Particles*—Calculate the diameter of a particle corresponding to the percentage indicated by a given pipet specimen in accordance with Stokes' law, reduced to the following form, on the basis that a particle of this diameter was at the surface of the suspension before centrifuging and had settled to the level at which the pipet specimen is withdrawn after centrifuging:

$$D = \sqrt{[18\eta/(G - G_1)tw^2][1n(R_2/R_1)]}$$

where:

$D$  = diameter of particle,  $\mu\text{m}$ ,

$n$  = coefficient of viscosity of the suspending medium (in this case water) in poises (varies with changes in temperature of the suspending medium),

$G$  = specific gravity of clay particles, which is considered to be 2.60,

TABLE 3 Centrifuging Conditions<sup>A</sup>

Equivalent Spherical Diameter, $\mu\text{m}$	Corrected Centrifuge Speed, r/min	Angular Velocity, rad/s	Centrifuging Time at 25.0°C, min
1	500	52.4	23.45
0.5	1000	104.7	23.50
0.2	2000	209.4	36.70
0.1	2500	261.8	93.90

<sup>A</sup> Calculated on the basis that  $R_1 = 8.4$  cm and  $R_2 = 15.9$  cm.

$G_1$  = specific gravity (relative density) of suspending medium (value changes very slightly depending upon the average test temperature);

$t$  = centrifuging time, min,

$w$  = angular velocity, as listed in Table 3, rad/s, and

$R_1$  and  $R_2$  = radii of rotation of the container placed in the centrifuge as shown in Fig. 4.

### 13. Graph

13.1 Make a graph of the test results, plotting the diameters of the particles on a logarithmic scale as the abscissa and the percentages smaller than the corresponding diameters to an arithmetic scale as the ordinate.

### 14. Report

14.1 Report the following information:

14.1.1 Name or number of the clay sample,

14.1.2 Form of the sample (lumps, granular, air floated),

14.1.3 Percentage of hygroscopic moisture,

14.1.4 Equipment used for dispersion,

14.1.5 Time of storage in water,

14.1.6 Time of dispersion,

14.1.7 Type of dispersant used, and

14.1.8 Cumulative weight percent of the sample finer than 44  $\mu\text{m}$ , 10  $\mu\text{m}$ , 5  $\mu\text{m}$ , 2  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$ , 0.5  $\mu\text{m}$ , 0.2  $\mu\text{m}$ , and 0.1  $\mu\text{m}$ , respectively.

14.1.9 Comparison of different samples of the same clay is often simplified by reporting only a single size. Thus china clays might be compared by reporting only the cumulative weight percent of the clay finer than 2  $\mu\text{m}$ . Ball clays might be compared by reporting only the cumulative weight percent of the clay finer than 0.5  $\mu\text{m}$ .


### 15. Precision and Bias

15.1 The precision for values of cumulative weight percent finer than 44  $\mu\text{m}$ , 10  $\mu\text{m}$ , 5  $\mu\text{m}$ , and 2  $\mu\text{m}$  is  $\pm 3\%$ . However, for the values of cumulative weight percent finer than 1  $\mu\text{m}$  and 0.5  $\mu\text{m}$ , the precision is  $\pm 5\%$ .

15.2 The geometric mean diameter calculated from these measurements for one clay should vary less than  $\pm 0.2 \mu\text{m}$  from laboratory to laboratory.

### 16. Keywords

16.1 clay; particle size

 C 775

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19429.*





Designation: C 325 - 81 (Reapproved 1997)<sup>61</sup>

## Standard Test Method for Wet Sieve Analysis of Ceramic Whiteware Clays<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 325; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

<sup>61</sup> NOTE—Section 8 was added editorially in October 1997.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the wet sieve analysis of ceramic whiteware clays. This test method is intended for use in testing shipments of clay as well as for plant control tests.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

C 322 Practice for Sampling Ceramic Whiteware Clays<sup>2</sup>

E 11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes<sup>3</sup>

### 3. Apparatus

3.1 *Stirring Device*—A mechanical stirrer with a three-bladed propeller 2 in. (51 mm) in diameter and having a speed of approximately 1700 r/min, or the equivalent, shall be provided.

3.2 *Sieves*—The sieves shall conform to Specification E 11 and shall include the No. 100 (150- $\mu$ m), No. 140 (106- $\mu$ m), No. 200 (75- $\mu$ m) and No. 325 (45- $\mu$ m) sieves (Note). The wire cloth for these sieves shall be woven (not twilled) and shall be mounted in circular metal frames 8 in. (203 mm) in diameter, which shall be so constructed as to permit nesting of two or more sieves. A pan and cover for the sieves shall be provided.

NOTE—Equivalent sieves from other standard series, such as the Tyler series, may also be used. If results are to be compared with those obtained with sieves from the ASTM series, it is important that the openings of the sieves used fall within the tolerances specified in Specification E 11 for the corresponding ASTM sieves.

### 4. Sampling

4.1 The sample shall be obtained in accordance with Practice C 322.

4.2 The sample as received shall be placed in a drying oven at 100 to 110°C for a period of not less than 5 h prior to testing.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.04 on Clays.

Current edition approved April 24, 1981. Published November 1981. Originally published as C 325 - 53. Last previous edition C 325 - 53.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.02.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.02.

### 5. Procedure

5.1 Transfer duplicate portions, of approximately 250 g the dried clay sample, weighed to the nearest 0.1 g, into containers of at least 2-L capacity. Wet the clay with 1 L water and allow to slake for 2 h. If a free-flowing slurry is produced by this treatment, add another 500 mL of water.

5.2 To ensure complete separation of clay from nonplastic impurities, agitate the slurry by means of a mechanical stirrer (3.1). Continue the stirring between 5 and 10 min.

5.3 Transfer the slaked and stirred sample, without loss, to the finest sieve to be employed in the test, and wash it by means of a small jet of water from a 1/4-in. (6.4-mm) section of rubber hose attached to a water supply having a pressure in excess of that of an ordinary city main. The force of the jet may be controlled by compressing the end of the hose between the thumb and forefinger. Take care to avoid loss of sample from splashing. Continue washing until water passing through the sieve shows only traces of sample. Should lumped material remain on the screen, return the residue to the stirrer container by careful washing with a gentle jet of water and agitate in approximately 1 L of water for 10 min, then wash the slurry as previously described.

5.4 Wash the residue remaining on the finest sieve into the pan. Thoroughly wet the remaining sieves to be used in the test with clear water, and nest them in the proper sequence on the finest sieve. Wash the residue in the pan quantitatively onto the top sieve, and give the stack a preliminary washing.

5.5 Nest the top sieve on the pan, which shall contain about 1/2 in. (12.7 mm) of clear water. Wash the residue by holding the pan and sieve firmly in the hands, and by a sidewise movement, causing water to splash up through the sieve and into the residue. This movement, coupled with interspersed circular motions, allows thorough washing. Wash the residue and water remaining in the pan onto the top sieve of the stack.

5.6 Again fill the pan with the proper amount of water, nest the top sieve and its residue on the pan, and repeat the operation. Continue this until the finest sieve has been washed. Carefully blot each sieve on its underside with a soft, damp sponge, and place the sieve either in a drying oven at 100 to 110°C or under infrared lamps until thoroughly dry. Approximately 2 h is required with a drying oven, but only about 30 min with an infrared lamp set 12 in. (305 mm) above the sieve.

5.7 Nest the dried residues and sieves in the proper order, with due care to prevent dusting of the residues. Close the stack of sieves with a dry pan and cover, and top the



วิธีใช้ C 323

assembly lightly for 1 min on a table top.

5.3 Separate the nested sieves and carefully brush the residue from each onto a weighing paper. Weigh the residues to the nearest 0.001 g on an analytical balance.

## 6. Calculation and Report

6.1 Calculate the sieve analysis for test sample on the dry weight basis, and report the results to the nearest 0.01 % of the material retained on each sieve. Report the percentage

passing the finest sieve as the difference between 100 % and the sum of the percentages retained on the various sieves.

## 7. Precision and Bias

7.1 The true value of the particle size can be defined only in terms of a test method. Within this limitation, this test method has no known bias.

## 8. Keywords

8.1 clay; sieve analysis; wet sieve

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.*





Designation: C 326 - 82 (Reapproved 1997)<sup>1</sup>

## Standard Test Method for Drying and Firing Shrinkages of Ceramic Whiteware Clays<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 326; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

<sup>1</sup> NOTE—Section 7 was added editorially in October 1997.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of linear shrinkage of ceramic whiteware clays, both unfired and fired.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Significance and Use

2.1 The purpose of this test is to obtain values of shrinkage after drying and firing of clays or bodies or both, under various processing conditions to enable designers to determine the proper size of mold or die so as to produce a predetermined size of fired ware.

### 3. Test Specimens

3.1 Test specimens shall be either round bars approximately 25 mm in diameter by 115 mm in length, or bars of square cross section approximately 25 by 25 by 115 mm in dimensions.

3.2 Test specimens may be prepared either by casting or plastic forming, as circumstances require. At least five specimens shall be prepared. For cast specimens the molds may be either one-piece, or two- or more-part molds; in either instance sufficient space shall be provided to allow solid casting without piping. Where plastic-forming is employed, the clay-water mass shall be brought to a consistency that permits the making of specimens rigid enough to allow careful handling without distortion immediately after the test specimen is made. Plastic-formed test specimens shall be made either by extrusion or by pressing in a suitable metal mold. Where a vacuum pugmill is used, a vacuum of not less than 25 in. (635 mm) Hg shall be maintained during the forming operation. Where no vacuum attachment is used, the plastic clay shall be thoroughly hand-wedged to eliminate entrapped air as a preliminary to forming test pieces.

3.3 The test specimens, cast or plastic-formed, shall be suitably identified and marked with shrinkage reference lines 100 mm apart on the long axis of the specimen.

3.4 The marked specimens shall then be placed on a lightly oiled pallet and allowed to dry at 20 to 40°C for 24 h.

During this preliminary drying period, bars of square cross section shall be turned 90 deg several times at 2-h intervals to eliminate possible warping. After the initial drying period the specimens shall be placed in a drying oven at 100 to 110°C and further dried for 24 h.

3.5 The drying shrinkage of the test specimens should be determined in accordance with Sections 4 and 5. The specimens can now be fired according to a suitable firing schedule to the desired temperature and the procedures of Sections 4 and 5 applied to determine the total shrinkage.

### 4. Shrinkage Measurement

4.1 Measure the distance between shrinkage reference marks on dried or fired specimens to the closest 0.1 mm with vernier calipers. Record the average of at least five measurements (one measurement on each of five specimens).

### 5. Calculation

5.1 Calculate the linear drying shrinkage as a percentage of plastic length, as follows:

$$S_d = \frac{L_p - L_d}{L_p} \times 100$$

where:

$S_d$  = linear drying shrinkage, %,

$L_p$  = plastic length of test specimen, and

$L_d$  = dry length of test specimen.

5.2 Calculate the total linear shrinkage after drying and firing of clay shrinkage specimens as a percentage of plastic length, as follows:

$$S_t = \frac{L_p - L_f}{L_p} \times 100$$

where:

$S_t$  = total linear shrinkage after drying and firing, %,

$L_p$  = plastic length of test specimen, and

$L_f$  = fired length of test specimen.

5.3 When desired, volume shrinkage may be calculated from linear shrinkage, as follows:

$$\text{Volume shrinkage, \%} = [1 - (1 - S/100)^3] 100$$

where:

$S$  = linear shrinkage, %.

5.4 The shrinkage factor is used to convert fired sizes to plastic sizes or mold sizes. Calculate as follows:

$$\text{Shrinkage factor} = L_p/L_f$$

where:

$L_p$  = plastic length of test specimen, and

$L_f$  = fired length of test specimen.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.04 on Clays.

Current edition approved June 25, 1982. Published August 1982. Originally

## C 326

## 6. Precision and Bias

6.1 The direction of flow in forming influences the orientation of the clay particles and the shrinkage. The shrinkage value should be related to the method of forming as well as the dimension of the ware.

6.2 When the original reference points are 100 mm apart, the precision of the shrinkage measurement is  $\pm 0.1\%$ .

6.3 Measurements of drying shrinkage on one dimension

of specimens all formed by the same method should yield a standard deviation of 0.1 % or less.

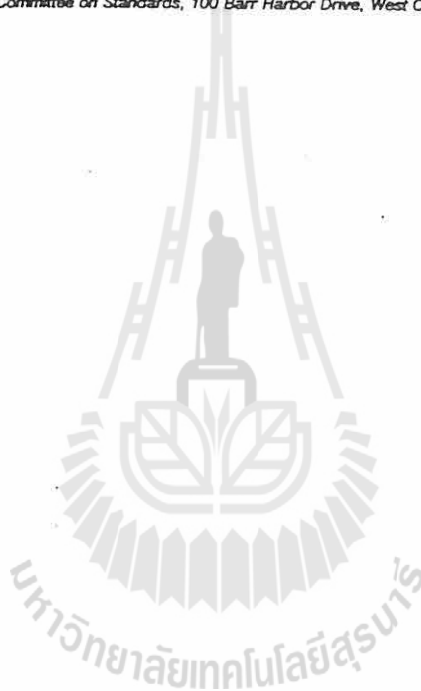
6.4 Measurement of total linear shrinkage after drying and firing on one dimension of specimens should yield a standard deviation of 0.25 % or less.

## 7. Keywords

7.1 clay; drying shrinkage; firing shrinkage

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.*



C 689-93 (1997)

## Standard Test Method for Modulus of Rupture of Unfired Clays<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 689; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

<sup>1</sup> NOTE—Section 9 was added editorially in October 1997.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the modulus of rupture of ceramic whiteware clays both dry and after conditioning at 50 or 80 % relative humidity, or both.

1.5 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

### 2. Referenced Document

- 2.1 *ASTM Standard:*  
C 322 Practice for Sampling Ceramic Whiteware Clays<sup>2</sup>

### 3. Apparatus

3.1 *Conditioning Cabinet*—Any suitable airtight cabinet with means for circulating air, or vacuum desiccator, where-in prescribed specimens can be conditioned as desired before testing. Specimens for dry strength shall be stored with silica gel desiccant. Specimens for 50 % relative humidity shall be stored with a saturated solution of sodium dichromate ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), and specimens for 80 % relative humidity shall be stored with a saturated solution of ammonium chloride ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ).

3.2 *Testing Machine*—Any suitable testing machine may be used, provided a uniform rate of direct loading can be maintained at no more than 1 lb/min (4.4 N/min) using the prescribed specimens. For the support of the test specimen, two steel knife-edges rounded to a 0.250-in. (6.35-mm) radius shall be provided. The load shall be applied by means of a third steel knife-edge rounded to a radius of 0.250 in.

### 4. Test Specimen Preparation

4.1 *Preparation of Extruded Specimens*—100 % clay specimen preparation: The test sample shall be blunged with sufficient distilled water to give complete dispersion and produce a slip of sufficient viscosity to avoid noticeable settling of particles (usually in the range of 25 to 50 percent solids). Slip shall be sieved through a No. 120 (125  $\mu\text{m}$ ) sieve or equivalent. After aging 24 h the slip shall be dewatered to a plastic condition preferably by filter pressing. At this point

the moisture content must be adjusted to optimum conditions for forming by some measure of plasticity such as Pfefferkorn apparatus, plumb bob penetration, or other acceptable means. After the water of plasticity has been adjusted (usually will range from 20 to 50 %), test specimens shall be formed by extrusion. Where hand-operated extruder is used without vacuum, the plastic clay shall be thoroughly hand-wedged to eliminate entrapped air as a preliminary to forming test pieces. Where a vacuum extruder is used, a vacuum of not less than 25 in. (635 mm) Hg shall be maintained during forming operation.

4.1.1 *Clay-Flint Specimens*—to be used in the case of strong clays that are considered bonding materials. Prepare specimens as in 4.1 using a mixture of clay and 200 mesh potters flint in a 1/1 ratio blend that has been thoroughly dry mixed.

4.1.2 *Solid Cast Specimens*—100 % clay and clay-flint specimens should be prepared by making a high solids slurry deflocculated to minimum viscosity. Adjust the solids content of the slurry to obtain a viscosity between 100-500 cps. The slurry should be cast in plaster molds until solid, then dried in accordance to the procedure outlined in 4.3 and 4.4.

4.2 *Dimension*—The test specimens shall be round bars of 0.75 (19.2 mm) diameter, 0.50 (12.8 mm) diameter, 0.25-in. (6.4 mm) diameter, and at least 4.5 in. (114 mm) in length to permit an overhang of at least 0.25 in. at each end when mounted on the supports.

4.3 *Handling and Warpage*—All due precaution shall be observed in the forming and drying to produce straight test specimens. No specimen shall be used that shows a warpage greater than 1 % of its overall length. The bars shall be checked from time to time during drying for straightness, and before they stiffen, corrective straightening may be encouraged by rotating the bars so that drying occurs from another surface region. Defective bars due to warpage, flaws, or voids shall be rejected.

4.4 *Drying and Storage*—The extruded specimens shall be placed on a lightly oiled pallet and allowed to dry at room atmospheric conditions 68 to 104°F (20 to 40°C) for 24 h. Then the specimens shall be dried in a drier at 140°F (60°C) and low relative humidity for 6 h, or until moisture content is less than 0.5 %. The bars shall be loosely stacked in the desiccator to permit rapid cooling. Bars should be cooled to near room temperature but not longer than one (1) hour. After the initial drying period, the specimens for dry strength shall be further dried at 212 to 230°F (100 to 110°C) for 24 h and then cooled in a desiccator before testing. The bars shall be loosely stacked in the desiccator to permit rapid cooling.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.04 on Clays.

Current edition approved July 15, 1993. Published September 1993. Originally published as C 689 - 71 T. Last previous edition C 689 - 80 (1985)<sup>1</sup>.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.02.

 C 689

Bars should be cooled to near room temperature but not longer than one (1) hour. After the initial drying, the specimens for testing at 50 or 80 % relative humidity shall be placed into the conditioning cabinet with circulating air (or in partial vacuum) with a saturated solution of sodium dichromate or ammonium chloride, respectively, and in each case, stored for 24 h to allow equilibrium conditions to be reached.

### 5. Procedure

5.1 Test at least ten specimens at room temperature for each condition, whether dry or conditioned, at 50 or 80 % relative humidity.

5.2 Remove the test specimen from storage, one at a time, and immediately place on the knife-edge supports of the testing machine. These supports shall be spaced either 2 or 4 in. (51 or 102 mm) apart, depending on the type machine and type clay, and test specimen must overlap each support by at least 0.25 in. (6.4 mm). Apply the load at right angles to the specimen and midway between the supports. Apply the load at a uniform rate not to exceed 1 lbf/min (4.4 N/min) until failure occurs. For larger diameter bars, the loading rate should be such as to cause failure in approximately one minute. Measure the diameter at the break to the nearest 0.001 in. (0.03 mm). Use the average of at least three diameter readings around the bar.

### 6. Calculation

6.1 Calculate the modulus of rupture for each specimen as follows:

$$M = 3PL/\pi d^3$$

where:

$M$  = modulus of rupture, psi (or MPa),

$P$  = load at rupture, lbf (or N),

$L$  = distance between supports, in. = 2.0 or 4.0 (51 or 102 mm), and

$d$  = diameter of specimen, in. (or mm).

### 7. Report

7.1 Report the following information:

7.1.1 Identification of the material tested,

7.1.2 Data and computed modulus of rupture for each specimen,

7.1.3 Adjusted average of the computed modulus of rupture values (discarding those values from the bars which, upon inspection, show obvious defects), and

7.1.4 Drying and storage conditions; that is, whether the test specimens were bone dry, conditioned at 50 or 80 % relative humidity.

7.1.5 Percent moisture of extruded bars,

7.1.6 Nominal diameter of bars,

7.1.7 Length of span (distance between supports),

7.2 The report may also include:

7.2.1 Percent moisture of each specimen at testing,

7.2.2 Description of type of fracture and the behavior under load of each specimen,

7.2.3 Name and rating of the machine used to make the test, and

7.2.4 Curve sheet showing the individual values of modulus of rupture arranged in ascending order.

### 8. Precision and Bias

8.1 *Precision*—The precision of this test method is approximately  $\pm 10$  % of the average modulus of rupture value for the bone dry specimens when the measurements are made by an experienced operator.

8.2 *Bias*—The bias of this test method cannot be specified.

### 9. Keywords

9.1 clay; modulus of rupture

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.*





Designation: C 373 - 88 (Reapproved 1994)

## Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 373; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers procedures for determining water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired unglazed whiteware products.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Significance and Use

2.1 Measurement of density, porosity, and specific gravity is a tool for determining the degree of maturation of a ceramic body, or for determining structural properties that may be required for a given application.

### 3. Apparatus and Materials

3.1 *Balance*, of adequate capacity, suitable to weigh accurately to 0.01 g.

3.2 *Oven*, capable of maintaining a temperature of  $150 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $302 \pm 9^\circ\text{F}$ ).

3.3 *Wire Loop, Halter, or Basket*, capable of supporting specimens under water for making suspended mass measurements.

3.4 *Container*—A glass beaker or similar container of such size and shape that the sample, when suspended from the balance by the wire loop, specified in 3.3, is completely immersed in water with the sample and the wire loop being completely free of contact with any part of the container.

3.5 *Pan*, in which the specimens may be boiled.

3.6 *Distilled Water*.

### 4. Test Specimens

4.1 At least five representative test specimens shall be selected. The specimens shall be unglazed and shall have as much of the surface freshly fractured as is practical. Sharp edges or corners shall be removed. The specimens shall contain no cracks. The individual test specimens shall weigh at least 50 g.

### 5. Procedure

5.1 Dry the test specimens to constant mass (Note) by

heating in an oven at  $150^\circ\text{C}$  ( $302^\circ\text{F}$ ), followed by cooling in a desiccator. Determine the dry mass,  $D$ , to the nearest 0.01 g.

NOTE—The drying of the specimens to constant mass and the determination of their masses may be done either before or after the specimens have been impregnated with water. Usually the dry mass is determined before impregnation. However, if the specimens are friable or evidence indicates that particles have broken loose during the impregnation, the specimens shall be dried and weighed after the suspended mass and the saturated mass have been determined, in accordance with 5.3 and 5.4. In this case, the second dry mass shall be used in all appropriate calculations.

5.2 Place the specimens in a pan of distilled water and boil for 5 h, taking care that the specimens are covered with water at all times. Use seater pins or some similar device to separate the specimens from the bottom and sides of the pan and from each other. After the 5-h boil, allow the specimens to soak for an additional 24 h.

5.3 After impregnation of the test specimens, determine to the nearest 0.01 g the mass,  $S$ , of each specimen while suspended in water. Perform the weighing by placing the specimen in a wire loop, halter, or basket that is suspended from one arm of the balance. Before actually weighing, counterbalance the scale with the loop, halter, or basket in place and immerse in water to the same depth as is used when the specimens are in place. If it is desired to determine only the percentage of water absorption, omit the suspended mass operation.

5.4 After the determination of the suspended mass or after impregnation, if the suspended mass is not determined, blot each specimen lightly with a moistened, lint-free linen or cotton cloth to remove all excess water from the surface, and determine the saturated mass,  $M$ , to the nearest 0.01 g. Perform the blotting operation by rolling the specimen lightly on the wet cloth, which shall previously have been saturated with water and then pressed only enough to remove such water as will drip from the cloth. Excessive blotting will introduce error by withdrawing water from the pores of the specimen. Make the weighing immediately after blotting, the whole operation being completed as quickly as possible to minimize errors due to evaporation of water from the specimen.

### 6. Calculation

6.1 In the following calculations, the assumption is made that  $1 \text{ cm}^3$  of water weighs 1 g. This is true within about 3 parts in 1000 for water at room temperature.

6.1.1 Calculate the exterior volume,  $V$ , in cubic centimetres, as follows:

$$V = M - S$$

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.03 on Fundamental Properties.

Current edition approved Sept. 30, 1988. Published November 1988. Originally published as C 373 - 55 T. Last previous edition C 373 - 72 (1982).

 C 373

6.1.2 Calculate the volumes of open pores  $V_{OP}$  and impervious portions  $V_{IP}$  in cubic centimetres as follows:

$$V_{OP} = M - D$$

$$V_{IP} = D - S$$

6.1.3 The apparent porosity,  $P$ , expresses, as a percent, the relationship of the volume of the open pores of the specimen to its exterior volume. Calculate the apparent porosity as follows:

$$P = [(M - D)/V] \times 100$$

6.1.4 The water absorption,  $A$ , expresses as a percent, the relationship of the mass of water absorbed to the mass of the dry specimen. Calculate the water absorption as follows:

$$A = [(M - D)/D] \times 100$$

6.1.5 Calculate the apparent specific gravity,  $T$ , of that portion of the test specimen that is impervious to water, as follows:

$$T = D/(D - S)$$

6.1.6 The bulk density,  $B$ , in grams per cubic centimetre, of a specimen is the quotient of its dry mass divided by the exterior volume, including pores. Calculate the bulk density as follows:

$$B = D/V$$

## 7. Report

7.1 For each property, report the average of the values obtained with at least five specimens, and also the individual values. Where there are pronounced differences among the individual values, test another lot of five specimens and, in addition to individual values, report the average of all ten determinations.

## 8. Precision and Bias

8.1 This test method is accurate to  $\pm 0.2$  % water absorption in interlaboratory testing when the average value recorded by all laboratories is assumed to be the true water absorption. The precision is approximately  $\pm 0.1$  % water absorption on measurements made by a single experienced operator.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.*

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี





Designation: C 329 - 88 (Reapproved 1994)

## Standard Test Method for Specific Gravity of Fired Ceramic Whiteware Materials<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 329; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of specific gravity of fired ceramic whiteware materials under prescribed conditions.

NOTE 1—This test method is not applicable to materials attacked by water.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

D 153 Test Methods for Specific Gravity of Pigments<sup>2</sup>

E 11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes<sup>3</sup>

### 3. Significance and Use

3.1 Measurement of specific gravity is a tool for determining the degree of maturation of a ceramic body.

### 4. Apparatus and Materials

4.1 *Analytical Balance and Weights.*

4.2 *Pycnometers*, of 50-mL capacity, consisting of suitable bottles with capillary tube stoppers.

4.3 *Thermometer*, calibrated at 0.5°C intervals in the room temperature range.

4.4 *Drying Oven.*

4.5 *Weighing Bottle.*

4.6 *Desiccator.*

4.7 *Vacuum Source*—A suitable apparatus to produce a vacuum equivalent to an absolute pressure of less than 1.0 in. (25.4 mm) Hg.

4.8 *Distilled Water*, that has been freshly evacuated, or boiled and cooled, to remove dissolved air.

### 5. Sample Preparation

5.1 When possible, the sample for test shall consist of at least two pieces totaling 100 to 150 g taken from different portions of the material in such a way as to exclude skin surfaces in so far as possible. The sample shall be selected so as to be representative of the material to be tested.

5.2 The pieces shall be crushed, if necessary, between hardened steel surfaces. The specimen shall then be reduced to 25 to 50 g by quartering, and any magnetic material introduced by crushing shall be removed. This specimen shall be ground in a suitable mortar so that it will pass a 150- $\mu$ m (No. 100) sieve, conforming to Specification E 11, or its equivalent. Care shall be taken at all stages of the crushing, grinding, and quartering to minimize the introduction of impurities, and to retain all material even though difficult to grind.

### 6. Procedure

6.1 Make all determinations in duplicate. Determine all weights in this procedure to the nearest 0.0001 g.

6.2 Place the ground specimen in a glass weighing bottle and dry to constant weight at 105 to 110°C. Close the bottle with a glass stopper immediately upon removal from the oven.

6.3 Dry the pycnometer and stopper at 105 to 110°C, cool to room temperature in a desiccator, weigh on an analytical balance, and record the weight as  $p$ . Fill the pycnometer bottle with distilled water at room temperature,  $t_1$ , insert the stopper, and remove the excess water on the tip of the capillary by means of filter paper. Weigh the pycnometer and contents and record the weight as  $W_1$ . Empty and dry the pycnometer.

6.4 Place about 8 to 12 g of the dried specimen in the dry pycnometer, weigh the pycnometer, stopper, and specimen and record the weight as  $W$ . Add distilled water until the bottle is approximately one-half full, and, to remove entrapped air, first stir the specimen and water thoroughly with a glass rod. Then remove the glass rod, using a small quantity of distilled water to wash back into the pycnometer any particles of specimen adhering to the rod. Finally subject the specimen and water to a reduced air pressure of less than 1.0 in. (25.4 mm) Hg (abs).

NOTE 2—A suitable method for evacuation of gas is described in 5.5 of Test Methods D 153.

6.5 Fill the bottle, after evacuation with distilled water at room temperature,  $t_2$ , insert the stopper, and remove the excess water on the tip of the capillary by means of filter paper. Weigh the pycnometer and contents, and record the weight as  $W_2$ .

6.6 Temperatures  $t_1$  and  $t_2$  shall be reported to the nearest 0.5°C and shall not differ by more than 5°C.

### 7. Calculation

7.1 Calculate the specific gravity with respect to water at

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.03 on Fundamental Properties.

Current edition approved Sept. 30, 1988. Published November 1988. Originally published as C 329 - 53 T. Last previous edition C 329 - 75 (1981)<sup>4</sup>.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.



C 329

TABLE 1 Absolute Density of Water

Temperature, °C	Absolute Density, g/cm <sup>3</sup>									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0.999841	0.999900	0.999941	0.999965	0.999973	0.999965	0.999941	0.999902	0.999849	0.999781
10	0.999700	0.999605	0.999498	0.999377	0.999244	0.999099	0.998943	0.998774	0.998595	0.998405
20	0.998203	0.997992	0.997770	0.997538	0.997296	0.997044	0.996783	0.996512	0.996232	0.995944
30	0.995646	...	...	...	...	...	...	...	...	...

TABLE 2 Absolute Density of Dry Air at 760 mm Hg

Temperature, °C	Absolute Density, g/cm <sup>3</sup>									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0.001293	0.001288	0.001284	0.001279	0.001274	0.001270	0.001265	0.001261	0.001256	0.001252
10	0.001247	0.001243	0.001239	0.001234	0.001230	0.001226	0.001221	0.001217	0.001213	0.001209
20	0.001205	0.001201	0.001196	0.001192	0.001188	0.001184	0.001180	0.001176	0.001173	0.001169
30	0.001165	...	...	...	...	...	...	...	...	...

$$\text{Specific gravity} = \frac{d_1 d_2 (W - p)}{0.999973 [d_2 (W_1 - p) - d_1 (W_2 - W)]}$$

where:

$d_1$  = absolute density of water (from Table 1) at temperature  $t_1$  (6.3).

$d_2$  = absolute density of water (from Table 1) at temperature  $t_2$  (6.5).

$p$  = weight of the stoppered pycnometer (6.3).

$W$  = weight of the stoppered pycnometer and specimen (6.4).

$W_1$  = weight of the stoppered pycnometer filled with water (6.3) and

$W_2$  = weight of the stoppered pycnometer, specimen, and water (6.5).

7.2 The absolute density of the specimen may be determined by following the directions in Section 6, but making certain that all weighings are made at identical temperatures and in a dry atmosphere. If this precaution is taken, the absolute density may be calculated as follows:

$$G = (W - p) / [(W_1 - p) - (W_2 - W)]$$

$$\text{Absolute density} = [G(d - a)] \div a$$

where:

$G$  = specific gravity with respect to water at temperature  $t_1$ .

$d$  = absolute density of water (from Table 1) at temperature  $t_1$ .

$a$  = absolute density of air (from Table 2) at temperature  $t_1$  and

$t_1$  = temperature at which all weighings were made.

## 8. Report

8.1 Report the following information:

8.1.1 Designation of the material tested.

8.1.2 Data sheet showing all weights and water temperatures. If the absolute density is required, air temperatures shall also be shown, and

8.1.3 Specific gravity (or absolute density, if required). Duplicate determinations shall be reported to the nearest 0.001.

## 9. Precision and Bias

9.1 It is generally accepted that duplicate determinations should not differ by more than 0.005. Additional specific information to support a precision and bias statement is not yet available.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend, if you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

# Standard Test Method for Compressive (Crushing) Strength of Fired Whiteware Materials<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 773; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

## 1. Scope

1.1 This test method covers two test procedures (A and B) for the determination of the compressive strength of fired whiteware materials.

1.2 Procedure A is generally applicable to whiteware products of low- to moderately high-strength levels (up to 150 000 psi or 1030 MPa).

1.3 Procedure B is specifically devised for testing of high-strength ceramics (over 100 000 psi or 690 MPa).

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>2</sup>

E 6 Terminology Relating to Methods of Mechanical Testing<sup>2</sup>

E 165 Practice for Liquid Penetrant Inspection Method<sup>3</sup>

## 3. Significance and Use

3.1 Resistance to compression is the measure of the greatest strength of a ceramic material. Ideally, ceramics should be stressed this way in use. This test is a measure of the potential load-bearing usefulness of a ceramic.

## 4. Calculation

4.1 Calculate the compressive strength of each specimen as follows:

$$C = P/A$$

where:

$C$  = compressive strength of the specimen, psi or MPa,

$P$  = total load on the specimen at failure, lbf or N, and

$A$  = calculated area of the bearing surface of the specimen, in.<sup>2</sup> or mm<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> This method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C21.03 on Fundamental Properties.

Current edition approved Sept. 30, 1988. Published November 1988. Originally published as C 773 - 74 to replace C 407 and C 528. Last previous edition C 773 - 79.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.03.

## 5. Report

5.1 Report the following information:

5.1.1 The procedure used,

5.1.2 Type of testing machine (hydraulic or screw),

5.1.3 Material and size of contact blocks or of cushioning materials,

5.1.4 Description of material being tested (Note 1),

5.1.5 Rate of loading,

5.1.6 Number of specimens tested,

5.1.7 Dimensions and load at failure of each specimen and

5.1.8 Compressive strength of each specimen tested rounded off to the nearest 100 psi (1.0 MPa), together with the average compressive strength of the sample tested and the standard deviation.

NOTE 1—It is desirable to include details of the origin of the specimen and subsequent treatment.

## 6. Precision and Bias

6.1 *Interlaboratory Test Data*—An interlaboratory test was run in 1979 in which randomly drawn samples of six materials were tested in each of five laboratories. One operator in each laboratory tested ten specimens of each material. The components of variance for compressive strength results expressed as coefficients of variation were calculated as follows:

Single-operator component	1.50 % of the average
Between-laboratory component	8.80 % of the average

6.2 *Critical Differences*—For the components of variance reported in 6.1, two averages of observed values should be considered significantly different at the 95 % probability level if the difference equals or exceeds the following critical differences listed below:

Number of Observations in Each Average	Critical Difference, % of Grand Average <sup>1</sup>	
	Single-Operator Precision	Between-Laboratory Precision
10	4.16	24.40

<sup>1</sup> The critical differences were calculated using  $t = 1.960$  which is based on infinite degrees of freedom.

6.3 *Confidence Limits*—For the components of variance noted in 6.1, single averages of observed values have the following 95 % confidence limits:

Number of Observations in Each Average	Width of 95 % Confidence Limits, Percent of the Grand Average <sup>1</sup>	
	Single-Operator Precision	Between-Laboratory Precision
10	±2.94	±17.26

<sup>1</sup> The confidence limits were calculated using  $t = 1.960$  which is based on infinite degrees of freedom.

6.4 *Bias*—No statement on bias is being made due to lack of an accepted standard reference material.

#### PROCEDURE A

##### 7. Apparatus

7.1 *Testing Machine*—Any testing machine conforming to Practices E 4 and to the requirements for speed of testing prescribed in Sections 9 and 12 of this test method, may be used.

7.2 *Spherical Bearing Block*—In vertical testing machines, the spherical bearing block shall be spring suspended from the upper head of the machine in such a manner that the upper platen of the machine (lower face of the spherical bearing block) remains in a central position (spherical surfaces in full contact) when not loaded. The spherical surfaces shall be well lubricated, and the center of curvature shall lie on the lower face of the platen. The diagonal or diameter of the platen shall be only slightly greater than the diagonal of the 1½-in. (38.1-mm) square contact blocks to facilitate accurate centering of the specimens.

7.3 *Contact Blocks*—Cold-rolled steel contact blocks shall be used between the test specimen and the platens of the machine. These blocks shall be 1½ in. (38.1 mm) square by ⅜ to ¾ in. (15.9 to 19.1 mm) thick, and the contact faces shall be surface ground until plane and parallel. The contact blocks shall be resurfaced, if necessary, after each strength test, and may be reused only so long as the thickness remains over ½ in. (12.7 mm). If the contact block is cracked during testing, it shall be replaced.

7.4 *Cushion Pads*—Cushion pads shall be used between the test specimens and the contact blocks to aid in distributing the load. New cushion pads shall be used for each specimen. Suitable materials for cushion pads, selected in accordance with the compressive strength range of the material being tested, are shown in the following table:

Compressive Strength Range, psi (MPa)	Cushion Pad
5000 to 50 000 incl (34.5 to 345)	blotting paper, ¼ in. (0.4 mm) thick
Over 50 000 to 150 000 incl (345 to 1030.0)	mild steel, ½ in. (0.8 mm) thick (65 HRB max)

##### 8. Test Specimens

8.1 *Preparation*—The test specimens shall be right cylinders. They may be formed and matured for the purpose of compression testing, or they may be cut from matured white-ware by sawing or coredrilling. The ends of all specimens shall be ground or lapped to yield plane and parallel faces. These faces shall be perpendicular to the axis of the specimen, and parallel within 15 min of arc (0.044 rad).

8.2 *Size*—The size of the specimen should be no larger than to require more than 80 % of the rated capacity of the testing machine. Examples of specimen size limitations are shown in Table 1.

8.3 *Number of Specimens*—The number of specimens shall not be less than ten.

##### 9. Procedure

9.1 Dye-check specimens in accordance with Practice E 165 prior to testing. Discard any pieces exhibiting cracks or flaws visible to the unaided eye.

9.2 Clean the test specimens with a suitable solvent after grinding and immerse in an ultrasonic bath filled with hot

TABLE 1 Maximum Specimen Diameter in Inches (Millimetres) to Utilize 80 % of Rated Capacity of Testing Machine

NOTE—The ratio of length to diameter of the test specimens may vary between 1.9 and 2.1. Diameters shall be measured to the nearest 0.001 in. (0.03 mm).

Maximum Compressive Strength, psi (MPa)	Testing Machine Capacity, lbf (kN)		
	10 000 (44)	20 000 (89)	30 000 (134)
	in. (mm)	in. (mm)	in. (mm)
10 000(69)	1.0(25.4)	1.43(36.3)	1.75(44.4)
50 000(345)	0.45(11.5)	0.64(16.3)	0.78(19.8)
150 000(1034)	0.26(6.6)	0.37(9.4)	0.45(11.5)

detergent solution. Then rinse specimens in hot water, dry at  $110 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $230 \pm 4^\circ\text{F}$ ) for 2 h and cool to room temperature in a desiccator.

9.3 Carefully center the specimen in the machine between the contact blocks. Place an appropriate guard around the specimen to contain flying fragments at failure; eye protection should be used by the operator.

9.4 Apply the load continuously and without impact shock until ultimate failure. The rate of loading to be used shall depend on the compressive strength of the material being tested, as shown in Table 2.

#### PROCEDURE B

##### 10. Apparatus

10.1 *Testing Machine*—Any fixed-head testing machine conforming to Practices E 4 and to the requirements for speed of testing prescribed in 12.3 may be used. A spherical head must not be used.

10.2 *Bearing Plates*—Hardened steel 60 HRC bearing plates shall be used between the contact cylinders and the platens of the machine. These plates shall be approximately 2.5 in. (63.5 mm) in diameter by 1 in. (25.4 mm) thick. The contact faces shall be surface ground until flat and parallel within 0.001 in. (0.025 mm) total indicator reading. The bearing plates shall be resurfaced as necessary to retain their tolerance and to remove any surface damage resulting from testing high-strength materials.

10.3 *Contact Cylinders*—Ceramic contact cylinders of the same material as the specimens to be tested shall be used between the bearing plates and the test specimen to aid in distributing the load and to minimize detrimental "end effects." These contact cylinders shall be ½ in. (12.7 mm) high and ⅜ in. (15.9 mm) in diameter. The contact faces shall be flat and parallel to within 0.0005 in. (0.013 mm) total indicator reading. Two new contact cylinders should be used for each specimen to prevent a damaged contact cylinder failing prematurely and thereby giving an erroneous reading. By using contact blocks made of the same, or

TABLE 2 Typical Loading Rates to Cause Failure in 1 min

NOTE—The loading rate of 16 000 lbf/min (70 kN/min) shall be used for the first three tests of an unknown material to determine the general strength classification group. Some specimens crack before ultimate failure; the load at which the first audible crack occurs shall be noted, but only the load on the specimen at ultimate failure shall be used for calculation of compressive strength.

Compressive Strength, psi (MPa)	Specimen Diameter, in. (mm)	Loading Rate, lbf/min (kN/min)
10 000(69)	1.0(25.4)	8 000(35)
50 000(345)	0.64(16.3)	16 000(70)
150 000(1034)	0.45(11.5)	24 000(105)

similar material as the test specimen used here is less deformation and less frictional resistance at the interfaces.

NOTE 2—Ceramic contact cylinders of similar composition to that of the test specimen may be used so long as the contact cylinders have a similar elastic modulus and equal or higher tensile strength to that of the test specimen.

## 11. Test Specimens

11.1 *Preparation*—Grind the test specimens to right cylinders. Grind the ends of all specimens with a 100-grit or finer diamond wheel, until parallel and perpendicular to the axis, within 0.0005 in. (0.013 mm) total indicator reading.

11.2 Clean the test specimens with a suitable solvent after grinding and follow by immersion in an ultrasonic bath filled with hot detergent solution. Then rinse the specimens in hot water, dry at  $110 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $230 \pm 4^\circ\text{F}$ ) for 2 h and cool to room temperature in a desiccator.

NOTE 3—In the event that water-sensitive specimens, such as MgO, are being cleansed, a substitute for water should be employed.

11.3 *Size*—Specimens shall be  $0.250 \pm 0.001$  in. ( $6.350 \pm 0.025$  mm) in diameter and  $0.500 \pm 0.002$  in. ( $12.70 \pm 0.05$  mm) in length.

11.4 *Number of Specimens*—The number of test specimens shall be not less than ten.

## 12. Procedure

12.1 Dye-check specimens and contact cylinders in ac-

cordance with practice prior to testing. Discard any parts exhibiting cracks or flaws visible to the unaided eye.

12.2 Center the specimen carefully in the machine between the bearing plates (Fig. 1) to avoid eccentric loading. Place an appropriate guard around the specimen to contain flying fragments at failure; eye protection should be used by the operator.

12.3 Apply the load continuously and without impact shock at a rate of 10 000 lbf/min (45 kN/min), within 20 %. Use only the load on the specimen at ultimate failure for calculation of the compressive strength.

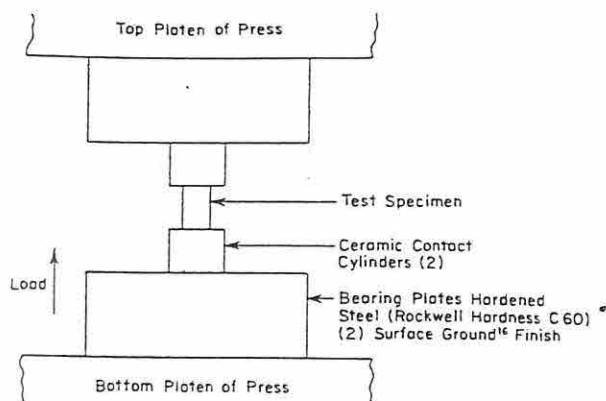


FIG. 1 Apparatus for Testing Compressive Strength.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี





Designation: C 837 - 81 (Reapproved 1992)

## Standard Test Method for Methylene Blue Index of Clay<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 837, the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the measurement of the adsorption of methylene blue dye by a clay, which is calculated as a methylene blue index for a clay.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety problems, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Document

#### 2.1 ASTM Standard:

C 324 Test Method for Free Moisture in Ceramic White-ware Clays<sup>2</sup>

### 3. Significance and Use

3.1 Tests run on many clays generally indicate that a straight-line relationship exists between the methylene blue index and such fundamental clay properties as cation exchange capacity, dry bond strength, and specific surface.

3.2 That portion of a clay lying within the colloidal range (generally defined as the 0.5 to 0.001- $\mu\text{m}$  range), determines the strictly colloidal properties of the clay and, together with the amount and type of organic material associated with the clay and the 2 to 0.2- $\mu\text{m}$  fraction, largely determines the properties of the clay when used in casting slip. The specific surface of the clay is a function of its particle size distribution, and since a straight-line relationship exists between dye adsorption and specific surface, dye adsorption therefore is an indication of the particle size distribution of the clay, particularly that part of the distribution in the  $-2\text{-}\mu\text{m}$  range in the clay. This procedure describes the determination of the dye adsorption (in this case, methylene blue) of the clay, using as a sample the dry clay from the moisture test described in Test Method C 324.

### 4. Apparatus

4.1 *Balance*, accurate to 0.01 g.

4.2 *Mixer*.<sup>3</sup>

4.3 *pH Meter or pH Paper*.

4.4 *Beaker*, 600-mL.

4.5 *Buret*, 25-mL.

4.6 *Medicine Dropper or Glass Stirring Rod*.

4.7 *Filter Paper*, Baroid No. 987.<sup>4</sup>

### 5. Reagents

5.1 *Purity of Reagents*—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.<sup>5</sup> Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 *Purity of Water*—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean distilled water or water of equal purity.

5.3 *Methylene Blue Solution (1 mL = 0.01 meq)<sup>4</sup>*—Store in darkness.

5.4 *Sulfuric Acid (0.1 N)*.

### 6. Procedure

6.1 Weigh out 2.00 g of clay that has been dried in accordance with the procedure in Method C 324, and place in the 600-mL beaker. If the clay cannot be tested immediately after drying it should be stored in a suitable desiccator.

6.2 Add 300 mL of distilled water to the beaker and stir with the mixer until the clay is uniformly dispersed.

6.3 Determine the pH of the slurry and add sufficient sulfuric acid to bring the pH within the range from 2.5 to 3.8. Continue stirring while the pH is being adjusted and continue stirring for 10 to 15 min after the last addition of acid.

6.4 Again test the slurry for pH, adding additional acid if necessary to restore the pH to the 2.5 to 3.8 range.

<sup>3</sup> This test method is based on the use of the Model F Lightnin mixer, which is available from Mixing Equipment Co., Inc., Rochester, NY. However, it has been found that some clays are not completely dispersed in this apparatus, and so results may be spurious. It has been found that the Waring Blender, available from Waring Products Division, Dynamics Corporation of America, New Hartford, CT 06057, is successful in dispersing all clays.

<sup>4</sup> Available from Baroid Div., National Lead Co., No. 425-15.

<sup>5</sup> *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analar Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C 21.04 on Clays.

Current edition approved March 27, 1981. Published August 1981. Originally published as C 837 - 76. Last previous edition C 837 - 76.

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.02.



 C 837

6.5 With the slurry still under the mixer, fill the buret with the methylene blue solution, add 5 ml of the solution to the slurry, and stir for 1 to 2 min.

6.6 Remove a drop of the slurry, using the dropper or the glass stirring rod, and place on the edge of the filter paper.

6.7 Observe the appearance of the drop on the filter paper. The end point is indicated by the formation of a light blue halo around the drop. Continue adding the methylene blue solution to the slurry in 1.0-mL increments with 1 to 2 min of stirring after each addition, then testing, until the end point is reached. For ball clays with relatively high methylene blue indexes, testing may start after two or even three 5-mL additions have been made to save time. Allow 1 to 2 min of stirring after each 5-mL increment.

6.8 After the end point is reached, continue stirring for 2 min and retest.

NOTE—Representative specimens weighing 2.00 g are difficult to obtain from some clays. In this case a larger specimen of clay may be weighed and mixed with the proper proportion of distilled water. After adequate mixing time a 300-mL portion of the slurry may be transferred to the 600-mL beaker for testing.

## 7. Calculation

7.1 Calculate the methylene blue index as follows:

$$\text{MBI} = \frac{E \times V}{W} \times 100$$

where:

MBI = methylene blue index for the clay in meq/100 g clay,

$E$  = milliequivalents of methylene blue per millilitre (see 5.3),

$V$  = millilitres of methylene blue solution required for the titration, and

$W$  = grams of dry material.

7.2 The calculations may be facilitated by using a multiplication factor where the specimen size is 2.00 g and the methylene blue titrating solution is 0.01  $N$ :

$$\begin{aligned} \text{MBI} &= \frac{0.01 \times V}{2} \times 100 \\ &= 0.5 V \end{aligned}$$

7.3 Record the methylene blue index for the clay.

## 8. Precision and Bias

8.1 The precision of this test method is the calculated methylene blue index (MBI)  $\pm 0.25$  meq/100 g clay. The MBI value cannot be directly related to any single, simply measured, characteristic of the clay; thus the bias of this test method cannot be specified.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.*

