



ДЕТАЛЬНЫЙ ТЕРМОХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ИСХОДНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ХУДОЖЕСТВЕННОЙ КЕРМАМИКИ

*Антон Бахтин, специалист по молекулярной спектроскопии и термоанализу, ООО «Шелтек»
Валерия Сердюк, мастер по крафтовой художественной керамике, студия «MirVals»*

Введение

В процессе обжига, известном вот уже многие тысячелетия, природная глина нагревается до желтого каления и её компоненты претерпевают ряд термических и химических превращений, преобразуя её в полезную в быту продукцию или в произведение искусства. Каким бы ни были происхождение глины и конечный продукт, будь то промышленная коммерческая посуда или художественное творение, мастер должен обеспечить качество готового изделия, а оно зачастую зависит от химического и физического поведения материала в процессе обжига. Например, при обжиге фарфоровых изделий эти свойства повлияют на их усадку, появление трещин вдоль острых краёв и на то, будет ли готовое изделие светлым и полупрозрачным. В этой статье мы расскажем Вам о том, чем может быть полезен **синхронный термический анализатор STA 2000** для определения состава глины и контроля за её свойствами при обжиге.

Оборудование и образцы

Для анализа мы использовали два образца коммерчески доступной художественной глины (Рис. 1): гончарная масса марки S-6010 (слева) и шамотированная масса марки S-6534 (справа).



Рис. 1: Образцы художественной глины

Одновременные термогравиметрические и калориметрические измерения мы выполняли с помощью синхронного термического анализатора STA-2000 компании XiangYi Instruments (Рис. 2).

Небольшая навеска глины, около 40-50 мг, помещалась в корундовые тигли, входящие в стандартный комплект анализатора STA 2000.



Рис. 2: Синхронный термический анализатор STA-2000

Поскольку встроенный автоматический газовый контроллер анализатора STA-2000 позволяет использовать при работе не только инертную, но и окислительную атмосферу, испытания образцов мы проводили как в потоке азота, так и в потоке кислорода. Параметры эксперимента подбирались согласно методу ASTM STP 997 [1]. Для анализа была выбрана самая оптимальная скорость нагрева: 20 °С/мин; а нагрев проб осуществлялся в температурном диапазоне 50-800 °С.

Анализ исходного содержания влаги

Исходное содержание влаги в образцах довольно легко определяется в инертной атмосфере по кривой потери массы (ТГ). На Рис. 3 показаны ТГ-кривые образца S-6010, изначально влажного и высушенного при комнатной температуре в течение 3 дней.

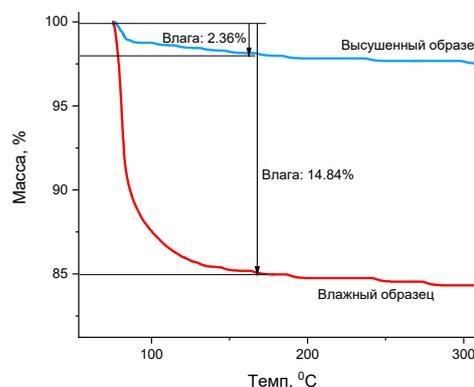
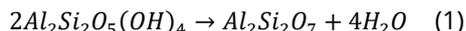


Рис. 3: Определение влаги в образцах глины по ТГ-кривой

Определение каолинита

Известно, что основной компонент глины, каолинит, при температурах 500-600 °С превращается в метакаолинит [2]:



Отследить это превращение достаточно просто: поскольку реакция протекает эндотермически, мы можем обнаружить нужный нам пик на ДСК-кривых наших образцов (Рис. 4). Выставим маркеры, соответствующие началу и окончанию процесса, и уже по ТГ-кривой определим количество выделившейся воды. Количество каолинита рассчитаем в соответствии со стехиометрией Уравнения (1). Результаты анализа представлены в Таблице 1.

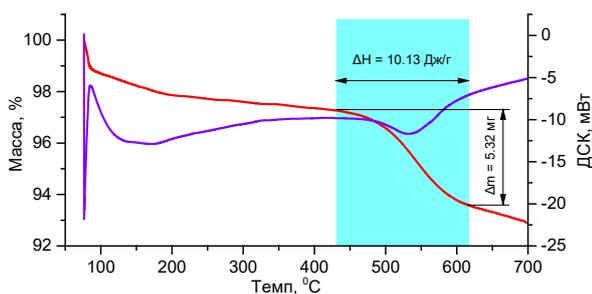


Рис. 4а: ТГ- и ДСК-кривые образца S-6010 (атм. N₂)

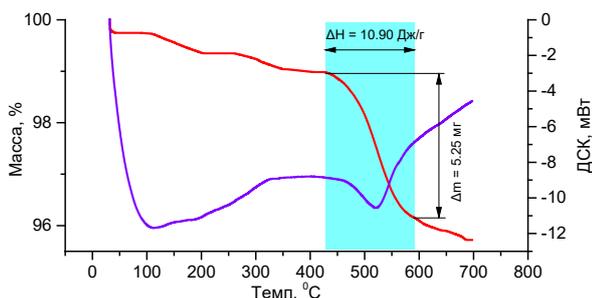


Рис. 4б: ТГ- и ДСК-кривые образца S-6535 (атм. N₂)

Таблица 1: Результаты определения каолинита в образцах художественной глины

Образец	m (H ₂ O), мг	ω (Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄), %
S-6010	5.32	59.2
S-6535	5.25	68.2

Результаты, полученные методом термического анализа, хорошо согласуются с коммерчески доступной информацией о составе художественной глины, содержание каолинита в которой нормируется в пределах 50-70%.

Определение температуры стеклования (T_g) стекловидных фаз глины

При создании прозрачной глазури и полупрозрачного фарфора необходимо, чтобы главный компонент смеси представлял собой аморфную фазу [3] и его кристаллиты не рассеивали бы падающий свет. В случае если прокалить в СТА-анализаторе образец до температуры обжига, затем охладить его и прокалить второй раз, то при температуре около 760 °С на кривых ДСК-сигнала мы

можем увидеть чёткую ступеньку с эндотермическим спадом вниз (Рис. 5). Наличие такой ступеньки означает, что материал подвержен стеклованию, т.е. фазовому переходу из кристаллической формы в аморфную [3].

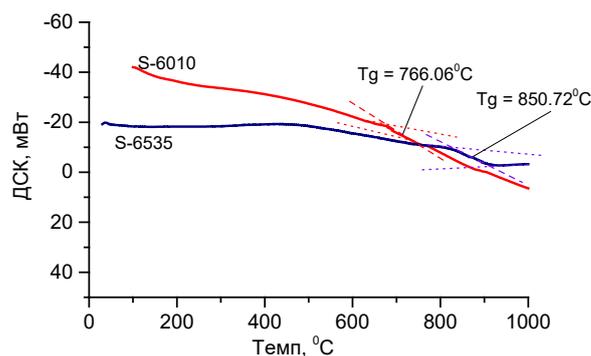


Рис. 5: Определение температуры стеклования (T_g)

Чем выше температура стеклования, тем меньше в образце находится аморфной фазы, поэтому для прозрачного фарфора температура стеклования должна быть сравнительно небольшой. С другой стороны, если аморфной фазы будет слишком много, то изделие будет оседать и разрушаться даже под действием силы тяжести. Таким образом, зная температуру стеклования и термическое поведение образца глины, мы можем подобрать оптимальный баланс между надёжностью изделия и его прозрачностью.

Выводы

Комплексный анализ сырья для производства керамики методами ТГА и ДСК позволяет получить крайне важную информацию как о физических свойствах образца, так и о его химическом составе, что в свою очередь позволит проводить контроль качества сырья и оптимизировать производственные процессы. Применение более высокотемпературного анализатора, такого как **STA 3000**, позволит получить ещё больше ценной информации о таких образцах: благодаря нагреву до 1500 °С станет возможным наблюдение непосредственно за процессом обжига и определение содержания кремния в глине и глазури.

Благодарности

Мы благодарим Валерию Сердюк (студия MirVals) за идею, предоставленные образцы и ценные замечания.

Литература

- [1] ASTM® STP 997, 1988, стр. 274-277
- [2] Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ. М.: Химия, 2000. 480 с.
- [3] R.C. McKenzie, R.C., "The Differential Thermal Investigation of Clays," Mineralogical Society, London (1957).

SchelTec
Total Laboratory

Тел.: +7 (495) 935-8888

info@scheltec.ru

шелтек.рус

ООО «Шелтек»

Официальный представитель XiangYi instruments в странах СНГ