**Разработка составов фриттованных глазурей для керамической черепицы с применением метода математического планирования эксперимента**

*Н.Д. Яценко, В.С. Спасибова, С.Г. Закарлюка, И.А. Гончаров,*

*А.И. Яценко*

*Южно-Российский государственный политехнический университет (Новочеркасский политехнический институт) имени М.И.Платова, Новочеркасск*

**Аннотация**: представлена разработка составов фриттованных глазурей для керамической черепицы однократного обжига с использованием метода математического планирования с помощью плана Шеффе неполного 3-го порядка. Установлено количество добавок, определяющих реологические свойства шликера. Выявлены области формирования качественного глазурного покрытия.

**Ключевые слова:** керамическая черепица, фриттованная глазурь, глина Жетмолинского месторождения,вулканический пепел, ТКЛР, реологические свойства, план Шеффе.

Одним из наиболее качественных и востребованных кровельных покрытий на современном рынке является глазурованная керамическая черепица, обладающая высокими декоративными и эксплуатационными свойствами [1].

Ранее проведенными исследованиями разработан состав керамической черепицы на основе глины Жетмолинского месторождения и вулканического пепла – сырьевых материалов Северного Кавказа с температурой обжига 1050˚С [2].

Основным направлением данных исследований является разработка фриттованных глазурей с температурой плавления не более 1050˚С и последующим однократным обжигом с использованием в составе материалов, входящих в состав черепицы, которые обеспечивают наибольшее соответствие их свойств, в частности, ТКЛР. Составы фриттованных глазурей с использованием вулканического пепла в качестве основного компонента и каолина Просяновского месторождения, для регулирования свойств шликера, приведены в табл.1[2,3].

Таблица 1 – Составы фриттованных глазурей и качество покрытия

|  |  |
| --- | --- |
| Материалы и свойства | № состава |
| 1Ф | 2Ф | 3Ф | 4Ф | 5Ф | 6Ф | 7Ф |
| Фритта FO-7 | 80 | 80 | 80 | 85 | 85 | 90 | 90 |
| Вулканический пепел | 5 | 10 | 15 | 5 | 10 | - | 5 |
| Каолин | 15 | 10 | 5 | 10 | 5 | 10 | 5 |
| Качество покрытия | Частично оплавлено, сборка | Частично оплавлено, мушка | Не оплавлено | Оплавлено, мушка | Оплавлено, равномерное покрытие | Оплавлено, поверхность рельефна | Оплавлено, сборка |

Глазурный шликер готовили совместным помолом сырьевых материалов на валковых мельницах в фарфоровых барабанах. Загрузку материалов, воды и мелющих тел производили в следующих соотношениях: 1:1,5:1. Тонкость помола контролировали проходом через сито №0063 с остатком не более 1%. Глазури наносили на высушенные образцы черепицы способом полива, с последующим однократным обжигом при температурах 1030˚С - 1050˚С и проводили определение их качества [3]. Полученные результаты свидетельствуют о том, что покрытие состава № 5Ф оплавлено, характеризуется хорошей сплошностью и гладкостью, а также характерным блеском при влажности шликера 45% (при влажности>45% глазурный слой был неравномерным, а при влажности <45% – наблюдалась «сборка» глазури) и обжиге при температуре 1050˚С (при температуре 1030˚С поверхность глазури была более матовой).

При разработке составов глазурных шликеров кроме их состава на качество покрытия огромное влияние оказывают реологические свойства (влажность, плотность) [4], особенно при однократном обжиге, когда глазурь наносится на высушенное изделие. В связи с этим содержание реологических добавок (КМЦ, ТПФ, жидкое стекло и сода) варьировали и определяли качество покрытия по его сплошности, гладкости и блеску[5, 6].

С целью выявления областей формирования качественного глазурного покрытия использовали метод математического планирования эксперимента по плану Шеффе неполного третьего порядка (Табл.2), оптимизацию которого проводили за счет изменения реологических свойств глазурного шликера при вводе различного вида и количества добавок [7, 10]. В качестве основного состава выбран состав глазури 5Ф, содержащий 85% фритты, 10% вулканического пепла и 5% каолина. Варьируемыми компонентами являлись добавки: Х1 - 1%ТПФ + 1% КМЦ; Х2 =1%Na2CО3 +1%КМЦ; Х3 =1%ЖС +1%КМЦ.

Задачей исследований являлось построение зависимости качества поверхности от состава глазури и нахождение оптимального количества реологических добавок.

Таблица 2 – Составы масс по плану Шеффе

|  |  |
| --- | --- |
| № состава | Содержание компонентов, масс. % |
| фритта | каолин | Вулканический пепел | ТПФ | КМЦ | Жидкое стекло | Сода |
| Х1 | 85 | 5 | 10 | 1 | 1 | - | - |
| Х2 | 85 | 5 | 10 | - | 1 | - | 1 |
| Х3 | 85 | 5 | 10 | - | 1 | 1 | - |
| Х4 | 85 | 5 | 10 | 0,5 | 1 | - | 0,5 |
| Х5 | 85 | 5 | 10 | - | 1 | 0,5 | 0,5 |
| Х6 | 85 | 5 | 10 | 0,5 | 1 | 0,5 | - |
| Х7 | 85 | 5 | 10 | 0,33 | 0,99 | 0,33 | 0,33 |
| Х8 | 85 | 5 | 10 | 0,5 | 1 | 0,33 | 0,17 |

Экспериментальные данные, полученные с помощью математического планирования приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты исследований по плану Шеффе

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| № опыта | Шихтовый состав, доли единицы | Функция отклика |
| X1 | X2 | X3 | Плотность, г/см3 | Качество покрытия, балл |
| 1 | 1 | 0 | 0 | 1,63 | 7 |
| 2 | 0 | 1 | 0 | 1,71 | 10 |
| 3 | 0 | 0 | 1 | 1,97 | 3 |
| 4 | 0.5 | 0.5 | 0 | 1,85 | 5 |
| 5 | 0 | 0.5 | 0.5 | 1,70 | 8 |
| 6 | 0.5 | 0 | 0.5 | 1,72 | 9 |
| 7 | 0.333 | 0.333 | 0.333 | 1,81 | 6 |
| 8 | 0,5 | 0,333 | 0,167 | 1,96 | 4 |

В качестве функции отклика использовали плотность глазурного шликера и качество поверхности глазури после обжига. Полученные уравнения для определения плотности (1) и качества поверхности (2) адекватно описывающие процесс, имеют следующий вид:

Y1 = 1,63x1 + 1,71x2 + 1,97x3 + 0,72x1x2 – 0,48x2x3 - 0,4x1x3 + 1,56x1x2x3 (1)

Y1 = 7x1 + 10x2 + 3x3- 14x1x2 + 6x2x3+16x1x3-42x1x2x3 (2)

Результаты, полученные на основании уравнений (1) и (2) позволяют выявить области формирования глазурного покрытия с различным качеством поверхности в зависимости от плотности глазурного шликера, представленные в виде диаграмм на рисунке 1.

Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод о том, что составы, имеющие плотность в пределах 1,63…1,75 г/см3 находятся в области А (рис. 1а) и характеризуются качеством поверхности, оцениваемой в 9-10 баллов – область С (рис. 1б). При наложении диаграмм видно, что остальные составы, обладающие плотностью более 1,75 г/см3, находятся в областях с качеством поверхности 1-8 баллов, то есть не удовлетворяют свойствам поверхности готовых изделий (присутствие трещин, отсутствие гладкости и блеска). Это связано с тем, что при нанесении глазурного шликера поливом на высушенный черепок, оптимальное содержание реологических добавок обеспечивает необходимую вязкость шликера, толщину покрытия, что в дальнейшем и обусловливает прочность сцепления глазурного слоя с черепицей и влияет на качество поверхности глазурного покрытия [8, 9].



 а б

Рисунок 1- Диаграмма плотности глазурного шликера (а) и качества внешнего вида покрытия (б) в зависимости от содержания реологических добавок;

Области с плотностьюшликера, г/см3: А – 1,63…1,75; В – 1,76…1,85; С – 1,86…1,97. Области оценки покрытия, балл: А – 1…5; В – 6…8; С – 9…10

Таким образом, в ходе проведенных исследований с помощью метода математического планирования эксперимента, выявлены области формирования качественного глазурного покрытияпри оптимальном содержании реологических добавок (ТПФ – 0,5…1%; КМЦ – 1%; жидкое стекло – 0…0,5%; сода – 0…0,5%), обеспечивающие плотность глазурного шликера в пределах 1,63…1,75 г/см3.

**Литература**

1. Коляда С.В. Перспективы развития производства строительных материалов в России до 2020 г. // Строительные материалы. – 2006. №7, с. 4 – 7
2. Закарлюка С.Г., Яценко Н.Д. Ресурсосберегающая технология керамической черепицы низкотемпературного обжига с использованием легкоплавкого глинистого сырья и вулканического пепла// Инженерный вестник Дона – 2016 – №3 URL: [ivdon.ru/ru/magazine/archive/n3y2016/3727](http://www.ivdon.ru/ru/magazine/archive/n3y2016/3727).
3. Яценко Н.Д., Закарлюка С.Г. Скоростные режимы сушки для производства строительной керамики на основе глин различных месторождений // Известия высших учебных заведений – 2013 - №3(172), c. 87-90.
4. Балкевич В.Л., Мосин Ю.Л. Реологические свойства керамических масс – М.: МХТИ им. Д.И. Менделеева, 1993, с. 105-107.
5. Патент № 2011118587/03, 27.11.2012. Состав черепичной глазури // Патент РФ №2467986, 2012 / Ратькова В.П., Закарлюка С.Г., Кобзарев А.С.
6. Наумов А.А. О возможности получения лицевого кирпича из глинистого сырья Звездинского месторождения // Инженерный вестник Дона, 2015, №3 URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n3y2015/3242.
7. Шапиро Н.М., Закарлюка С.Г., Яценко Н.Д., Ратькова В.П. Разработка технологии производства керамической черепицы со скоростными режимами сушки и обжига/Юж. -Рос.гос.техн.ун-т (НПИ) – Новочеркасск: ЮРГТУ, 2010, с. 327 – 328.
8. P. Boch, J.-C. Niepce. Ceramic Materials. Processes, Properties and Applications - ISTE, 2007, pp. 347-348.
9. Reis AS, Della-Sagrillo VP, Valenzuela-Diaz FR. Analysis of dimension stone waste addition to the clayey mass used in roof tile production. MaterialsResearch, 2015, pp. 152-154.
10. Шапиро Н.М., Закарлюка С.Г., Яценко Н.Д., Ратькова В.П. Скоростная технология производства керамической черепицы / Белгород.гос. технол. ун-т им. В.Г. Шухова. – Белгород: БГТУ, 2010, с. 97 – 101.

**References**

1. Koljada S.V. Stroitel'nye materialy. 2006. №7. pp. 4 – 7.
2. Zakarljuka S.G., Jacenko N.D. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2016, №3. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n3y2016/3727.
3. Jacenko N.D., Zakarljuka S.G. Izvestija vysshih uchebnyh zavedenij, 2013, №3 (172), pp. 87-90.
4. Balkevich V.L., MosinJu.L. Reologicheskie svojstva keramicheskih mass [Rheological properties of ceramic masses] M.: MHTI im. D.I. Mendeleeva, 1993, pp. 105-107.
5. Patent № 2011118587/03, 27.11.2012. Sostav cherepichnoj glazuri [the compositions of glazes]. Patent RF №2467986, 2012. Rat'kova V.P., Zakarljuka S.G., Kobzarev A.S.
6. Naumov A.A. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2015, №3. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n3y2015/3242.
7. Shapiro N.M., Zakarljuka S.G., Jacenko N.D., Rat'kova V.P. Razrabotka tehnologii proizvodstva keramicheskoj cherepicy[Development of technology of production of ceramic tiles]. Juzh.-Ros.gos.tehn.un-t (NPI). Novocherkassk: JuRGTU, 2010, pp. 327 – 328.
8. P. Boch, J.-C. Niepce. Ceramic Materials. Processes, Properties and Applications. ISTE, 2007, pp. 347-348.
9. Reis AS, Della-Sagrillo VP, Valenzuela-Diaz FR. Analysis of dimension stone waste addition to the clayey mass used in roof tile production. MaterialsResearch, 2015, pp.152-154.
10. Shapiro N.M., Zakarljuka S.G., Jacenko N.D., Rat'kovaV.P. Skorostnaja tehnologija proizvodstva keramicheskoj cherepicy [Fast technology of production of ceramic tiles]. Belgorod. gos. tehnol. un-tim. V.G. Shuhova. Belgorod: BGTU, 2010, pp. 97 – 101.