

Лабораторный практикум

по дисциплине

«Технология волокнистых материалов и покрытий»

Составитель доцент Папко Л.Ф.

Лабораторная работа № 1

Методы испытаний стекловолокна

Обозначение нити. В соответствии с ГОСТ 8325 обозначение нити (комплексной, однокруточной, ровинга) содержит техническую информацию и состоит из следующих элементов:

1. Первая буква в обозначении указывает тип стекла: А – щелочесодержащее; Е – электроизоляционное; S – высокопрочное; С – химически стойкое; AR – щелочестойкое.

2. Вторая буква указывает тип нити: С (непрерывная) – для обозначения непрерывных элементарных нитей; Д (прерывистая) – для обозначения нити из штапельного волокна.

3. Следующая за буквами одно- или двухзначная цифра указывает диаметр элементарной нити в микрометрах.

4. Далее через пробел указываются:

– линейная плотность в тексах;

– направление крутки: Z – правое, S – левое;

– число кручений на метр нити.

Пример обозначения однокруточной нити: ЕС6 34 Z 40.

Пример обозначения ровинга: ЕС10 2400 (2400 – общая линейная плотность).

Номинальная линейная плотность нити в зависимости от номинального диаметра элементарных нитей, количества сложений и кручений указана в табл. 1.

Таблица 1

Диаметр элементарной нити, мкм	Номинальная линейная плотность комплексной нити, текс	Количество сложений	Количество кручений на 1 м
3	1,8	От 1 до 4	Кратное 10 в интервале от 20 до 250
4	1,9; 3,4		
5	2,0; 2,8; 5,6; 11; 22; 34; 44		
6	3,4; 6,8; 13; 14; 17; 26; 28; 34; 44; 52; 54; 68		
7	5,6; 9,2; 11; 22; 34; 36; 44; 54; 68; 72		
9	28; 34; 52; 54; 68; 72; 100; 140		
10	80; 84; 120; 160		
13	120; 136; 140; 210; 240; 280; 400		

Допускаемые отклонения фактической линейной плотности от номинальной составляют, %: +5; –7.

Обозначение вырабатываемой комплексной нити состоит из следующих элементов:

– тип используемого стекла;

– тип нити;

– номинальный диаметр элементарной нити, мкм;

– номинальная линейная плотность нити, текс;

– индекс замасливателя (после тире).

Определение линейной плотности нитей и ровингов. Линейная плотность – масса нити, пряжи или ровинга, выраженная в единицах текс.

В соответствии с ГОСТ 10878 линейную плотность вычисляют по формуле

$$T = M/L,$$

где M – масса, г; L – длина, км.

Следовательно, 1 текс = 1г/1км.

Различают следующие виды линейной плотности:

– фактическая линейная плотность (T_f), которая определяется после прокаливания нити, пряжи или ровинга;

– номинальная линейная плотность – линейная плотность вырабатываемых нити и ровинга;

– номинальная расчетная линейная плотность – произведение суммы номинальных линейных плотностей нити на коэффициент D , который учитывает изменение длины из-за скручивания.

Определение линейной плотности нитей и ровингов проводится согласно ГОСТ 6943.1.

Определение линейной плотности методом прокаливания. Принцип метода состоит в определении массы испытываемых проб определенной длины после прокаливания до постоянной массы в муфельной электропечи при температуре $625 \pm 20^\circ\text{C}$.

Для определения фактической линейной плотности отматывают нить на намоточном барабане и завязывают в свободный узел. Отобранные для испытаний пробы не должны иметь повреждений, обрывов.

Пробу для испытаний помещают в держатель, устанавливают в нагретую муфельную печь и выдерживают 30 мин. Прокаленную пробу с держателем помещают в эксикатор, охлаждают и взвешивают на аналитических весах.

Взвешивание пробы производят на лабораторных весах с погрешностью не более 0,5% от взвешиваемой массы. Линейную плотность нити, ровинга в тексах вычисляют по формуле

$$T = 1000 \cdot m/l,$$

где m – масса отдельного мотка или отрезка, г; l – длина нити в мотке или отрезке, м.

Линейную плотность определяют как среднее арифметическое плотностей проб для испытаний.

Определение линейной плотности высушиванием. Принцип метода состоит в определении массы испытуемых проб определенной длины после высушивания в сушильном шкафу при температуре $107 \pm 2^\circ\text{C}$ не менее 30 мин.

Для определения линейной плотности отбирают три пробы в виде отрезков, длина которых составляет 100 м.

Пробы высушивают при температуре $107 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 30 мин, затем взвешивают на лабораторных весах.

Линейную плотность нити в тексах вычисляют по формуле

$$T = 1000 \cdot m/l,$$

где m – масса отдельного мотка или отрезка, г; l – длина нити в мотке или отрезке, м.

Таблица 2

Линейная плотность, текс	Длина нити в пробе, м
$T \leq 5$	200
$5 < T \leq 30$	100
$30 < T \leq 60$	50
$60 < T \leq 100$	25
$100 < T \leq 300$	10
$T > 300$	1

Для определения номинальной линейной плотности пробы в виде отрезков длиной 100 м взвешивают на лабораторных весах. Рассчитывают линейную плотность нитей и определяют текс с учетом допускаемых отклонений фактической линейной плотности от номинальной, составляющих, %: +5; –7.

Определение массовой доли влаги и веществ, удаляемых при прокаливании. В соответствии с ГОСТ 4943.8 массовая доля влаги определяется на пробах нитей, ровингов по результатам взвешивания их в исходном состоянии и после высушивания в сушильном шкафу при температуре $107 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 30 мин. Образцы при этом помещают в отдельные тигли.

Для определения массовой доли веществ, удаляемых при прокаливании, высушенные образцы прокаливают по следующим режимам:

- для материалов из бесщелочного стекла – при температуре 605–645 °С в течение 15 мин;
- для материалов из щелочесодержащего стекла – при температуре 450–500 °С в течение 30 мин;
- для кремнеземных материалов – при температуре 750–800 °С в течение 40 мин.

Определение диаметра элементарного волокна. В соответствии с ГОСТ 6943.2 диаметр элементарного волокна определяют двумя методами.

При использовании *метода А* измеряют продольное сечение образца, помещенного в жидкую среду, показатель преломления которой отличается от показателя преломления стекловолокна. Образец готовят следующим образом: отрезок стеклянно нити длиной не более 25 мм помещают на предметное стекло и разъединяют на элементарные волокна параллельно друг другу. С помощью стеклянной палочки смачивают образец одной каплей бензилового спирта или смеси одной части глицерина в двух частей воды и накрывают покровным стеклом. Измерение диаметра производят под микроскопом при увеличении от 400 до 1000 с помощью микрометрической шкалы с точностью 0,5 мкм. При этом перемещают микрометрическую сетку от одного края элементарной нити до другого края. Перемещают предметное стекло таким образом, чтобы измерить фактический диаметр 25 случайно выбранных волокон. Диаметр элементарных волокон рассчитывают как среднее из 25 измерений с точностью до 0,5 мкм.

Сущность *метода В* заключается в измерении поперечного сечения заданного числа волокон образца, пропитанного смолой. Образец нити помещают на предметное стекло, приклеивают смолой и дают затвердеть. Помещают предметное стекло в форму вертикально, заполняют форму полиэфирной или эпоксидной

смолой и дают застыть, получая пресс-массу, поверхность которой полируют шлифовальным кругом с использованием микропорошков М14. Ножовочным полотном отрезают диск толщиной 4 мм от верхней части пресс-массы. Полученный срез исследуют под микроскопом, измеряя диаметр элементарного волокна с помощью микрометрической шкалы. Определяют среднее из 25 измерений диаметра элементарного волокна.

Определение разрывной нагрузки нитей и ровингов. Разрывная нагрузка нитей и ровингов определяется по ГОСТ 6943.10. Для проведения испытаний используют разрывную машину с тисочными или улиточными зажимами. Длина образца нити для испытаний должна быть 220 мм при испытаниях в тисочных зажимах и 1000 мм при испытаниях в улиточных зажимах.

При испытаниях в тисочных зажимах образцы нити или ровинга проклеивают по концам на бумаге. Для этого на бумагу укладывают шаблон шириной 80 ± 2 мм и места бумаги, выходящие из-под шаблона, проклеивают клеящим веществом, например клеем БФ. Отрезки нити, ровинга укладывают параллельно на бумаге, их концы проклеивают полосками бумаги. Для отверждения клеящего вещества пробы выдерживают в сушильном шкафу при температуре 107 ± 2 °С в течение 30 минут. Перед испытанием на разрывной машине нити разделяют, разрезая бумагу между ними. Для проведения испытаний проклеенные образцы заправляют в верхний тисочный зажим, используя прокладки из винилискожи или наждачной бумаги, затем в нижний зажим, находящийся на расстоянии 100 мм. Распрямив образцы, плотно зажимают верхний и нижний зажимы. Скорость опускания нижнего зажима 50–100 мм/мин.

Заправка отрезка нити, ровинга в улиточных зажимах должна производиться по винтовой канавке. Расстояние между улиточными зажимами 500 мм, скорость опускания нижнего зажима 100–300 мм/мин.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение разрывной нагрузки пяти образцов.

Выполнение лабораторной работы. Испытания проводят на образцах нитей и ровингов из стекла типа Е.

При определении линейной плотности рассчитывают отклонение от номинального значения. Диаметр волокна определяют по методу А. По результатам определения линейной плотности и диаметра волокна составляют обозначение нити.

Показатели разрывной нагрузки нитей и ровингов сравнивают со справочными данными.

Результаты испытаний нитей и ровингов записывают по форме:

Обозначение нити	Линейная плотность, текс (отклонение)		Влажность, %	Вещества, удаляемые при прокаливании, %	Диаметр волокна, мкм	Разрывная нагрузка, Н
	номинальная	фактическая				

Контрольные вопросы

1. Обозначение комплексных нитей и ровингов.
2. Единицы измерения линейной плотности нитей и ровингов.
3. Виды линейной плотности.
4. Допускаемые отклонения фактической линейной плотности от номинальной.
5. Методы определения линейной плотности.
6. Какие вещества удаляются при прокаливании.
6. Методы определения диаметра элементарного волокна.
7. Методика определения определения разрывной нагрузки нитей и ровингов.

Лабораторная работа № 2

Определение теплопроводности волокнистых материалов

Определение теплопроводности волокнистых теплоизоляционных материалов проводится с помощью измерителя теплопроводности ИТП-МГ4 при стационарном тепловом режиме по ГОСТ 7076. Диапазон измерения теплопроводности на данном приборе составляет 0,02–1,5 Вт/м·К, теплового сопротивления – 0,03–1,0 м²·К/Вт.

Принцип работы прибора основан на создании стационарного теплового потока, проходящего через плоский образец перпендикулярно к лицевым граням образца. При этом измеряется температура противоположных лицевых граней образца и плотность теплового потока.

Вычисление теплопроводности λ и теплового сопротивления R производится вычислительным устройством по формулам

$$\lambda = H \cdot q / (T_H - T_x);$$

$$R_H = (T_H - T_x) / q - 2 \cdot R_K,$$

где λ – эффективная теплопроводность, Вт/м·К; R_H – тепловое сопротивление измеряемого образца, м²·К/Вт; H – толщина образца, мм; q – плотность стационарного теплового потока, проходящего через образец, Вт/м²; T_H – температура горячей грани измеряемого образца, К; T_x – температура холодной грани измеряемого образца, К; R_K – тепловое сопротивление между лицевой гранью образца и рабочей поверхностью плиты прибора, м²·К/Вт.

Стационарная установка прибора состоит из блока управления нагревателем, холодильника, тепломера, датчиков температуры, устройства преобразования первичных сигналов датчика, источника питания.

Для испытаний используют образцы теплоизоляционных материалов и изделий на основе стеклянного и базальтового штапельного волокна (стекловаты и каменной ваты), а также рубленого непрерывного волокна (иглопробивные и иглопрошивные материалы).

Образцы волокнистых теплоизоляционных материалов изготавливают в виде прямоугольного параллелепипеда, параллельные лицевые грани которого имеют

форму квадрата со стороной 100×100 мм. Длину и ширину образца измеряют линейкой с погрешностью не более 0,5 мм.

Толщина образца должна составлять от 3 до 28 мм. Она измеряется штангенциркулем в четырех углах на расстоянии 50 ± 5 мм от вершины угла. За толщину принимают среднее арифметическое значение четырех измерений.

Подготовка прибора к измерению заключается в следующем:

– подключить электронный блок к установке, заземлить корпус стационарной установки через клемму защитного заземления, подключить сетевой шнур к установке и к сети переменного тока 220 В;

– открыть установку, для чего ослабить прижимной микрометрический винт, повернуть против часовой стрелки эксцентриковый замок и освободить поводок коромысла; поднять поводок и отвести на 90° подвижную Г-образную стенку установки, поднять коромысло с закрепленной на ней плитой нагревателя, протереть поверхности нагревателя и тепломера;

– установить образец в установку и опустить коромысло, при этом зазор между плитой нагревателя и образцом должен составлять 2–5 мм;

– поднять поводок, закрыть Г-образную стенку, опустить поводок в паз эксцентрикового замка и, повернув его по часовой стрелке, закрепить поводок;

– вращая микрометрический винт по часовой стрелке, зажать образец до срабатывания трещотки динамометрического устройства. Для проведения измерений необходимо включить питание электронного блока. Нажатием кнопки «ВВОД» активизировать режим «Измерение». На дисплее высвечивается толщина образца $H = 15,0$ мм, кнопками \uparrow и \downarrow установить фактическую толщину образца и зафиксировать кнопкой «ВВОД». Далее кнопками \uparrow и \downarrow устанавливается температура холодильника T_x в соответствии с табл. 3 и фиксируется кнопкой «ВВОД». Устанавливается температура нагревателя T_n и фиксируется кнопкой «ВВОД».

Таблица 3

Рекомендуемая разница температур нагревателя и холодильника $\Delta = T_n - T_x$ в зависимости от теплопроводности и толщины образцов

λ , Вт/м·К	Толщина образца H , мм					
	3–5	6–10	11–15	16–20	21–25	26–30
	$\Delta = T_n - T_x$					
0,02–0,04	5–12	10–25	22–30	25–35	–	–
0,05–0,1	–	8–20	17–25	20–30	–	–
0,11–0,2	–	–	12–20	18–25	20–30	–
0,21–0,3	–	–	8–14	12–20	15–27	–
0,31–0,4	–	–	6–10	8–15	10–20	–
0,41–0,5	–	–	–	7–12	9–16	–
0,51–0,6	–	–	–	6–10	8–13	10–17
0,61–0,7	–	–	–	5–9	7–12	9–14
0,71–0,8	–	–	–	–	6–10	8–13
0,81–0,9	–	–	–	–	5–9	7–11
0,91–1,1	–	–	–	–	4–8	6–10
1,11–1,3	–	–	–	–	–	4–8

В случае неверного ввода значений H , T_x и T_n необходимо нажать кнопку «РЕЖИМ» и повторить ввод.

Нажатием кнопки «ПУСК» запускается режим измерения, которое проводится в автоматическом режиме. Таймер в нижней строке дисплея отсчитывает время наблюдения, по истечении которого производится автоматическое вычисление значений эффективной теплопроводности λ и теплового сопротивления R_n измеряемого образца. При окончании измерения издается звуковой сигнал.

Для повторного измерения образца необходимо нажать кнопку «РЕЖИМ» и повторить указанные выше операции.

Результаты определения теплоизоляционных характеристик волокнистых материалов записывают по следующей форме:

Материал	Вид волокна	Толщина образца, мм	Тепловое сопротивление, $m^2 \cdot K / Wt$	Коэффициент теплопроводности, $Wt / m \cdot K$

Контрольные вопросы

1. Виды тепло- и звукоизоляционных волокнистых материалов.
2. Показатели теплопроводности волокнистых материалов.
3. Факторы, влияющие на теплопроводность волокнистых материалов.
4. Принцип работы измерителя теплопроводности ИТП-МГ4.

Лабораторная работа №3

Получение эмалевых покрытий

Общие сведения. Эмаль – стекловидный материал, который предназначен для получения покрытий по металлу.

По основным функциям эмали подразделяются на грунтовые и покровные.

Грунтовая эмаль (грунт) представляет собой промежуточный слой между металлом и покровной эмалью. Он обеспечивает прочное соединение этих различных по природе материалов. При обжиге грунтового покрытия протекают химические реакции между компонентами эмали и металлом, идет диффузия ионов, растворение продуктов реакций в стеклорасплаве. В результате изменяются рельеф поверхности металла, концентрация исходных компонентов у границы раздела и образуется промежуточный (контактный) слой между покрытием и основой. В этом случае возникает сцепление, прочность которого измеряется силой, необходимой для отрыва покрытия от основы. Прочное сцепление покрытия с защищаемой поверхностью является важнейшим условием эксплуатации покрытия. В грунтовые эмали вводят активаторы сцепления эмали с металлом: оксиды кобальта CoO и Co_2O_3 в количестве 0,2–1 мас. %; оксиды никеля NiO и Ni_2O_3 (0,5–2 мас. %). Они окрашивают эмаль в сине-черные тона. Грунтовая эмаль должна иметь широкий интервал обжига, хорошо смачивать металл, ТКЛР грунтовой эмали должен быть ниже, чем у металла.

Покровные эмали наносятся на слой грунтовой эмали и обеспечивают требуемые потребительские и декоративные свойства покрытия. Для внутреннего покрытия чаще применяют белые (глушеные) эмали, для наружного – как белые, так и цветные.

Глушение покровной эмали происходит за счет преломления, отражения и дифракции света на частицах глушителя. Глушители – соединения, которые хорошо растворяются в расплаве при варке стекла и кристаллизуются при обжиге покрытия (TiO_2 , ZrO_2 , SnO_2 , соединения фтора).

Глушение усиливается с увеличением разности показателей преломления глушителя и эмали. Оптимальный размер частиц глушителя составляет 0,2–1 мкм. Наиболее интенсивное глушение обеспечивается при выделении в процессе обжига кристаллической фазы. При обжиге наиболее распространенных титансодержащих эмалей выделяются кристаллы анатаза, при этом формируется мелкокристаллическая структура. В случае кристаллизации рутила выделяются крупные кристаллы желтоватого цвета и происходит окрашивание покрытия. Наилучшее глушение эмали, которое оценивается показателями белизны, обеспечивается при совместном введении TiO_2 , Al_2O_3 , P_2O_5 .

Промышленные составы эмалей часто содержат соединения фтора: плавиковый шпат CaF_2 , криолит Na_3AlF_6 , кремнефторид натрия Na_2SiF_6 . В этом случае при обжиге эмалей выделяются NaF , AlF_3 . Фториды обладают слабым глушащим действием, поэтому вводятся в комбинации с другими глушителями. Из-за отрицательного влияния фтористых соединений на окружающую среду разрабатываются бесфтористые эмали.

При синтезе эмалей используются традиционные для стекольной промышленности сырьевые материалы. Для создания окислительных условий в состав эмалей вводят натриевую и калиевую селитры. Нитраты выполняют также роль плавней. При введении красителей получают цветные эмали.

Традиционная технология нанесения эмалевых покрытий включает нанесение и обжиг грунтовой эмали, нанесение покровной эмали на обожженный слой грунта и ее обжиг (2 слоя/2 обжига). Толщина слоев составляет до 0,2 мм. Вязкость при температуре обжига, поверхностное натяжение, температура размягчения покровных эмалей должны быть ниже, чем у грунтовых.

Возможно нанесение на слой порошка грунта покровной эмали с однократным обжигом (2 слоя/1 обжиг). При этом толщина грунтового слоя должна быть не более 0,08 мм, покровной эмали – 0,1 мм, что возможно при более тонком помоле фритты (размер частиц не более 40 мкм). При однократном обжиге двух слоев грунтовая эмаль должна быть более легкоплавкой, чем покровная.

Получение эмалевого покрытия на металле. Технологическая схема эмалирования металлов включает следующие стадии:

- 1) подготовка сырьевых материалов и приготовление шихты;
- 2) варка фритты (температура варки 1250–1350°C);
- 3) грануляция фритты при быстром охлаждении (в воде);
- 4) помол фритты (приготовление шликера эмали, сухой помол);
- 5) подготовка поверхности металла;
- 6) нанесение эмалевых покрытий;

7) сушка и обжиг покрытий.

По традиционной технологии эмалирования на металл шликерным способом наносят грунтовую эмаль, затем на обожженный слой грунта наносят шликерным способом покровную эмаль – один или несколько слоев с отдельным обжигом каждого слоя. Этот способ реализуется в лабораторных условиях.

При технологии эмалирования 2 слоя/1 обжиг шликерным способом наносят грунтовую эмаль, на нее сухим способом – покровную.

Подготовка поверхности металла к эмалированию. На поверхности металлических изделий всегда имеются загрязнения: твердые оксидные или солевые образования (окалина, ржавчина и т. п.); органические пленки (масляные, жировые). Перед эмалированием металлические пластины подвергают специальной обработке для обезжиривания, удаления ржавчины или окислов. Подготовка поверхности является одним из условий образования бездефектного эмалевого покрытия.

Обработка металла (стали) включает следующие операции.

1. Обезжиривание, которое может проводиться двумя способами:

а) обезжиривающий (черновой) отжиг в течение 10–20 мин при температуре 650–800°C;

б) химическая обработка в растворе следующего состава: кальцинированная сода Na_2CO_3 (40 г/л); каустическая сода NaOH (50 г/л). Температура раствора – 90°C, выдержка при этой температуре – 6–10 мин. После химического обезжиривания металлическую пластину промывают в проточной воде.

2. Травление поверхности для удаления окислов после обезжиривающего отжига или ржавчины после химического обезжиривания. Травление осуществляется в растворе NaCl (100 г/л) и H_2SO_4 (100 г/л) при температуре 65°C в течение 6 мин. После химической обработки образец промывают в проточной воде.

При травлении в кислотных растворах помимо очистки от окислов создается определенная шероховатость поверхности, что повышает прочность сцепления эмали с металлом.

3. Нейтрализация поверхности в растворе кальцинированной соды (5 г/л). Температура раствора – 80°C, время обработки – 6 мин. После нейтрализации образец промывают в проточной воде. Назначение операции – нейтрализация кислоты, оставшейся после травления на поверхности, защита протравленной поверхности от окисления при сушке и хранении.

Очистка поверхности от загрязнений и ржавчины может производиться также механическим способом – обработкой абразивным материалом. При этом поверхности придается шероховатость, что улучшает сцепление эмали с металлом.

Приготовление шликера эмали проводят при мокром помоле в шаровых мельницах в течение 4–20 ч. Соотношение масс шаров и фритты 2,4 : 1. Эмалевая фритта размалывается до частиц размером от 1 до 150 мкм. Для создания седиментационно устойчивой суспензии из частиц эмалевого стекла в состав шликера вводятся структурообразующие добавки. При этом в результате межчастичного взаимодействия создается пространственный каркас, в котором крупные частицы фритты находятся в подвешенном состоянии, т. е. не оседают при хранении. В качестве структурообразующей добавки вводится глина в количестве до 10 мас. ч на 100 мас. ч фритты. Шликер содержит 60–65 мас. ч. твердой фазы и 30–35 мас. ч.

воды. Для улучшения текучести шликера вводят электролиты (буру или селитру натриевую) в количестве 0,2–1,5 мас. ч. (на 100 мас. ч. фритты).

Рецептура шликера грунтовой эмали, мас. ч.: фритта – 100; глина «Веско-гранитик» – 10; вода – 50.

Рецептура шликера покровной эмали, мас. ч.: фритта – 100; глина «Веско-гранитик» – 8; вода – 40.

Нанесение эмалевого шликера проводят следующими способами: окунание, облив, нанесение кистью или шпателем. После мокрого нанесения эмали необходима сушка при температуре не менее 60°C.

Определение температурного интервала обжига покрытий. Температурный интервал обжига эмалевых покрытий определяют при термообработке в градиентной печи. Пластинки стали размером 150×20 мм покрывают эмалью, сушат и обжигают в градиентной печи с максимальной температурой 900–950°C при продолжительности 5–10 мин. После обжига и охлаждения образцов оценивают качество эмалевого покрытия. По графику распределения температуры по длине печи определяют три зоны качества покрытия: пережог, нормальный обжиг, недожог. При нормальном обжиге покрытие хорошо растекается по поверхности пластины, не имеет вздутий. Недожог характеризуется отсутствием блеска, недостаточной растекаемостью. При пережоге покровная эмаль приобретает серый цвет или покрывается темными точками.

По другому методу металлические пластины с нанесенной эмалью обжигают при заданной температуре и продолжительности в муфельной печи. Изменяя температурно-временные условия термообработки, определяют оптимальный режим обжига.

Формирование эмалевого покрытия производят в следующей последовательности:

1) подготовка стальных образцов в соответствии с изложенной выше методикой;

2) подготовка эмалевого шликера;

3) покрытие подготовленных пластин металла тонким слоем шликера грунтовой эмали способом окунания, полива или кистью. Высушивают в сушильном шкафу при температуре до 60°C, затем обжигают в муфельной печи при температуре 830–950°C. Покрытие должно хорошо растекаться по поверхности металлической пластины, не иметь вздутий, разрывов сплошности;

4) нанесение на слой грунтовой эмали тонкого слоя шликера покровной эмали. Высушивают, помещают образец в горячую электропечь и обжигают при температуре 820–850°C в течение 5–6 мин. Оценивают качество эмалевого слоя, определяют температуру обжига, при которой получают бездефектное эмальное покрытие.

Результаты получения эмалевого покрытия записывают по форме:

Тип эмали	Температура обжига, °C	Продолжительность обжига, мин	Качественные показатели эмали

Получение глазурных покрытий

Для нанесения глазури на керамический черепок готовится глазурная суспензия (шликер). Для этого фритта мелется в фарфоровом барабане. Небольшое количество опытной фритты размалывают вручную в фарфоровой ступке.

Состав глазурного шликера, мас. ч.: фритта – 93–95; глина «Веско-гранитик» (каолин) – 5–7; вода – 45–50.

Добавки глины беложгущейся или каолина способствуют удерживанию частиц глазури во взвешенном состоянии. Степень помола глазури контролируется остатком на сите № 063, составляющим не более 0,5%.

Глазурь наносят на очищенные и немного увлажненные губкой образцы керамических плиток методом полива. Боковые поверхности и тыльная сторона плиток зачищают от натеков глазури. Покрытие должно быть равномерным по толщине (0,2–0,3 мм). Нанесенное глазурное покрытие сушится на воздухе.

Обжиг глазурных покрытий проводится в режиме нагрев–охлаждение при температуре 950–1100 °С (в зависимости от состава) в муфельной электропечи. Выдержка при максимальной температуре – 10 мин. Для определения оптимальной температуры обжига глазурь наносится на полоски керамических плиток и обжигается в градиентной печи 20 мин. Качество глазурного покрытия оценивается визуально.

При обжиге глушеных глазурей различают следующие качественные характеристики: порошок глазури смывается; спек порошка; заглушенное блестящее покрытие с хорошим разливом; вспенивание глазури (пережог); каменное матовое покрытие. Исходя из данных градиентной термообработки, определяют оптимальную температуру обжига.

Порядок выполнения работы:

- подготовка глазурного шликера;
- нанесение шликера на поверхность керамических образцов;
- сушка сырого глазурного слоя в сушильном шкафу;
- обжиг образцов в электропечи при температуре 950–1100°С (в зависимости от состава глазури) с выдержкой при максимальной температуре 10 мин;
- оценка качества глазурного покрытия, его фактуры.

Результаты получения глазурных покрытий записывают по следующей форме:

Тип глазури (фактура)	Температура обжига, °С	Продолжительность обжига, мин	Качество глазурного покрытия

Контрольные вопросы

1. Классификация эмалей. Грунтовые и покровные эмали, их свойства.
2. Технологическая схема эмалирования металлов.
3. Процессы, протекающие при формировании эмалевых покрытий.
4. Определение температурного интервала обжига покрытий.
5. Получение глазурных покрытий на керамических изделиях.

Лабораторная работа № 4

Определение свойств эмалевых покрытий

Определение растекаемости эмали. В соответствии с ГОСТ 24405-80 растекаемость стеклоэмали определяют следующим образом. Из 2 г подготовленного порошка эмали прессуют цилиндрические образцы диаметром 15 мм и высотой 10 мм. Образцы высушивают и помещают на предварительно покрытую с обеих сторон грунтовой эмалью стальную пластинку. Пластинку с образцами укладывают в предварительно нагретую до 860 °С электрическую муфельную печь на подставку из жаропрочной стали, которая позволяет переводить пластинку с образцами из горизонтального положения в наклонное под углом в 45°. Выдерживают образцы 1 мин в горизонтальном положении, затем переводят в наклонное: в течение 2 мин – с образцами из грунтовой эмали; в течение 5 мин – с образцами из покровной эмали. Затем пластинку с образцами достают из электропечи, охлаждают и измеряют длину зоны растекания оплавленного образца. Испытания проводят параллельно на двух образцах.

Определение сплошности покрытия химическим методом проводят смачиванием поверхности эмали 5%-ным раствором NaCl. В местах дефектов через некоторое время появляется желтое окрашивание. Применяется также смесь 1%-го раствора железисто-синеродистого калия $K_4[Fe(CN)_6]$ и 3%-го раствора NaCl. В местах пор и трещин появляется синее окрашивание. Химический метод используется при определении сплошности светлых покрытий.

Определение химической стойкости эмалевого покрытия образцах проводят следующим методом. На очищенное покрытие наносят каплю свежеприготовленного 10%-го раствора лимонной кислоты (проба пятном). Через 15 мин каплю смывают. Класс стойкости определяют визуально в отраженном свете по характеру изменения поверхности покрытия под каплей. Различают следующие классы химической устойчивости:

АА – не обнаружено каких-либо изменений;

А – слабое потускнение, при штриховке карандашом не обнаруживается граница пятна;

В – заметное потускнение, при штриховке пятна карандашом обнаруживается граница пятна, штриховка стирается сухой тканью;

С – то же, штриховка стирается влажной тканью;

Д – грубая матовость.

Покрытия класса АА и А считаются стойкими; класса В – промежуточными; классов С и Д – нестойкими.

Определение прочности сцепления эмали с металлом проводят методом удара. Эмалированную пластинку устанавливают на деревянную подставку и сбрасывают на нее с высоты 100 мм стальной шарик массой 60–100 г. Если эмаль не откололась, то высоту падения шарика увеличивают. Нижний предел прочности при ударе составляет 0,2 Н/м. Сцепление эмали со сталью считается хорошим, если при ударе грунтовая эмаль отслаивается в виде небольших иголок, на по-

верхности остается темный слой. В случае плохого сцепления эмаль откалывается и обнажает поверхность металла.

Определение термостойкости эмалированных изделий проводят при попеременном нагреве и охлаждении. Эмалированную пластину помещают в стакан с водой, доводят до кипения, выдерживают 10–15 с, затем переносят пластинку в стакан с холодной водой (20 °С). Цикл нагревание–охлаждение повторяют 3–5 раз. По наличию трещины судят о термостойкости покрытия до 100 °С.

Испытание на термостойкость при более высокой температуре проводят следующим образом. На эмалированную пластину кладут кусочек оловянной фольги и пластину нагревают до плавления олова (232 °С). Затем пластину быстро охлаждают водой. Для выявления трещин на поверхность наносят краситель.

Результаты определения свойств эмали записывают по форме:

Тип эмали	Растекаемость, мм	Класс химической устойчивости	Прочность сцепления	Термостойкость, °С

Определение свойств глазурных покрытий

Термостойкость глазурных покрытий оценивают по следующей методике: образцы нагревают в электропечи до температуры 150°С, выдерживают 15 мин и резко охлаждают в воде. При отсутствии трещин, которые проявляются при нанесении красителя, образец высушивают, и испытания повторяются при более высокой температуре. Требуемые показатели термостойкости – не менее 150°С.

Определение блеска и белизны глазурных покрытий проводят с помощью фотометра ФБ–2. Белизна глушеных глазурей характеризуется коэффициентом диффузного отражения. Его величина определяется сравнением коэффициентов отражения поверхностей покрытия и эталонного образца. Белое эмалевое покрытие должно иметь белизну не менее 75%.

Интенсивность отраженного пучка света от поверхности образца измеряется фотоэлементами, а показания считываются на микроамперметре. При измерении белизны фотоэлемент находится по нормали к поверхности, при измерении блеска – под углом 45°. В качестве эталона белизны используются заглушенные стекла марки МС–20 с коэффициентом отражения, равным 96 %.

Результаты определения свойств глазурей записывают по форме:

Фактура глазури	Термостойкость, °С	Блеск, %	Белизна, %