

Badanie przyczepności emalii do wyrobów stalowych



A3. p.III p.312

Instrukcja do ćwiczeń
na rok akademicki 2007/2008

Opracował:
dr inż. Stanisław Siwulski

Kraków 2008

1 Emalie ceramiczne

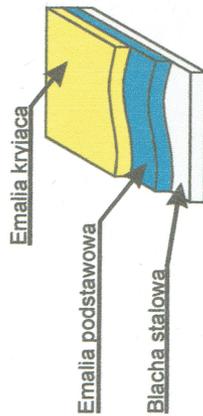
Emalia jest szklistą lub szkło-kryształiczną powłoką nałożoną na podłoże metaliczne, najczęściej w celach ochronnych lub dekoracyjnych, złożoną ze składników nieorganicznych, głównie tlenków.

Szklawa emalierskie stanowiące materiał wyjściowy dla emalii są specyficznym rodzajem szkieł tlenkowych o właściwościach umożliwiających ich obtopienie na podłożu w formie litej powłoki o zamierzonych właściwościach użytkowych.

Wyrób emalowany stanowi układ dwóch różnych komponentów: podatnego na odkształcenia plastyczne metalu i kruchego szkła o właściwościach ochronnych. Pozwala to uzyskać szczególnie cenne dla rozwiązań aplikacyjnych zespolenie dobrych właściwości mechanicznych i chemicznych.

Odpowiedni dobór składu chemicznego emalii pozwala na otrzymanie powłok o określonych właściwościach np. powłoki kwasoodporne, lub alkalioodporne, elektroizolacyjne, żaroodporne, katalityczne, barwne luminescencyjne itd.

Najważniejszą dziedziną emaliernictwa jest pokrywanie emalią blach i wyrobów stalowych w celu ochrony przed korozją oraz nadania powierzchni pożądanых cech użytkowych i estetycznych. Złożone wymagania względem materiału powłoki wymuszają często stosowanie powłok wielowarstwowych. Najbardziej typowym rozwiązaniem jest emalia dwuwarstwowa.



Rys. 1
Emalia dwuwarstwowa na stali

Bezpośrednio na podłożu stalowym znajduje się warstwa emalii podstawowej zwanej też gruntową. Warstwa ta odpowiedzialna jest za trwałe zespolenie powłoki

emalierskiej z podłożem, stanowi ponadto strefę przejściową redukującą naprężenia i ułatwiającą połączenie z emalią kryjącą. Emalię gruntową otrzymuje się najczęściej z mieszaniny kilku rodzajów szklów (najczęściej trzech) o różnicowanej topliwości (zsw. szkliva twarde, średnie i miękkie). Do zestawu młynowego wprowadza się ponadto mączkę kwarcową i tzw. dodatki młynowe których zadaniem jest przystosowanie formy materiału powłokowego do stosowanej techniki nakładania (natrysk zawiesziny, elektrostatyka proszkowa, nakładanie elektroforetyczne itd.).

Zewnętrzna warstwa powłoki zwana emalią kryjącą jest nośnikiem właściwości ochronnych i estetycznych określających walory użytkowe wyrobu emaliowanego.

2. Obtapienie emalii

Proces obtapienia emalii należy do najbardziej złożonych, a dokonuje się w czasie nie przekraczającym zwykle kilku minut. Naniesiony na powierzchnię wyrobu stalowego materiał powłokowy składający się głównie ze szklów emalierskich oraz dodatków młynowych (związanych z rodzajem emalii i techniką nakładania) przekształca się podczas obtapienia w litą trwale związaną z podłożem powłokę emalierską. Typowe parametry dla wyrobów stalowych to temperatura 750 – 900°C i czas 3-10 min.

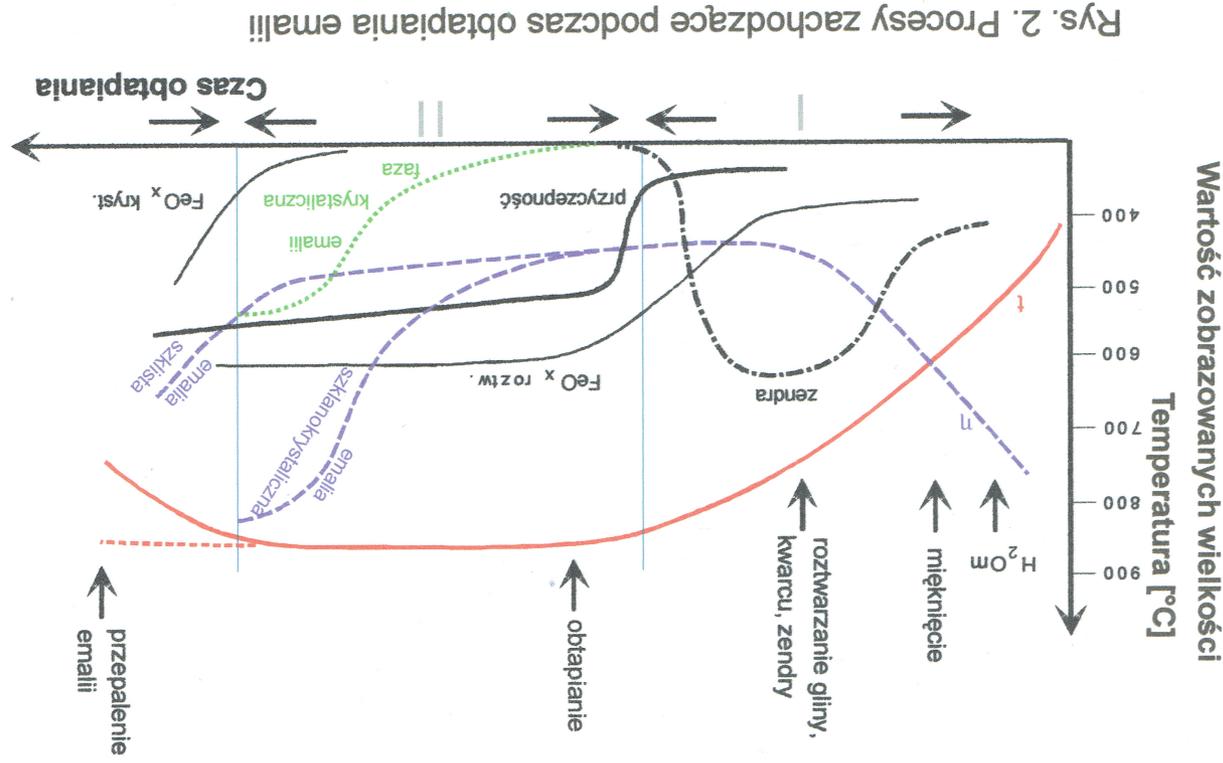
Zachodzące podczas obtapienia procesy przedstawiono schematycznie na rys. 2. w układzie współrzędnych temperatura – czas obtapienia.

W procesie wypalania emalii podstawowej można wyróżnić się dwie fazy.

Faza I

Pierwsza faza (rys. 2) obejmuje procesy zachodzące od chwili wprowadzenia wyrobu do pieca do chwili stopienia się materiału powłokowego i powstania na powierzchni metalu jednolitej gładkiej powłoki.

Wysuszona powłoka emalii jest nieszczelna i porowata. Przy wzroście temperatury zachodzą procesy dehydratacji, wydzielają się cząsteczki wody krystalizacyjnej, rozkładowi i spaleni ulegają dodatki organiczne. Zachodzi proces spiekania, szklivo emalierskie zaczyna mięknąć, a następnie topi się (krzywa „ η ”). Proszkwa początkowo powłoka stopniowo przekształca się w litą; zanikają pory, zmniejsza się ilość gazów w powłoce i wzrasta jej szczelność.



Rys. 2. Procesy zachodzące podczas obtapienia emalii

Wartość zobrazowanych wielkości

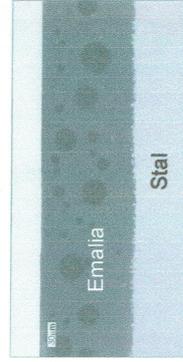
W miarę ogrzewania, powierzchnia stali pokrywa się warstwą zendry o złożonej wielowarstwowej budowie. W pierwszym etapie powstają tlenki $\text{FeO} + \text{Fe}_3\text{O}_4$ i w małej ilości Fe_2O_3 . Ilości tych tlenków są zmienne. Do temperatury 575°C przeważa mieszanina Fe i Fe_3O_4 , powyżej 575°C zaczyna się rozpad i powstają układy $\text{Fe} + \text{FeO}$, FeO oraz $\text{FeO} + \text{Fe}_3\text{O}_4$. Aż do początku topienia emalii następuje utlenianie metalu za pośrednictwem tlenu atmosferycznego, po utworzeniu szerszej powłoki dalszy dopływ tlenu może odbywać się tylko na drodze dyfuzji poprzez warstwę stopionej emalii lub pochodzić z reakcji pomiędzy jej składnikami.

Wraz ze spadkiem lepkości szkliwa rozpoczyna się proces roztwarzania zendry i wzrasta zawartość tlenków żelaza w emalii. Znajduje to odzwierciedlenie w przebiegu odpowiednich krzywych na rys. 2 (krzywe „zendra” i „ FeO_x roztw.”).

Faza II

Faza druga zaczyna się od chwili powstania na powierzchni wyrobu powłoki ze stopionej emalii do chwili zakończenia procesu obtapiania.

W chwili powstania fazy ciekłej zaczynają przebiegać reakcje między emalią podstawową a stałą, prowadzące do wytworzenia przyczepności (krzywa „przyczepność”). Dla osiągnięcia przyczepności warstwa zendry musi być całkowicie rozpuszczona w emalii. Pod koniec okresu narastania temperatury i uformowaniu litej powłoki odcięty zostaje dopływ tlenu atmosferycznego, uaktywniają się procesy korozji elektrochemicznej w warstwie granicznej emalii dochodzi do stanu nasycenia tlenkami żelaza, a przyczepność w niewielkim przedziale czasowym wzrasta skokowo. W końcowej fazie obtapiania przyczepność osiąga maksimum, formuje się mikrostruktura pęcherzykowa emalii (rys. 3.), a w przypadku emalii szkłokrystalicznych następuje rozwój fazy krystalicznej.



Rys. 3. Mikrostruktura pęcherzykowa emalii

Podczas ochładzania w obszarze temperatur transformacji emalia przechodzi

w stan szklisty, a wszystkie reakcje zostają zahamowane. Typowa grubość jednowarstwowej emalii wynosi 0,1 - 0,2 mm.

Nadmierne przedłużenie czasu obtapiania, podobnie jak przekroczenie optymalnej temperatury prowadzi do tworzą się grubszych warstw tlenkowych z udziałem Fe_2O_3 i przyczepność ulega pogorszeniu. Dochodzi do stanu przesylenia emalii i wydzielenia krystalicznych form tlenków żelaza (krzywa „ FeO_x kryst.”). Krystalizująca powłoka traci szczelność, zanikają jej funkcje ochronne, a postępujące szybko utlenianie podłoża prowadzi do wytworzenia luźnej warstwy zendry.

2. Przyczepność emalii

Powłoka emalierska może poprawnie pełnić swe funkcje pod warunkiem twalego zespolenia z metalowym podłożem. Zagadnienie przyczepności emalii do metalu odgrywa pierwszoplanową rolę w technologii emaliowania.

Przyczepność można wyrazić wartością siły niezbędnej do oderwania emalii z jednostkowej powierzchni podłoża metalowego. Przyczepność zostaje osiągnięta w procesie obtapiania emalii w wyniku złożonych procesów często specyficznych dla użytych materiałów.

Dla rozpatrywanego przypadku emaliowania stali stwierdzono szereg czynników sprzyjających powstaniu przyczepności:

1. Przyczepność emalii do stali obserwujemy w przypadku obecności w szklawie związków zwanych promotorami przyczepności lub tlenkami przyczepnymi. Do grupy tej należy w szczególności tlenków kobaltu i niklu a także m.in. tlenki miedzi, żelaza i molibdenu, siarczki arsenu i antymonu. Związki te podczas obtapiania aktywnie uczestniczą w procesach prowadzących do wytworzenia przyczepności. Przy braku tlenków przyczepnych w składzie emalii przyczepność można uzyskać tylko przy długich czasach obtapiania emalii.
2. Emalia powinna być obtapiana w atmosferze utleniającej co stwarza warunki do powstania na metalu warstwy tlenkowej, ułatwiającej zwilżanie powierzchni stopioną emalią. Zwykle wytworzenie warstwy tlenkowej następuje podczas obtapiania emalii, niekiedy zachodzi potrzeba wstępnego utlenienia powierzchni przed nalożeniem emalii.

3. Szorstkość powierzchni metalu poprawia przyczepność emalii, przy czym efektywnie oddziałują nierówności poniżej 10 µm. wzrost przyczepności jest proporcjonalny do ilości nierówności. Mikrogeometrię powierzchni można rozwinąć mechanicznie a jeszcze skuteczniej chemicznie poprzez trawienie odpowiednimi roztworami kwasów.
4. Przy zachowaniu takich samych warunków przygotowania blachy i obtapiania emalii wyższą przyczepność obserwuje się na podłożach o mniejszej grubości.
5. Specjalne przygotowanie powierzchni np. pokrycie warstwą niklu, pozwala uzyskać dobrą przyczepność nawet wówczas gdy emalia nie zawiera tlenków przyczepnych.
6. Ważnym czynnikiem warunkującym trwałość złącza emalia metal jest zblizona wartość współczynników rozszerzalności termicznej w możliwie szerokim zakresie temperatur. Optymalnym rozwiązaniem jest układ, w którym emalia posiada nieznacznie mniejszą rozszerzalność termiczną od metalowego podłoża. W tych warunkach po ochłodzeniu w mechanicznie słabszym elemencie tj. emalii powstaną niewielkie naprężenia ściskające.

Uzyskanie pozytywnych efektów emaliowania uwarunkowane jest właściwym doбором podłoża, materiału powłokowego, konstrukcji i technologii wyrobu oraz warunków obtapiania emalii.

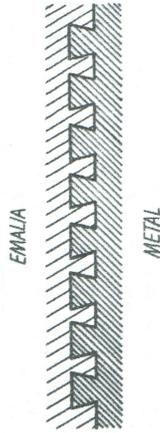
2.1. Siły spójności na granicy emalia-żelazo

Wzajemne oddziaływanie pomiędzy dwoma różnymi fazami w tym przypadku pomiędzy emalia a metalem prowadzi w procesie obtapiania do wystąpienia sił spójności, których charakter, rola i mechanizm powstawania mogą być różne. (znalazło to odzwierciedlenie w powstaniu licznych teorii przyczepności). W analizie zjawiska przyczepności niewątpliwie należy uwzględnić:

Siły wiązania mechanicznego

W wyniku wnikiwania emalii w istniejące na powierzchni zagłębienia i zakleszczania się w nich oraz działania sił ściskających powstają punkty zakotwień zabezpieczające przyczepność emalii. Ideę takiego połączenia obrazuje rys. 2.

W praktyce obserwujemy zależność proporcjonalną pomiędzy liczbą nierówności na jednostce powierzchni a przyczepnością.



Rys. 4

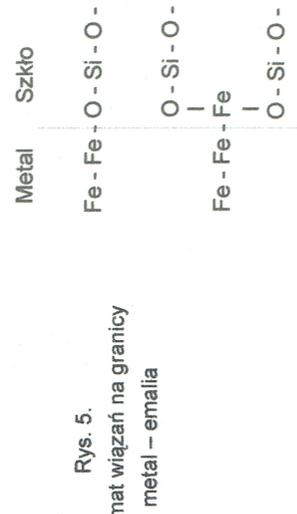
Schemat mechanicznego wiązania emalii z metalem

Należy mieć na uwadze, że na powierzchni granicznej mogą jednocześnie występować siły spójności o innej naturze, których wartość również rośnie ze zwiększeniem powierzchni kontaktu.

Wiązanie chemiczne

Przyczepność emalii do metalu może być oparta na wiązaniach chemicznych. Przyjmuje się że na powierzchni rozdziatu występują mieszane jonowo-atomowe wiązania oraz wiązania Van der Waalsa.

Określony wkład mogą wносить również wiązania z udziałem charakteru metalicznego, wiążące spolaryzowane jony metalu w nasyconej warstwie granicznej z podłożem. Można to przedstawić zapisem:



Elektrostatyczne siły wiązania

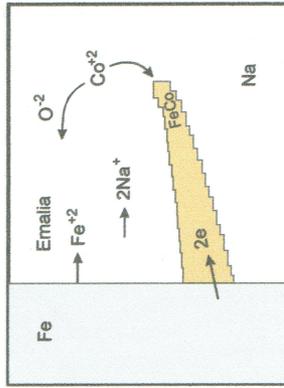
Ten typ sił spójności powstaje się na granicy rozdzielu faz w wyniku powstawania potencjałów granicznych. Wkład tych sił w całkowitą wartość przyczepności wynosi ok. 10% pracy adhezji tlenku do metalu.

Udział cienkich warstw tlenkowych

Cienkie warstwy tlenkowe związane zarówno z metalem jak i strukturą szklistej emalii mogą efektywnie zwiększać przyczepność emalii.

Wiązanie uwarunkowane powstaniem wtórnej warstwy przejściowej

Zachodzące w procesie obtapiania procesy prowadzą do powstania wysyczonej tlenkami żelaza warstwy przejściowej. W pewnych warunkach dochodzi do wydzielenia się w niej lub wyrastania na powierzchni żelaza dendrytów wnoszących wkład w wytworzenie przyczepności.



Rus. 6. Schemat powstawania dendrytu.

2.2. Wytworzenie przyczepności emalii do stali

Obtapanie emalii na stalowym podłożu prowadzi w pierwszym etapie do wytworzenia na powierzchni metalu warstwy tlenkowej – zgorzeli. Po stopieniu materiału powłokowego ta pierwotna warstwa tlenkowa ulega rozтворzeniu w emalii (rys.2).

Dalsze utlenianie żelaza (dyfuzja tlenu przez stopioną powłokę) prowadzi do nasycenia warstwy przygranicznej emalii i zaczyna wydzielać się Fe_3O_4 tworząc cienką warstwę przyczepną. Dzieje się tak ponieważ szybkość dyfuzji żelaza w głąb emalii jest procesem znacznie wolniejszym niż utlenianie powierzchni żelaza.

Osiągnięcie stanu nasycenia tlenkami żelaza wywołuje skokowy wzrost przyczepności. (rys. 2).

W przypadku przepalenia (zbyt długi czas, zbyt wysoka temperatura obtapiania) tworzą się grubsze warstwy tlenkowe z udziałem Fe_2O_3 i przyczepność ulega pogorszeniu.

W obecności aktywatorów przyczepności (tlenków przyczepnych) podczas obtapiania dochodzi do intensywnego rozwinięcia powierzchni stali (zwiększenia szorstkości). Tlenki kobaltu i niklu zawarte w emalii ulegają redukcji tlenkiem żelaza.

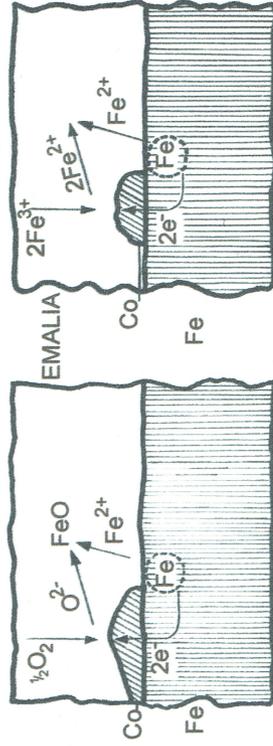


Mogą również pojawić się cząsteczki żelaza w wyniku reakcji:



i tworzyć roztwory stałe z kobaltem i nikiem. Metaliczne wydzielenia sprzyjające przyczepności powstają przede wszystkim na granicy żelazo – emalia.

Na katodowych obszarach powierzchni metalu wolnych od tlenków osadzają się w postaci metalu jony kobaltu i niklu pozostałe w emalii. Powstanie warstwy osadzonego kobaltu (lub niklu) prowadzi do powstania lokalnych krótko zwartych ogniw.



Rys. 7.

Działanie ogniw lokalnych podczas obtapiania emalii podstawowej na stali

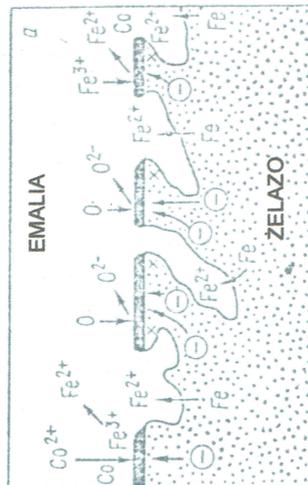
Praca tych ogniw wywołuje selektywną korozję żelaza z wytworzeniem charakterystycznych jam i wżerów stanowiących punkty zakotwiczeń emalii (ich liczba osiąga wartość > 1500 na długości jednego cm). Schematycznie procesy

zachodzące podczas pracy ogniwa przedstawiono na rys. 7 i 8. Rysunki ilustrują reakcje:



W wyniku pracy ogniwa atomy żelaza oddają atomom metalu przyczepnego elektrony i przechodzą do emalii w postaci jonów Fe^{2+} . Oddane przez żelazo elektrony przyjmowane są przez obecne w stopie akceptory głównie Co^{2+} , O^0 , Fe^{3+} .

W wyniku tych procesów następuje silne rozwinięcie powierzchni metalu, co ilustruje rys. 8.



Rys. 8.

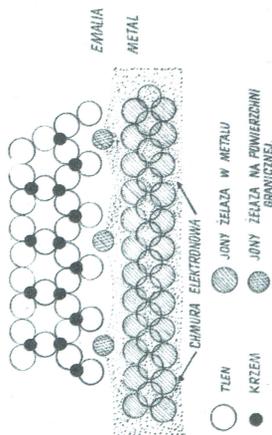
Elektrochemiczna korozja w układzie emalia - żelazo

Cienka warstwa emalii (~ 0,1 mm) umożliwia dyfuzję tlenu i podtrzymuje proces korozji. Przy zbyt długim czasie obtapiania lub zbyt wysokiej temperaturze może to prowadzić do całkowitego oddzielenia się miejsc osadzenia kobaltu czy niklu i w konsekwencji do pogorszenia przyczepności.

Rozwinięcie powierzchni w wyniku działania tlenków przyczepnych prowadzi również do wzrostu wielkości powierzchni, a tym samym do zwiększenia liczby zlokalizowanych na niej wiązań i wzrostu przyczepności.

Na powierzchni rozdziatu emalia – żelazo tworzy się przejściowa warstwa z

wydzielającymi się tlenkami żelaza i cząstkami metalicznymi, które w wysokich temperaturach mogą tworzyć roztwory stałe. Warstwa ta pełni rolę ciągłej, elektronowej strefy przejściowej umożliwiającej przejście od metalicznych wiązań w metalu podłoża do jonowych połączeń tlenkowych i tym samym ma charakter „pośrednika” przyczepności, ilustruje to rys. 9.



Rys. 9.

Schemat strefy granicznej

Przyczepność rozwija się w wyniku wtórnych procesów zaczynających się na powierzchni rozdziatu i rozprzestrzeniających się w głąb metalu i emalii. Siły wiążące emalie ze sobą są rezultatem i sumą różnych mechanizmów wzajemnego oddziaływania, spośród których siły wiązań chemicznych i proces korozji elektrochemicznej są najistotniejsze.

4. Metody pomiaru przyczepności

Istnieje szereg metod pomiaru przyczepności, które w większym lub mniejszym stopniu pozwalają określić działanie sił adhezji. Metody te pozwalają określić wartość przyczepności tylko porównawczo. Wartość przyczepności określa się jako dobrą, słabą, lub złą, względnie określa się wskaźnik przyczepności na podstawie wielkości odkrytej powierzchni podłoża podczas kontrolowanej deformacji w stosunku do wielkości powierzchni badanej. Dla uzyskania powtarzalnych wyników konieczne jest zachowanie ustalonych warunków pomiarowych dla wszystkich

próbek, a więc temperatury i czasu wypalania, zbliżonej grubości warstwy emalii, jednakowej grubości blachy.

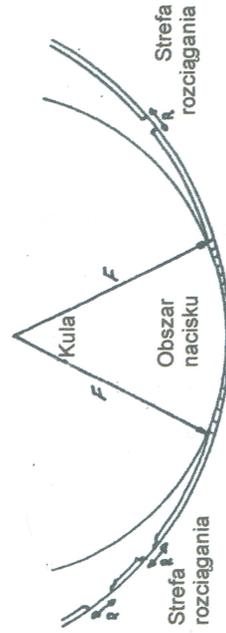
Metoda Erichsena.

Opiera się na określeniu powierzchni odkrytego podłoża metalowego próbki emaliowanej poddanej kontrolowanej deformacji na aparacie Erichsen'a.



Rys. 10. Aparat Erichsena.

Aparat Erichsena jest prasą śrubową z tłoczniem zakończonym kulej. Wartość przesunięcia tłoczniaka (głębokość tłoczenia) i średnicę strefy deformacji można wybierać. Działanie aparatu na emaliowaną próbkę przedstawiono schematycznie na rys. 11.



Rys. 11.

Powstawanie odprysków w obszarze działania kuli.

Deformacje próbki emaliowanej na przyrządzie Erichsena do badania tłoczności przeprowadzamy w zależności od grubości blachy stalowej na określoną głębokość.

Grubość blachy [mm]	Głębokość tłoczenia [mm]
0,4 – 0,8	4,5
0,8 – 1,1	4,0
1,1 – 1,4	3,5
1,4 – 1,7	2,9
1,7 – 2,1	2,3

Po deformacji następuje pomiar lub oszacowanie wielkości odsłoniętej powierzchni metalu w stosunku do pola badanego. Przeprowadzamy to przez Porównanie obrazu stref deformacji w aparacie Erichsena ze wzorcami i oznaczenie na tej podstawie klasy przyczepności emalii rys. 12. Należy zwrócić uwagę na wybór wzorców odpowiednio do typu badanej emalii.

Metoda fotometryczna (Stucker'ia).

Metoda polega na pomiarze białości strefy tłoczenia po mechanicznej deformacji badanej próbki w aparacie Erichsena. Ponieważ białość blachy stalowej w porównaniu do wzorca magnezowego, wynosi ~60% więc wskaźnik przyczepności wyznaczyć można z równania:

$$P = 60 - W$$

gdzie: P - wskaźnik przyczepności, W = zmierzona białość.

Białość zwykle wyznacza się za pomocą leukometru, a przyczepność klasyfikuje się następująco:

Klasa	P	Przyczepność
I	45	bardzo dobra
II	30	dobra
III	25	zła

Stożek przyczepności emalii według
The Institute of Vitreous Enamellers

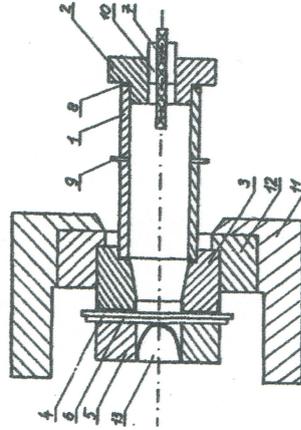
S. P.	Emalia podstawowa	Emalia podstawowa i kryjąca	Emalia bezpośrednia
1			
2			
3			
4			
5			

Rys. 12. Wzorcowe obrazy stref deformacji próbki emaliowanej po badaniu w aparacie Erichsena

Metoda elektrochemiczna.

W metodzie tej stosuje się aparat Erichsena z przystawką - rys. 13. pozwalającą na pomiar prądu płynącego pomiędzy podłożem metalowym badanej próbki (6), a elektrodą węglową (7). Wielkość odsłoniętej powierzchni wyznacza się na podstawie wartości przepływającego prądu.

Należy zwrócić uwagę na odmienny sposób zamocowania badanej próbki w stosunku do tłoczniaka (13) i wynikający z tego rozkład stref naprężeń w powłoce.



Rys. 13.

Schemat komórki do metody elektrochemicznej.

- 4 - podkładka gumowa, 5 - korpus przyrządu, 6 - badana próbka,
- 7 - elektroda węglowa, 13 - tłoczniak

Powierzchnię odsłoniętą podczas deformacji aparatem Erichsena wyznacza się z zależności:

$$S = \frac{\rho q I}{V - IR}$$

gdzie:

- p - opór właściwy elektrolitu równy 8.26 [om·cm] (dla 10%NaCl),
- q - grubość warstwy emalii w [cm],
- I - natężenie prądu w [A],
- V - napięcie na zaciskach przyrządu równe 2.5-12 [V]
- R - opór obwodu [om]

Metoda Samsa, Harrisona, Thelera.

Polega ona na określeniu naprężeń ścinających przy rozciąganiu dwóch poemaliowanych i sklejonych ze sobą próbek - rys.14.



Rys. 14.

Metoda rozciągania emaliowanych próbek.

Dwie próbki w postaci poemaliowanych pasków blachy sklejają się w miejscach pokrycia emalią specjalnym środkiem klejącym. Tak przygotowane próbki rozciąga się w maszynie wytrzymałościowej, tak aby os nie uległa przesunięciu. Na skutek naprężeń ścinających w warstwie emalii, zostaje ona uszkodzona na powierzchni łączącej emalię z metalem.

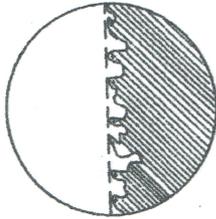
W celu ustalenia wytrzymałości przyczepności należy ustalić siłę, która jest potrzebna do oderwania warstwy emalii prostopadłe do powierzchni blachy. Podstawową wadą tej metody jest to, że w wielu przypadkach przyczepność jest większa od wytrzymałości emalii na rozciąganie i efektem tego jest zniszczenie warstwy emalii w jej wnętrzu. Jest to głównie podyktowane występowaniem w emalii mikrostruktury pęcherzykowej.

Metoda oparta na rozciąganiu poemaliowanej próbki.

Końce próbki w kształcie paska umieszcza się w szczękach maszyny wytrzymałościowej i rozciąga się ją do pojawienia się na powierzchni emalii pęknięć lub rys. W przypadku dobrej przyczepności naprężenia rozciągające powodują spękania prostopadłe do kierunku rozciągania; w przypadku słabej przyczepności obserwuje się znaczne odpryski. Warunkiem powstania rysy jest to, aby siła przyczepności była co najmniej równa wytrzymałości emalii na rozciąganie. Okazuje się, że odległość między rysami jest proporcjonalna do grubości warstwy emalii i odwrotnie proporcjonalna do wytrzymałości przyczepności. Wynikiem badań jest, więc odstęp pomiędzy rysami na powierzchni emalii.

Metoda zliczania punktów zakotwień.

Metoda polega na zliczaniu punktów zakotwień w polu widzenia mikroskopu. Wynik podaje się jako ilość punktów przypadających na 1 cm długości próbki. Metoda wykazuje dość dobrą korelację z wartościami wyznaczonymi innymi metodami. rys. 15.



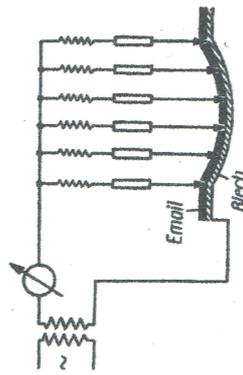
Rys. 15. Metoda zliczania punktów zakotwień.

5. Metoda wagowa.

W metodzie tej przyczepność wyznacza się z różnicy masy próbki przed i po poddaniu jej deformacji, na aparacie Erichsena lub poprzez bezpośredni pomiar masy emalii usuniętej.

6. Metoda elektryczna Francisko.

Wykorzystuje właściwości dielektryczne emalii. Miara przyczepności jest procent odkrytej powierzchni blachy na próbce poddanej tłoczeniu na aparacie Erichsena. Jako przyrząd pomiarowy stosowany jest aparat proporcjonalny do liczby kontaktów igieł z podłożem.



Rys. 16.
Schemat igłowej głowicy pomiarowej.

Przebieg ćwiczenia.

1. Przygotować próbki blachy stalowej do emaliowania.
2. Nanieść emalię na powierzchnię próbek.
3. Wysuszyć naniesioną emalię i przeprowadzić organoleptyczną i mikroskopową ocenę powłoki.
4. Przeprowadzić obtapianie przy zadanych indywidualnie parametrach, zmierzyć grubość emalii, określić jej mikrostrukturę pęcherzykową, barwę jakości i jednorodność powierzchni.
5. Wykonać odcisk na aparacie Erichsena i wyznaczyć stopień przyczepności na podstawie tabeli IVE (rys. 12).
6. Przeprowadzić obserwację mikroskopowe stref deformacji i scharakteryzować je.
7. Zestawić wyniki całej grupy i przeprowadzić analizę wyników, scharakteryzować zaobserwowane prawidłowości oraz sformułować na ich podstawie wnioski.
9. Sporządzić sprawozdanie wg podanego wzoru.

Literatura uzupełniająca:

1. Petzold Armin, Pöschmann Helmut - Email und Emailiertechnik, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1986
2. J. Am. Ceram. Soc. vol40 nr 9 1970r.
3. PN-59/C-81529
4. A. Appen - Źaroodpome powłoki nieorganiczne
5. Praca zbiorowa - Technologia szkła T1
6. A. Bieleński i inni - Chemia ciała stałego
7. Int. Mat. Rev. vol. 38 nr 5 1993
8. V. P. Żukowa, i inni - Oprzedzenieiie prochnosti scieplienija emaliewogo pokrytija s metailom, Zawodskaja Laboratorija (1961)XXVII, 1,43-45

Wzór sprawozdania

19/20

Przykład opracowania sprawozdania

Temat: Ocena przyczepności powłok emalierskich do stali

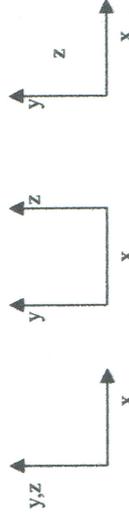
1. Przygotowanie wieloskładniwego zestawu mylnowego emalii podstapawowej. (wg podanego „Składu mylnowego emalii podstapawowej”)

Skład zestawu mylnowego

	Nr szklia	[g]
	szklia twarde	100 g
	szklia srednie	200 g
	szklia miękkie	100 g
	azotan sodu	0,2 g
	boraks kryst.	0,2 g
	głina emal.	5 g
	magnezja kwarcowa	12 g
	woda	50 ml

2. Sposób nanoszenia powłok: (natrysk powietrzny, sitodruk, elektrostapka proszkowa, itd.)
3. Ocena jakości powłoki po wysuszeniu: (jednolitość, powierzchnia, gładkość/falistość, występowanie miejsc zbiegania powłoki, miejsc przesuszenia powłoki w czasie nanoszenia, gęstość upakowania materiału, wyraźne różnice w grubości, uszkodzenia mechaniczne)
4. Parametry obtapiania powłoki: temperatura _____, czas _____ (indywidualnie wg tabeli „Parametry obtapiania próbek emalii)
5. Ocena jakości powłoki po obtapieniu:
 - a) ocena organoleptyczna i mikroskopowa (barwa i połysk, ich jednolitość na powierzchni płytki, występowanie przepaleń, kraterów, nakłuc, odskotić, stan brzegów, obserwacje mikroskopowe mikrostruktury pęcherzykowej, kraterów, nakłuc, przepaleń, niejednorodności i przypadkowych wrzoseń)
 - b) ocena grubości i równomierności powłoki (pomiar warsztomierzem w centrum płytki i w połowach odległości pomiędzy narożnikami a środkiem)
 - c) parametry tłoczenia i ocena przyczepności (jak standard)
 - d) obserwacje mikroskopowe stref deformacji (porównanie charakteru zniszczeń emalii w poszczególnych strefach deformacji, charakterystyka odsłoniętej powierzchni metalu i powłoki na grubości od granicy z metalem do powierzchni, rozkład barwy, zamoczenia, pęcherzyków gazowych)
6. Zaobserwowane w wynikach całej grupy prawidłowości i ich graficzna prezentacja (Wzajemne relacje pomiędzy zmiennymi: czas, temperatura, stopień przyczepności. Przyczepność wykazuje charakter zależności: rośnie, maleje, posiada maksimum, posiada minimum, brak prawidłowości. Wnioski uogólniające na podstawie wyników grupy. Pozycja warunków obtapiania własnej próbki w relacji do optimum.

Przykłady wykresów:



Ponadto, jak ze zmianą parametrów zmieniają się cechy powłoki: barwa, połysk, licznosc i wielkość pęcherzy.

20/20