

A fizikai és a termikus tulajdonságok meghatározásához alkalmazott szál – feltételek és tapasztalatok.

Dr. Friedrich Faber

(Email Mitteilungen, 1/2007)

(Fordította: Dr Való Magdolna)

A zománcozott termékek kémiai és optikai tulajdonságai mellett, a zománcgyártók és a zománcfelhasználók számára további fizikai jellemzők is lényeges minőségi mutatók. A porozitás mellett (katalitikus zománcok) ezek mindenekelőtt a karcállóság és a dörzsölésállóság, amelyek a zománcot a lakkok és a szerves műanyagok fölé emelik, a tágulási viselkedés (pl. a rádiuszokon való szilárdság, a hősokkállóság) és a határfelületi feszültség levegővel szemben, ezt általában felületi feszültséggel jelölik, mosogatási és antihaft tulajdonságok. Ehhez jön még az, hogy a zománcok feldolgozási viselkedését az olvasztásnál és a beégetésnél jelentős mértékben befolyásolja a viszkozitása és a felületi feszültsége. A zománcozók számára nagy a jelentősége annak, hogy ezekről a tulajdonságokról kvantitatív információt nyerjenek. Gondoljunk csak az olvasztási adagok minőségi állandóinak ellenőrzésére, vagy egy meghatározott fritt más frittel való pótlására. Kedvező körülmény, hogy a tágulás, a viszkozitás és a felületi feszültség a szálak vizsgálatával lehetséges. Az üvegyiparban ezeknek a vizsgálatoknak egy része szabványokban rögzített. (**1. táblázat**)

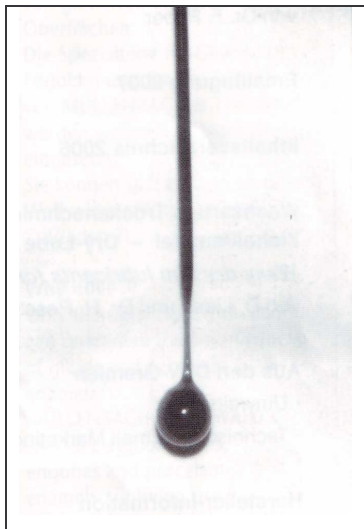
	Szabvány	Szálátmérő (mm)
Viszkozitás meghatározása szálhúzással	DIN ISO 7884-3	0,6 – 0,8
Viszkozitás meghatározása hajlítással	DIN ISO 7884-4	3,89
Lágyulási pont meghatározása (Littleton hőm.)	DIN ISO 7884-6	0,65
Közepes termikus hossztágulási együttható megh	ISO 7991	2 – 5*
*dilatometer típustól függően		

1.táblázat

Thermomechanikus üvegtulajdonságok meghatározásának szabványai

Az üvegek számára szabványosított módszerek a zománcok számára is alkalmazhatók, ha a folyást nem zavarja a térhálósodás, mint a szétválási folyamat következménye. A zománcok felületi feszültségének meghatározásához Cox és Farr hasonló-

képpen szádra alapuló mérés technikát adott meg. Itt is fennáll a szétválás általi térhálósodás elleni érzékenység, főleg mivel a csepp nem közvetlenül a száttól szakad el, hanem egy szűkületről, ami a lecsepegés előtt, a megfolyás által, az 1,86-os faktor körül képződik (**1.ábra**) Ennél a módszernél a szálátmérő 0,4 – 0,6 mm kell, hogy legyen.



1. ábra
Szálhúzás

Ezentúl, a tágulási viselkedés ellenőrzését kettősszálu módszernek kell nevezni, amelyet a DDR-ben TGL 22919 szám alatt szabványosítottak, és amely különösen az olvasztási adagok ellenőrzésére alkalmas, mivel kicsi az időráfordítása. Ennél a szálak átmérője 1,0 – 1,5 mm. A szerző tapasztalatai és a kivitelezés kevésbé ismert. Illetve a vizsgálati módszer nincs szabványosítva, mint a kettősszálu módszer és a felületi feszültség mérése.

1. A szál előállítása

A legtöbb esetben nincs lehetőség direkt módon kielégítő minőségű szálát húzni a vizsgálandó olvadékból (egyenesség, átmérő és átmérőkonstans). Ezért a frittet újra meg kell olvasztani. Ha a frittből csak egy adag van, és nincs nyersanyag maradék, a granulátumot vagy a lapkát direkt meg lehet olvasztani. Ha nem, a frittet össze kell törni, hogy nagyobb homogenitást érjünk el. Ajánlatos olyan szemcsefrakciót előállítani, amelynek a felső szemcsehatára legalább félig olyan nagy, mint az elérendő szálkeresztmetszet, míg az alsó szemcsehatár olyan, hogy a megolvasztás alatt a bezárt üregek, mint buborékok bizonyosan eltávoznak. A szerző ennek érdekében a 0,25 – 0,1 mm-es frakciót választja. Az előállítás többszöri, változó aprítással és szitálással történik, mindaddig, amíg a felső szemcsehatár felett nincs semmi szemcse, tehát az egész fritt mennyiség a próbában lesz. A 0,1 mm-nél kisebb szemcsefrakciót a lefolyási viselkedés (ISO 4534) vizsgálatához lehet felhasználni.

Érvényes az, hogy minél vastagabbnak kell lennie a kihúzendó szálnak, annál nagyobb viszkozitású zománcot kell kihúzni az olvasztótégelyből. Hogy elegendő idő álljon rendelkezésre a szál kihúzásához, az olvadék mennyiségének és ezzel a tégely méretének is megfelelően nagynak kell lennie. Természetesen szükség esetén

nagy tégelyből is lehet vékony szálát húzni, ha a hőmérséklet és a húzási sebesség nagy (végül is a húzási sebesség határozza meg a szál átmérőjét, és az olvadék mennyisége a húzás időtartamát, és ezzel a szál hosszúságát). 0,5 mm átmérőjű szálhoz elegendő 10 – 15 g fritt mennyiség (aprítás után kb. 5 – 9 g) és egy 25-ös tégely nagyság (magasság 18 mm). 1 mm átmérőjű szálhoz 30-as nagyságú tégelyt kell használni megfelelően nagyobb fritt mennyiséggel, és a nagyobb átmérőhöz 40-es tégelyt. A tégelyt úgy kell megtölteni, hogy megrázva még 2-3 mm perem szabadon maradjon, hogy a tégelyfogó használatával ne szennyeződjön be. A kemence hőmérséklete a tégely behelyezésekor kb. 30 K fokkal a szükséges hőmérséklet felett legyen, és a megolvasztás ideje 15 – 20 perc legyen, amely esetben az utolsó 5 percben eléri a szükséges véghőmérsékletet. Ez a véghőmérséklet kb. 40 K fokkal alacsonyabb, mint az ISO 4534 szerinti hőmérséklet, amelynél 10 perc utáni lefolyásnál 40 mm-es folyási hossz érhető el.

A tégely anyagának megfelel a porcelán. A tégely magassága kb. 75%-a legyen a tégely átmérőjének. A magasabb tégely a kemencébe helyezéskor hajlamos a bal-estre, az alacsonyabb tégely pedig nem fogad be megfelelő mennyiségű anyagot. Szükség esetén kb 5 perccel az olvasztás megkezdése után még utántölthető. A kivételhez fogóval kell megfogni a tégely peremét, és tűzálló drótból készült kampóval kell a szálát kihúzni. A kampónak olyannak kell lennie, hogy a kampó hegyét problémamentesen, függőleges helyzetben az olvadék közepébe lehessen mártani. **(2.ábra)** A kampó elülső részét húzás előtt egy második kis kemencében 700-800°C-on elő kell melegíteni, hogy az olvadék bemártáskor gyorsan és jól tapadjon, és a kampóra kevés olvadék ragadjon fel. Az olvadék felületének közepéből a lehető leg-egyenletesebb sebességgel kell kihúzni. Ha a kampó a tégely szélének irányába kerül, úgy a szál ovális keresztmetszetet vesz fel.

Hasonlóan a primer olvadékból való szálhúzáshoz, a tégelyből való szekunder szálhúzásnál is, információt kapunk a fritt átolvasztási fokáról. Ha kristályos anyagmaradvány van benne, amelynek alapzománcnál többnyire nincs negatív következménye, úgy ez a maradvány a szálban csomókat képez. Ha a fritt a nem kielégítő tisztulás következtében gázokat tartalmaz,

úgy a szálban buborékok keletkeznek, amelyek kívülről is mint csomócskák láthatóak, és a szálát törékennyé teszik. A csomócskák képződése leginkább a 0,3 – 0,4 mm szálátmérőnél jelentkezik. A zománc hajlamos arra, hogy szétváljon, ami a folyási folyamatot korlátozza, ezáltal a szál fénye megtörik. Vannak olyan esetek, amely-

nél a szál húzása nem is lehetséges. A szálhúzást az olvadék fokozatos megmerevedése következtében nem lehet folytatni, a szál közvetlenül a tégely felett eltörik. Ez esetben még egyszer-kétszer fel kell melegíteni a kemencében kb. 3 percig, a tisztulás és a kampó újramelegítése után további szál húzása lehetséges lesz. A hőmérsékletet és az időtartamot a megolvasztásnál és az újramelegítésnél be kell tartani, hogy az illékony anyagok távozása az olvadékból azonos és ezáltal ismételhető legyen. Az így kapott szálakat a kívánt hosszúságra kell törni, és az átmérőt és az ovalitást meg kell vizsgálni. Ehhez egy $< 0,01$ mm pontosságú mikrométercsavart kell alkalmazni, amely erre a célra egy kis csavartokba van rögzítve.



2. ábra

Cseppek, röviddel a leszakadás előtt, a szál összehúzódsával, 1,86-os faktornak megfelelően.

3. A felületi feszültség meghatározása.

Lényegében a Cox és Farr által leírt eljárással lehet dolgozni. Fontos, hogy a kemence a mérés alatt megfelelően meleg legyen. A leeső cseppeknek semmi vagy nagyon rövid szálmaradványuk lehet. A méréshez $0,4 - 0,6$ mm átmérőjű szálakat kell alkalmazni. Hosszúságuknak a mérőeszköz konstrukciójához kell alkalmazkodniuk. $350 - 400$ mm szálhosszúság az átmérőknek megfelelően 4-6 cseppet tartalmaz. A szálat a várt repedési helyen lehet mérni és beakasztani, minden egyes csepp egy Δ értéket kap, és kb. 10 csepp felett kell átlagolni. Valamivel kevésbé időigényes az átmérőt

a megolvadó szálrész felett legalább 10-szer megmérni azonos távolságban, és ezután átlagolni. A legnagyobb és a legkisebb érték 10 %-nál jobban nem térhet el az átlagtól. Ha a szálnak ovális keresztmetszete van 5 – 5 mérést kell végezni az ellipszis fő- és a melléktengelyén, és külön-külön átlagolni. Itt is maximum 10 %-os eltérés lehet az egyes értékek és a középarányos között. A szálat csak akkor lehet méréshez felhasználni, ha a középérték mindkét tengely esetében 10 %-on belül van. Ha a szál megfelelő, a tengelyek középarányosát lehet átmérőnek tekinteni. Ovális szálnál a keresztmetszet felülete nagyobb, mint a kör keresztmetszetűnél. Így a mért érték valamivel magasabb lesz. A szál cseppjeit együtt mérik le, és a súlyok átlagát veszik figyelembe.

Ha a szálban csomók vannak, a nagyobb átmérő miatt a szakadás soha sem a csomónál lesz, hanem a felett. A cseppek ebben az esetben túlságosan nehezek lesznek, aminek következtében magasabb lesz az érték. A sűrűbb csomó miatt esetleg nem lehetséges a szálatmérőt megmérni, de orientáló értéket kaphatunk.

Ajánlatos legalább 4-5 mérést végezni zománconként, egyesével kiszámolni és utána átlagolni. Az egyes értékek legfeljebb 1 %-ban térhetnek el a középértéktől. Ha nem így történik, további 2 -3 szálmérést kell végezni. A felületi feszültség tulajdonképpen számítása a felfelé húzó erő (felületi feszültség x átmérő x n / keresztmetszet-csökkenési faktor 1,86) és a lefelé húzó erő (a golyó tömege x nehézségi gyorsulás) közötti egyensúlyon alapszik.

$$\frac{G}{d} \cdot 581 = \sigma$$

G = a golyó súlya mg-ban

d = a szál átlója mm . 10²

σ = felületi feszültség mN/m

3. A kettős szál módszere

Ha két párhuzamos zománccsálat, amelyeknek különböző tágulási együtthatójuk van, megolvasztunk és közvetlenül az olvadás után gyors húzással kb. 0,1 mm átmérőre kihúzzuk, úgy a bimetall effektus által jelentkező görbület olyan nagy lesz, hogy az mérhető. Az így keletkező kettős szálnak kör alakú keresztmetszete lesz. A szerző számítása szerint érvényes az alábbi egyenlet:

$$\frac{3 \cdot b \cdot d \cdot \pi}{l^2 \cdot \Delta T} = \Delta \beta$$

$\Delta \beta$ = lineáris tágulási együttható-különbség

b = a húr feletti behajlás mm-ben

l = húrhosszúság mm-ben (pl. 100 mm)

d = a kihúzott kettős szál átmérője mm-ben

ΔT = a lágyulási hőmérséklet és a szobahőmérséklet közötti különbség (kb. 450 K)

Az összeg valamivel különbözik a TGL22919 szerinti számítási eljárástól. A lineáris tágulásra kapott eredmény ennek következtében 1,4 faktoral nagyobb a TGL szerinténél, de ez elfelejtődik a húrmeghatározás alkalmazásával keletkező bizonytalanság által.

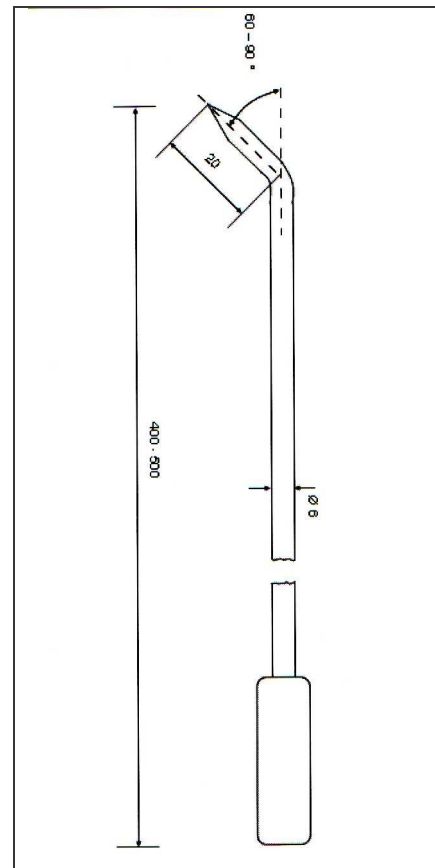
A kettős szál átmérőjének mikrométer csavarral való mérése 0,01 mm pontossággal történik, az elhajlás mérése precíziós nagyítóval 0,1 mm pontossággal tükrön, acélvonalzóval.

Ha egy fritt adagjának jellemzőit kell ellenőrizni, dilatometrikusan mért összehasonlító adagot alkalmaznak. Ajánlatos ezt az összehasonlító adag színét a dilatometrikus mérés előtt megváltoztatni, hogy a nagyító alatt felismerhető legyen, vajon az összehasonlító zománc a hajlaton belül vagy kívül helyezkedik-e el, azaz, hogy a vizsgálandó zománc alacsonyabb vagy magasabb tágulású-e.

Ha olyan zománcokat kell megvizsgálni, amelyeknek a tágulásáról még semmi elképzelésünk nincs, egy sor dilatometrikusan megmért összehasonlító zománcra van szükségünk, amelyeknek tágulása kb. $2 \cdot 10^{-7}/K$ köré esik, és olyan hosszan lehet vizsgálni, amíg mindkét összehasonlító zománcot megtaláljuk, amelyek a vizsgálandó zománc fölött és alatt vannak. Ez kb. $2 \cdot 10^{-7}/K$ pontosságot ad. A két zománc görbületi ívének kiértékelésével a pontosság $0,5 \dots 1 \cdot 10^{-7}/K$ -ra növelhető. Nagyobb pontosságnak nincs értelme, mivel az összehasonlító zománc dilatometrikus vizsgálatának pontossága hasonló nagyságrendű.

A pontos, kvantitatív kiértékelés mindenesetre feltételezi a következőket:

- A megolvasztandó zománcpár mindkét szálának azonos vastagságúnak kell lennie. Ha nem ez az eset áll fenn, akkor a semleges szál és mindkét zománc határvonala a kettős szál keresztmetszetében nem fekszik egymáson, és a görbület csökken. Ezáltal kisebb értéket mérünk.
- Mindkét E modulnak kb. azonosnak kell lennie, mivel különben a semleges szál eltolódik.
- Mindkét zománc felületi feszültségének kb. azonosnak kell lennie, különben a kettős szál keresztmetszetében látszani fog, hogy az alacsonyabb felületi feszültségű zománc holdsarlószerűen körbeveszi a másik zománcot (**3. ábra**) úgy, hogy a két zománc közötti határvonal hasonlóképpen nem esik össze a semleges szállal. Itt is alacsonyabb lesz a mért érték.
- A két zománc közül a puhább zománc lágyuláspontját ismerni kell, mivel a bimetall effektus kialakulásának ez a kezdő hőmérséklete. A 450 K elfogadása, mint ΔT , a pontos értékhez nagyon bizonytalan.



3. ábra
A felületi feszültség hatása
a kettős szál
keresztmetszetére

Mindenesetre ezek is azt mutatják, hogy ez a módszer a leginkább alkalmas az adagok értékeinek ellenőrzésére,

(Felületi feszültségek: Ti-zománc 244 mN/m, baloldali Co kék zománcé 242 mN/m és a jobboldali Co kék zománcé 266 mN/m)^x

^x Mindkét eredeti szálat a felületi feszültség egy közös, körkörös szállá húzza össze, amelynél az alacsonyabb felületi feszültségű zománc, a feszültség-különbség szerint arra hajlamos, hogy a másik zománc fölé terüljön.

4. Az E modul mérése.

Elvileg az E modul mérése is lehetséges a vékony szálon. Pl. központi terhelésnél és két metszetre történő felhelyezésnél érvényes a következő egyenlet:

$$\frac{F \cdot I^3 \cdot 4}{3 \cdot b \cdot \pi \cdot d^4} = E$$

F = alkalmazott központi erő N-ben

I = a két metszet közötti távolság mm-ben

b = behajlás m-ben

d = szálátmérő m-ben

A módszer gyenge pontja az, hogy a negyedik hatványon lévő szálátmérő befolyásolja az eredményt. Ezért az átmérőnek a szál teljes hosszában állandónak kell lennie, főképpen a közepes tartomány átmérő eltérései befolyásolják erősebben, mint kívül. A szerző ezért az átmérőt nem mint az átmérő mérési sorának egyszerű számtani közepét értékeli, hanem ezt a mérési értéket az I hosszban történő behajlás folyamatának megfelelően.

A mérés gyenge ovalitás esetén is lehetséges. A d^4 helyére az $A \cdot B^3$ lép. (A = az ellipszis keresztmetszet főtengelye, a B = a melléktengelye). Természetesen itt is követelmény a szál teljes hosszában a konstans érték. Hasonlóan a felületi feszültség méréséhez itt is kb. 0,5 – 0,6 mm átmérőjű szálakat kell alkalmazni, mivel a szálhúzásnál ezek az átmérőket lehet a legjobban konstans értéken tartani.