



انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران

تاثیر اندازه ذره فریت بر روی رسوب و چسبندگی انامل (یک خط فاصله اندازه ۱۴)

: آیدا فایقی تیا^۱، نفیسه شاه قلی، اسماعیل صلاحی

^۱. پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک

چکیده

در کار حاضر شیشه سیستم NABS برای ساخت انامل بر روی زمینه فولادی بررسی شد. سه اندازه ذره ۲ و ۳/۵ و ۶ میکرونی برای تهیه دوغاب استفاده شد و با توجه به رفتار ذرات در محیط آبی دوغاب با اندازه ذره ۳/۵ میکرون برای مطالعه استفاده شد. پس از استفاده از عوامل افزودنی مختلف، سیلیس کلونیدی و چسب و دولاپیکس و آلزینات سدیم، افزودنی آلزینات به عنوان افزودنی قابل قبول در پایداری دوغاب حاصل از فریت تعیین شد و سپس فرایند خشک شدن این نمونه با زمان ۲۴ ساعت ماندگاری در هوا به عنوان شرایط بهینه گزارش شد.

واژه‌های کلیدی: فریت، دوغاب، لعاب، اندازه ذره، خشک‌کشی

مقدمه

کار پذیری پودرهای انامل با خواص سطح ویژه پودر کنترل می شود. از جمله این خواص، خاصیت توزیع اندازه ذره است. توزیع اندازه ذره می‌تواند با چندین روش اندازه گیری شود: در روشی برای اندازه گیری توزیع اندازه ذره، از باریکه لیزری استفاده می‌کنند که روش بسیار سریع و دقیق است. اگر نسبت سطح ویژه تجمعی به حجم تجمعی را مقدار معینی تعریف کنیم در این صورت با ریز شدن پودر، سطح ویژه بیشتری تولید می‌شود، در حالی که حجم پودر ثابت می ماند. بنابراین در پودر ریز مقدار این نسبت در مقایسه با پودر درشت دانه بیشتر خواهد شد. گزارش شده است که اگر ۲۰٪ پودر از مش ۳۲۵ رد شود در این صورت مقدار این نسبت به ۰/۸۰ متر مربع بر سانتی متر مکعب خواهد بود [۱]. چرا ذرات ریزتر در هوا یا اطراف نمونه تلف می‌شود. چندین علت می توان برای این پدیده متصور شد از جمله اینکه توربولانس، در نزدیکی قسمت سطح، پودر ریز را از سطح، منحرف می‌کند تا اینکه اجازه رسوب مواد دهد سایر شواهد نشان می‌دهد که در کارکرد، راندمان انتقال پودر بازیافتی کاهش می یابد. یعنی کارکرد با ریز تر شدن ذرات آهسته ترمیشود. سیالیت ذرات پودر ریز، عموماً کمتر است، بنابراین فشار هوای بستر و هوای اتمیزه کننده، باید در نمونه ریز دانه افزایش یابد. برای فهم بهتر تاثیر اندازه ذره در کاربردهای مختلف و خصوصیات آن، مطالعه بر روی پودر پوششی با توزیع اندازه دانه مختلف انجام می‌شود. مقدار کپسوله کننده مورد استفاده، برای تغییر رفتار سطح نیز به گونه ای تنظیم می‌شود که مقدار کپسوله کننده را نسبت به سطح ویژه ثابت نگه دارد [۲]. زمان آسیاب، همچنین به گونه ای تنظیم می‌شود که ریزی مناسب به دست آید. خواص پودر اندازه گیری شده در این آزمایش، شامل توزیع اندازه دانه و سیالیت پودر است. در پودر درشت دانه پودر ریز کوچکتر از ۱۵ میکرون بسیار کمتر دیده می شود. پودرهای ریز تمایل به چسبندگی به هم دارند بنابراین در برابر سیلان مقاومت می‌کنند. پودر نمونه به پوشش زمینه پانل تا اینکه اولین علائم دفع یا برجسته شدن مشاهده شود اعمال می‌شود. آزمایش مشخص می‌کند که بسیاری از پودرهای درشت از لحاظ وزن می‌توانند بر روی پانل قبل از برجستگی مراحل اولیه اعمال شوند. چسبندگی پودر پیر سازی شده، در واقع معیاری از مقدار پودر باقی مانده بر روی زمینه بعد از ۲ دقیقه فاصله زمانی است. در این مقال ارتباط بین خاصیت اندازه ذره نوع افزودنی ها بر روی دوغاب سازی انامل بحث می شود و استفاده از این اطلاعات برای تولید پوششی همگن با خاصیت چسبندگی مطلوب گزارش می شود [۳].

مواد و روش تحقیق

برای به دست آوردن فریت در مطالعه حاضر ابتدا باید فرمول وزنی شیشه طبق مراجع تهیه می شد، که فرمول ارائه شده در جدول ۱ بر حسب درصد وزنی برای این انامل می باشد.

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

پس از آن مواد اولیه که با بال میل مخلوط شده بودند در بوته آلومینایی و در کوره المتی ذوب شد. ذوب گیری در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد و در کفه الک و آب سرد انجام شد و فریت بدست آمد. فریت‌ها پس از ۲۴ ساعت خشک شدن در دمای محیط، به منظور خردایش به صورت خشک در کاپ زیرکونیایی با حجم ۲۵۰ سی سی با ۲۱ گلوله زیرکونیایی به مدت ۲۴ ساعت با دور ۲۰۰ ipm در آسیاب سیاره‌ای، آسیاب شدند، که از این پس این نمونه شماره یک نام گذاری می شود. در نوع دیگر از خردایش دقیقاً شرایط فریت سازی همین بوده است با این تفاوت که پودر به دست آمده برای مدت ۳۶ ساعت در کاپ زیرکونیایی آسیاب شد. این نمونه شماره ۲ نامیده می شود. نمونه سوم ابتدا به مدت ۲۰ دقیقه با هتون عقیق و سپس برای مدت ۴ ساعت در کاپ زیرکونیایی آسیاب شد. پس از این مرحله از پودرهای آماده شده آزمون دانسیته گرفته شد، که دانسیته این پودر ۲/۳ گرم بر سانتی متر مکعب تعیین شد. نتایج آزمایش توزیع اندازه ذرات پودر شیشه که توسط دستگاه Particle Size Analysis مدل Analysette 22 ساخت شرکت Fritsch انجام گردیده است. نحوه اعمال لعاب بر روی زمینه از طریق اسپری بوده است.

فولادهای مورد مصرف و آماده سازی آنها

استینلس استیل های سری ۳۰۰ که دارای نیکل هستند جذب آهن را نمی شوند این فولادها با ذرات آلومینایی سند بلاست شده و جهت اعمال دوغاب آماده سازی شدند

نتایج و بحث

شکل ۱ نتایج بررسی های به دست آمده از اندازه گیری اندازه ذرات فریت مورد مطالعه برای سه نمونه را نشان میدهد. بعد از به دست آوردن فریت برای کپسوله کردن ذرات فریت با رس و روان سازی دوغاب جهت اسپری کردن بر روی فولاد طبق جدول ۲ افزودنی های آسیاب به فریت اضافه شد و از دوغاب‌های بدست آمده با روش ارشمیدس دانسیته گرفته شد؛ که نتایج بدست آمده به صورت جدول ۳ است:

همانطوریکه از نتایج جدول ۲ مشخص می شود کاهش اندازه دانه از ۶ میکرون $d_{50}=5.99\text{micron}$ به $d_{50}=2.55\text{micron}$ مقدار دانسیته دوغاب از ۵/۲ به ۱/۶ گرم بر سانتی متر مکعب کاهش می یابد. اما نمونه دوغاب ساخته شده از فریت شماره یک سیالیت و روانیت مناسب برای اسپری کردن نداشت و در حین فرایند اسپری سبب رسوب فریت در انتهای دوغاب می شود. برای اجتناب از این امر مقدار رس دوغاب تا ۷٪ وزنی افزایش یافت و از افزودنی دولایکس برای روان سازی دوغاب استفاده شد. نمونه به دست آمده (شماره یک) مجدداً بسیار غلیظ بود. بنابراین از روش های تجربی دیگری برای روان سازی دوغاب استفاده شد به عنوان مثال بدون استفاده از آسیاب تنها از هم زن مغناطیسی و اعمال همزمان حرارت، برای ساخت سوسپانسیون دوغاب استفاده شد، اما در این روش نیز با وجود ۶۰٪ آب در دوغاب، ته نشینی پودر فریت اتفاق افتاد. برای اجتناب از این امر، زمان خردایش پودر تا ۳۶ ساعت افزایش یافت و اندازه دانه به ۲ میکرون کاهش و مطابق با جدول دانسیته دوغاب به ۱/۶ گرم بر سانتی متر مکعب رسید. این دوغاب به ظاهر، روانی خوبی داشت اما بعد از اعمال بر روی فولاد به دلیل سرعت آهسته تیخیر آب، در حین خشکایش ترک خورد. موفقیت آمیز بودن پروژه ما

بستگی به خشک شدن لعاب از سطح دارد. این موضوع مخصوصاً برای رنگ ها صدق میکند. اما لعاب هم فوراً خشک نمی شوند. در نظر داشته باشید که دو نوع از خشک شدن داریم یکی خشکی شدنی که فقط با لمس مشخص میشود و دیگری خشک شدنی که از هسته صورت میگیرد. دوغاب لعاب ها معمولاً از بالا به پایین خشک می شوند حتی اگر احساس شود که در سطح خشک شده اند هنوز زیر لایه ها تر هستند یک لایه باید خشک شود قبل از اینکه لایه دیگری اعمال شود. اگر یک لایه به خوبی خشک نشود و لایه دوم اعمال شود لایه دوم ممکن است پوسته پوسته شده یا ترک بر دارد. برای محیط واسطه به جای آب از سیلیس کلونیدی و در نمونه دیگر از محلول آب و CMC به عنوان چسب استفاده شد (شکل ۴ و ۵) ولی نتیجه ظاهر لعاب، وجود ترک های ریز، بعد از خشکایش بود. این روش ها مبتنی بر مطالعات منابعی بود که در آن از صمغ برای افزایش چسبندگی لعاب به بدنه استفاده شده بود [۴] و نیز از سیلیس کلونیدی برای پایداری سازی دوغاب یاد شده بود که ظاهراً نیروهای لوله های موئین در سطح، کششی قوی بر ذرات لایه خارجی دوغاب ایجاد میکنند که این کشش بعد از خشک شدن ذرات حذف میشود و ذرات به موقعیت قبلی میخوابند بر گردند از طرفی لایه زیری هنوز خشک نشده و منبسط است این اختلاف سرعت خشکایش، سبب ترک خوردن سطح میشود. برای تغییر در سیستم لوله های موئین، تصمیم بر تغییر اندازه ذرات فریت شد و این بار اندازه ذره ۳/۵ میکرون جهت دوغاب سازی استفاده شد (شکل ۶ الف و ب) و دوروش اعمال دوغاب یعنی روش غوطه وری و روش اسپری برای اعمال پوشش استفاده شد. ظاهراً روش اسپری به دلیل فواصل زمانی و طولانی بودن فرایند اعمال دوغاب فرصت خشک شدن دارد لذا ترک کمتری دارد. در تلاش آخر سعی بر این شد که وزن پوشش عملی کمتر شده و به جای دولاپیکس از آلزینات سدیم برای پایدار سازی دوغاب استفاده شود (شکل ۷).

دوغابی که حاوی ذرات ریز است در همه سرعت های برشی با اعمال برش شل می شود اما در نمونه درشت دانه دوغاب با افزایش سرعت برشی غلیظ تر خواهد شد و در سرعت های کم برش رقیق خواهد شد [۵]. بنابراین تصمیم بر تغییر اندازه دانه فریت شد

نتیجه گیری

- در این پروژه انواع افزودنی های مورد استفاده اعم از دولاپیکس، سیلیس کلونیدی، چسب CMC، آلزینات سدیم برای روان سازی دوغاب لعاب، مورد ارزیابی قرار گرفت. و ۰.۵ درصد وزنی آلزینات خواص پایداری مناسبی به دوغاب بخشید.
- سه اندازه ذره مختلف فریت با اندازه 3.5, 2, 6=d50 انتخاب شد و رفتار خشکایش لعاب حاصل از این اندازه ذرات ناشن داد که اندازه ذره تا حدی می تواند در سرعت خشکایش تاثیر بگذارد. لذا فریت با اندازه متوسط 3.5=d50 از لحاظ ظاهر لعاب اعمالی دارای همگنی و پیوستگی قابل ملاحظه ای بود.

تشکر و قدردانی

نویسندگان از آقایان جاری و زمانی و کبیری برای کمک های بی دریغ تشکر و قدر دانی میکنند

مراجع

- [1]. Larry N. Biller, Steven M. Kilczewski, and Arthur C. Stidham The Effects of Particle Size on Application Characteristics of Electrostatic Porcelain Enamel Powder, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 18 [51 (1 997) P:166, Ceramic Engineering & Science Proceedings
- [2]. H. Zoz, H. U. Benz, G. Schafer, M. Dannehi, High Kinetic Processing of Enamel, part 1, Simo25-i-Paper.doc.cooperative project 09-8-4413,
- [3]. Jitka PODJUKLOVÁ, "EFFECT OF SIZE CLAY PARTICLES ON FUNCTIONAL PROPERTIES OF VITREOUS ENAMEL COATS," 21. - 22. 11. 2012, Plzeň, Czech Republic, EU
- [4] Andrew. I, "Porcelain Enamels", the preparation, application, and properties of enamels, The Garrard Press, Publishers Champaign, Illinois, 1962, chapter9 page 363
- [5] Andrew J. S., GLASS-CERAMIC COATINGS FOR METALS, UNIVERSITY OF WARWICK, page 70

جدول ۱ ترکیب شیمیایی و مواد اولیه مورد استفاده برای ذوب شیشه را نشان میدهد

مقدار در ۱۰۰ گرم	منبع تهیه	درصد وزنی	نام اکسید
۴۰	SiO_2	٪۴۰	SiO_2
۳۵/۵۲	H_3BO_3	٪۲۰	B_2O_3
۲۹/۰۷	Na_2CO_3	٪۱۷	Na_2O
۲	CaF_2	٪۲	CaF_2
۱۱	Al_2O_3	٪۱۱	Al_2O_3
۱/۴۶	H_3PO_4	٪۲	P_2O_5
۸	ZnO	٪۸	ZnO

جدول ۲ ترکیب درصد وزنی افزودنی های آسیاب لعاب

میزان پر حسب گرم میزان پر حسب درصد وزنی فریت و مواد افزودنی

<i>F11</i>	٪۱۰۰	۵۰
<i>MoO₃</i>	٪۲۱۹	۱/۴۵
<i>Clay</i> (کائولن)	٪۲	۱/۵
آب	٪۶۰	۲۰
<i>Sb₂O₃</i>	٪۱۱۳	۰/۶۵

جدول ۳: دانسیته دوغاب به دست آمده از سه نمونه با سه اندازه

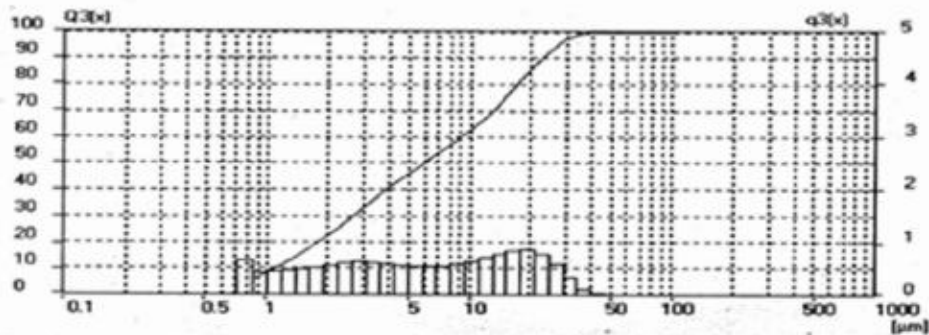
دانسیته (گرم بر سانتیمتر مکعب) کد نمونه

F1	۵/۲
F2	۱/۶
F3	۱/۹

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

Interpolation Values... C:\Program Files\A22_32\ritsch\HMNT_1.FPS					
6.1 %	1.000 μm	46.1 %	5.000 μm	62.5 %	10.000 μm
97.4 %	30.000 μm	100.0 %	50.000 μm	100.0 %	100.000 μm
***** %	150.000 μm	***** %	200.000 μm	***** %	250.000 μm
***** %	300.000 μm	***** %	350.000 μm	***** %	400.000 μm
***** %	450.000 μm	***** %	500.000 μm	***** %	600.000 μm
***** %	700.000 μm	***** %	800.000 μm	***** %	900.000 μm

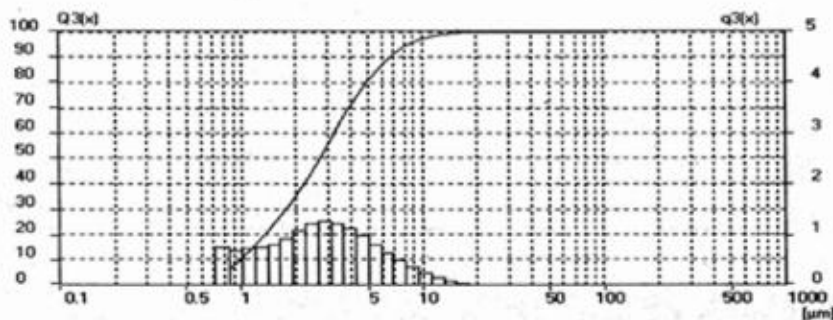
Interpolation Values... C:\Program Files\A22_32\ritsch\10_90.FPV					
10.0 %	1.109 μm	20.0 %	1.601 μm	30.0 %	2.676 μm
40.0 %	3.918 μm	50.0 %	5.937 μm	65.0 %	10.958 μm
70.0 %	12.948 μm	80.0 %	17.267 μm	90.0 %	22.809 μm
100.0 %	64.781 μm				



شکل ۱ توزیع اندازه ذره فریت های آسیاب شده با کاپ و گلوله های زیرکونیایی در زمان ۲۴ ساعت

Interpolation Values... C:\Program Files\A22_32\ritsch\HMNT_1.FPS					
10.7 %	1.000 μm	60.8 %	5.000 μm	97.1 %	10.000 μm
100.0 %	30.000 μm	100.0 %	50.000 μm	100.0 %	100.000 μm
***** %	150.000 μm	***** %	200.000 μm	***** %	250.000 μm
***** %	300.000 μm	***** %	350.000 μm	***** %	400.000 μm
***** %	450.000 μm	***** %	500.000 μm	***** %	600.000 μm
***** %	700.000 μm	***** %	800.000 μm	***** %	900.000 μm

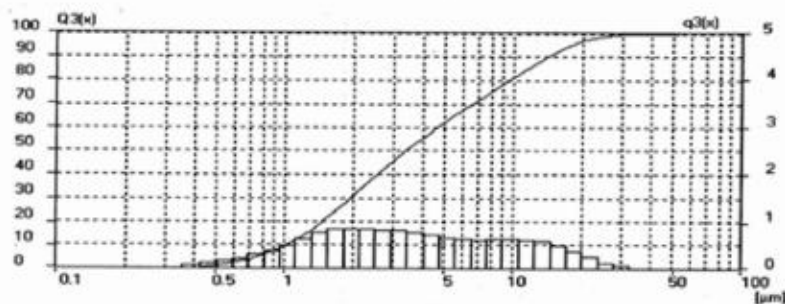
Interpolation Values... C:\Program Files\A22_32\ritsch\10_90.FPV					
10.0 %	0.977 μm	20.0 %	1.339 μm	30.0 %	1.773 μm
40.0 %	2.219 μm	50.0 %	2.686 μm	65.0 %	3.552 μm
70.0 %	3.936 μm	80.0 %	4.916 μm	90.0 %	6.715 μm
100.0 %	33.196 μm				



شکل ۲ توزیع اندازه ذره فریت های آسیاب شده با گلوله های زیرکونیایی در زمان ۳۶۴ ساعت

Interpolation Values... C:\Program Files\22_32\Mitsch\HMNT_1.FPV					
9.5 %	<==	1.000 μm	62.3 %	<==	5.000 μm
99.7 %	<==	30.000 μm	100.0 %	<==	50.000 μm
***** %	<==	150.000 μm	***** %	<==	200.000 μm
***** %	<==	300.000 μm	***** %	<==	400.000 μm
***** %	<==	450.000 μm	***** %	<==	600.000 μm
***** %	<==	700.000 μm	***** %	<==	900.000 μm

Interpolation Values... C:\Program Files\22_32\Mitsch\10_90.FPV					
10.0 %	<==	1.026 μm	20.0 %	<==	1.472 μm
40.0 %	<==	2.558 μm	50.0 %	<==	3.400 μm
70.0 %	<==	6.589 μm	80.0 %	<==	9.576 μm
100.0 %	<==	52.740 μm	90.0 %	<==	13.994 μm



شکل ۳ توزیع اندازه ذره فریت های آسیاب شده با هاون عقیق برای مدت ۲۰ دقیقه و کاپ و گلوله های زیرکونیایی در زمان ۴ ساعت



شکل ۴ شکل ظاهری لعاب اعمالی با سیلیس کلونیدی به عنوان محیط واسطه جایگزین آب (نمونه ۲)



شکل ۵ شکل ظاهری لعاب اعمالی آب با چسب CMC بعد از خشک شدن در هوا (نمونه ۲)



شکل ۶ الف لعاب اعمالی با وزن ۰/۵ گرم با روش غوطه وری نمونه یک (نمونه سه)



شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

شکل ۶ ب لعاب اعمالی با وزن ۰/۵ گرم با روش اسپری نمونه دو (نمونه ۳)



شکل ۷ لعاب اعمالی با وزن ۰/۱ گرم با روش اسپری نمونه سه (اندازه متوسط) با آلزینات