

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Томский государственный архитектурно-строительный университет»

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТЕКЛОВИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Методические указания
к лабораторным работам

Составители Н.К. Скрипникова, О.Г. Волокитин

Томск 2013

Физико-химические свойства стекловидных покрытий на строительных материалах: Методические указания к лабораторным работам / Сост. Н.К. Скрипникова, О.Г. Волокитин. Томск: Изд-во Томского архитектурно-строительного университета, 2012. – 18 с.

Рецензент д.т.н., проф. Г.Г. Волокитин

Редактор д.х.н., проф. Т.Д. Малиновская

Методические указания к лабораторным работам по дисциплинам «Новые материалы и технологии» для студентов специальности 291300 «Механизация и автоматизация в строительстве».

Печатается по решению методического семинара кафедры прикладной механики и материаловедения №6 от 18.02.2013 г.

Утверждены и введены в действие проректором по учебной работе В.В. Дзюбо

с 01.09.2013
до 01.09.2018

Оригинал макет подготовлен авторами.

Подписано в печать

Формат 60×90/16. Бумага офсет. Гарнитура Таймс.

Уч.–изд. л. _____. Тираж 50 экз. Заказ №

Изд-во ТГАСУ, 634003, г. Томск, пл. Соляная, 2.

Отпечатано с оригинал-макета в ООП ТГАСУ.

634003, г. Томск, ул. Партизанская, 15.

ВВЕДЕНИЕ

Получение качественно новых защитно-декоративных покрытий связано с необходимостью создания новых технологических методов декорирования. Установлено, что одним из эффективных и перспективных способов термодекорирования поверхности строительных материалов является плазменный способ. Использование низкотемпературной плазмы как источника термодекорирования открывает новые возможности технологического характера в отделке строительных изделий и позволяет значительно интенсифицировать технологические процессы по созданию качественно новых отделочных материалов. Такие свойства низкотемпературной плазмы, как высокая температура и большая концентрация энергии в малом объеме способствуют протеканию плазмохимических процессов при температурах $2 \cdot 10^3 \dots 20 \cdot 10^3$ °С, времени контакта реагирующих веществ $1 \dots 1 \cdot 10^{-5}$ с. Интерес к плазменной технологии обусловлен еще и тем, что при высоких температурах можно осуществлять процессы, которые в обычных условиях не протекают. Это позволяет получать материалы с принципиально новыми физико-химическими, физико-механическими характеристиками и защитно-декоративными качествами.

Целью данной работы является определение физико-химических свойств стекловидных покрытий на строительных материалах, полученных с помощью низкотемпературной плазмы.

Содержание

Для изучения основных физико-химических свойств строительных материалов со стекловидным покрытием необходимо провести следующие лабораторные работы:

1. Лабораторная работа № 1.

1.1. Определение прочности сцепления стекловидного покрытия с основой;

1.2. Определение пористости стекловидного покрытия.

2. Лабораторная работа № 2.

2.1. Определение водопроницаемости стекловидного покрытия.

3. Лабораторная работа № 3.

3.1. Определение химической стойкости стекловидного покрытия и основы;

3.2. Определение водостойкости;

3.3. Определение кислотостойкости;

3.4. Определение щёлочестойкости.

4. Лабораторная работа № 4.

4.1. Определение морозостойкости силикатных изделий с оплавленным покрытием.

1. Лабораторная работа № 1

1.1. Определение прочности сцепления стекловидного покрытия с основой

Одним из критериев оценки качества защитно-декоративного покрытия на силикатных изделиях является прочность сцепления покрытия с основой.

Металлическая пластинка с петлей (площадь 1,5 см²) приклеивается с помощью быстротвердеющего эпоксидного клея. Отрыв производится не ранее чем через 24 часа на разрывной машине типа Р-5. Прочность сцепления определяется по формуле:

$$R = \frac{P}{F} \cdot 0,0998,$$

где R – прочность сцепления, МПа;

P – разрушающая нагрузка, кгс;

F – площадь отрыва покрытия, см².

Прочность сцепления стекловидного покрытия определяется как среднеарифметическое десяти испытаний.

1.2. Определение пористости стекловидного покрытия

В процессе оплавления строительных изделий и материалов происходит интенсивное охлаждение расплава, который, застывая, образует стекловидное покрытие на поверхности изделия. Застывающий стекловидный слой в результате испарения соединений щелочных металлов, адсорбционной, кристаллизационной и конструкционной влаги, а также выделения газовой среды содержит микропоры и газовые включения в виде пузырьков. Их количество зависит от химического и минералогического состава изделий. На формирование покрытий также влияют кристаллизационная способность, вязкость, поверхностное натяжение и смачивающая способность расплава исход-

ного материала. Образованию пористости содействуют и термические напряжения, возникающие между отдельными компонентами основы.

Микропоры в стекловидном покрытии расположены неравномерно и имеют различную величину. Для такой структуры выше уровень термомеханических свойств по сравнению с монолитным покрытием, так как за счет пустот в виде пор происходит амортизация напряжений. Пористый характер покрытия обеспечивает тепловлажностный обмен изделия.

Методика проведения работы

Количественно пористость оценивается по наличию числа пор, приходящихся на 1 см^2 поверхности покрытия. В пяти различных участках поверхности изделия подсчитывается число пор покрытия, приходящихся на 1 линейный сантиметр (в результате малого диаметра подсчет пор производится с помощью бинокулярной лупы). Среднее значение числа пор возводится в квадрат. Полученная величина (n) применяется в качестве характеристики наличия усредненного количества пор на одном квадратном сантиметре.

Для определения ошибки воспроизводимости при данном способе подсчета проводится сопоставление результатов измерений количества пор, приходящихся на 1 линейный сантиметр в пяти различных участках у четырех изделий, взятых из одной партии и оплавленных с одинаковым режимом. Результаты измерений записываются в таблицу.

Величина максимально возможной ошибки при данном способе подсчета количества пор определяется по формуле

$$S_x^2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n \frac{(x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{m(n-1)},$$

где $\bar{x}_i = \frac{x_i}{n}$,

x_i – сумма значений x_{ij} по столбцам;

i – индекс, указывающий номер столбика;

j – индекс, указывающий номер строки;

m – число столбцов;

n – число строк.

Подставив данные таблицы в формулу, получим результат.

Сопоставление результатов измерений количества пор

Зона образца	Число пор, приходящихся на 1 линейный сантиметр			
	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4
Край изделия				
Край изделия				
Верх изделия				
Центр изделия				
Низ изделия				
Среднее значение				

Определяется пористость покрытия, выраженная в процентном отношении ко всей обработанной площади изделия.

Определение пористости стекловидных покрытий возможно с помощью оптического микроскопа МИМ-7 при 200-кратном увеличении. На поверхности образца выделяется 10 прямых секущих линий длиной 1000 мкм на расстоянии 100 мкм. Измеряется диаметр пор. В результате статистической обработки подсчитывается частотность распределения пор для каждого вариантного ряда.

$$W_i = \frac{m_i}{\sum m_i},$$

где m_i – количество пор в интервале.

Для расчета поверхностной пористости на каждой секущей была использована формула, которая характеризует по-

верхностную долю пор и выражает отношение площади пор к длине секущей:

$$\Pi_{\text{пов}} = \frac{\pi d_{\text{ср}} n}{4l} \cdot 100 \%,$$

где $d_{\text{ср}}$ – средний диаметр пор на секущей, мкм;

n – число пор на секущей;

l – длина секущей, мкм.

Поверхностная пористость образца будет характеризоваться средним значением, которое равно:

$$\Pi = \frac{\sum \Pi_{\text{пов}}}{k},$$

где k – число секущих.

2. Лабораторная работа № 2

2.1. Определение водопроницаемости изделий с оплавленным покрытием

Образцы строительных материалов (силикатный и керамический кирпич, бетон и др.) высушиваются до постоянной массы, а затем часть образцов оплавляется низкотемпературной плазмой, а часть остается без изменения. На подготовленные образцы наклеиваются мерные цилиндры, в которые наливается определенный объем воды и через определённые промежутки времени производятся измерения объема воды, прошедшей через поры в глубь изделия.

Водопроницаемость определяется:

$$W = \frac{V_0 - V}{V} 100\%,$$

где V_0 – первоначальный объем, мл;

V – конечный объем, мл.

По результатам исследований строится график зависимости проникновения воды за определенный промежуток времени.



3. Лабораторная работа № 3

3.1. Определение химической стойкости

Химическая стойкость характеризует сопротивляемость силикатных изделий и покрытий к воздействию влажной атмосферы, водных растворов кислот, щелочей и других агрессивных сред. В качестве агрессивных среды берётся вода, раствор едкого натра (NaOH) и раствор соляной кислоты (HCl). Определяется химическая стойкость основы силикатных изделий различного состава и стекловидного покрытия с целью сравнения полученных результатов. Химическая стойкость определяется по методу порошка. Метод порошка является в данном случае более приемлемым для оценки химической стойкости основы силикатных изделий и стекловидного покрытия, так как при его помощи можно определять химическую стойкость любых изделий. Этот метод позволяет при использовании относительно малого количества силикатного материала испытывать большую его поверхность, благодаря чему относительно много вещества переходит в раствор. Имеется несколько основ-

ных разновидностей этого метода: немецкий – Кепелера и DGG, английский – Тернера и советский – Института стекла (ГИС). Эти разновидности отличаются количеством испытуемого порошка силикатного материала, его зернистостью, продолжительностью обработки и способами выражения потерь при выщелачивании силикатного материала.

При определении химической стойкости силикатного материала методом порошка необходимо тщательно подготавливаться к опыту и соблюдать все установленные правила, так как иначе нельзя рассчитывать на точность полученных результатов.

Подготовка посуды и реагентов к испытанию. Для проведения испытания используют посуду из кварцевого или химически стойкого стекла. Новую стеклянную посуду предварительно обрабатывают для уменьшения выщелачиваемости. Для этого ее наполняют 10–15%-ным раствором едкого натра и выдерживают при комнатной температуре в течение 7–10 дней, после чего промывают горячей водой и пропаривают. Затем посуду обрабатывают кипящей дистиллированной водой в условиях, соответствующих условиям ее будущей работы (нагревание с обратным холодильником на водяной бане), до тех пор, пока ее выщелачиваемость не достигнет минимального и постоянного значения.

Для определения степени выщелачивания стекла обычно применяют 0,01н. титрованный раствор HCl, который получают путем разбавления химически чистой соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³.

Подготовка порошка исследуемого материала

Около 100 г материала дробят в фарфоровой ступке и просеивают с целью получения определенной зерновой фракции. В соответствии с ГОСТ 10134-62 для определения применяют порошок материала, прошедший через сито № 08 и задержанный на сите № 05, что соответствует размерам зерен материала

0,5–0,85 мм. Для просеивания порошка материала лучше применять механические сита, так как они позволяют более точно разделить исследуемый материал по фракциям и ускоряют процесс рассеивания. Кусочки материала, не прошедшие через сито № 08, растирают в ступке и снова просеивают. При этом необходимо помнить, что метод порошка основан на химической обработке сильно развитой поверхности при относительно небольшом количестве материала. Для получения сравнимых результатов необходимо соблюдать равенство поверхностей зерен материала, подвергаемых химической обработке. Это достигается тщательным отбором округлых зерен. Кроме того, в результате испытания вводят соответствующую поправку на изменение плотности для получения одинакового объема материала.

При окончательной сортировке порошка отбирают зерна округлой формы приблизительно одинакового размера при помощи пинцета.

Отсортированный порошок освобождают от тонкой пыли механическим способом, либо промывают его какой-либо жидкостью. В процессе промывания порошка следует избегать сильного его встряхивания, так как при этом образуется мелкодисперсная фракция.

Методика проведения работы

Среднюю пробу материала измельчают в зерна и просеивают через сита 08, 05. Фракцию, прошедшую через сито № 08 и задерживающуюся на сите № 05, тщательно отсеивают для удаления пыли. Для полного удаления пыли каждую пробу промывают этиловым спиртом до постоянной массы, помещают в коническую колбу и приливают 100 мл агрессивной жидкости (дистиллированная вода, 1Н раствора NaOH или 1Н раствора HCl). Колба соединяется с обратным холодильником и нагревается до кипения. Кипячение происходит в течение одного часа. После кипячения осадок отфильтровывается, многократно про-

мывается до отрицательной реакции на цвет индикатора; затем высушивается до постоянного веса.

За окончательный результат принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5% по массе.

3.2. Определение водостойкости.

Аппаратура, реактивы и растворы:

- электроплита;
- сита 08,05;
- печь муфельная, обеспечивающая температуру 500 °С.
- колба коническая с обратным холодильником объемом 250 мл;
- тигель фарфоровый;
- воронка стеклянная;
- вода дистиллированная;
- фильтр обеззоленный.

Методика проведения испытания

Навеску измельченного порошка (1 г), приготовленную по методике, описанной выше, помещают в колбу с дистиллированной водой. Объем воды – 100 мл. Колбу снабжают обратным холодильником. Навеска с водой кипятится в течение 1 часа с момента закипания. Реакционный сосуд отделяют от холодильника, протирают края снаружи фильтровальной бумагой и сливают из него возможно полнее воду, пропуская ее через обеззоленный фильтр. Оставшийся в сосуде порошок отфильтровывают и помещают в тигель. Тигель с пробой прокаливают в муфельной печи при температуре 450 °С до постоянной массы. Охлаждают и взвешивают.

Водостойкость (X_B) в процентах вычисляется по формуле:

$$X_B = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m – масса навески до испытания, г;

m_1 – масса навески после испытания, г.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 10% от найденного среднего значения.

3.3. Определение кислотостойкости

Аппаратура, реактивы, растворы:

- электроплита;
- сита №№ 08,05;
- печь муфельная, обеспечивающая температуру 500⁰С;
- колба коническая с обратным холодильником объемом 250 мл;
- тигель фарфоровый;
- воронка стеклянная;
- вода дистиллированная;
- кислота соляная 1н раствор;
- фильтр обеззоленный;
- индикатор.

Методика проведения испытания

Навеску измельченного порошка (1 г), приготовленную по методике, описанной выше, помещают в колбу, куда наливают 100 мл 1н раствора соляной кислоты. снабжают колбу обратным холодильником и устанавливают на электрическую плиту. Доводят до кипения. Затем охлаждают, отфильтровывают. Осадок промывают до нейтральной реакции (по лакмусу). Навеску вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель. Тигель вместе с пробой прокаливают в муфельной печи до постоянной массы.

Кислотостойкость порошка в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100\%,$$

где m – масса навески до испытания, г;

m_1 – масса навески после испытания, г.

Расхождение между тремя параллельными определениями не должно превышать $\pm 10\%$ от найденного среднего значения.

3.4. Определение щелочестойкости

Аппаратура, реактивы, растворы:

- электроплита;
- сита 08,05;
- печь муфельная, обеспечивающая температуру 500 °С;
- колба коническая с обратным холодильником объемом 250 мл;
- тигель фарфоровый;
- воронка стеклянная;
- вода дистиллированная;
- раствор едкого натра 1н;
- фильтр обеззоленный;
- индикатор.

Методика проведения испытания

Навеску измельченного порошка (1 г), приготовленную по методике, описанной выше, помещают в колбу, куда наливают 100 мл 1н раствора едкого натра. Для приготовления этого раствора необходимо в 100 мл дистиллированной воды растворить 1г-экв. (40 г порошка) едкого натра (NaOH).

Затем колбу с навеской закрывают обратным холодильником и устанавливают на электрическую плиту. Доводят до кипения. Затем охлаждают, отфильтровывают. Осадок промывают

до нейтральной реакции (по лакмусу). Навеску вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель. Тигель вместе с пробой прокаливают в муфельной печи до постоянной массы.

Щелочестойкость порошка в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100\%,$$

где m – масса навески до испытания, г;

m_1 – масса навески после испытания, г.

Расхождение между тремя параллельными определениями не должно превышать $\pm 10\%$ от найденного среднего значения.

4. Лабораторная работа № 4

Определение морозостойкости силикатных изделий с оплавленным покрытием

Одним из основных критериев долговечности строительных изделий является их морозостойкость. Основной причиной разрушения при испытании на морозостойкость является давление замерзшей воды на стенки пор изделия. Вода увеличивается в объеме при замерзании на 9%, а давление на стенки пор может достигать при некоторых условиях сотен и даже тысяч кг/см^2 . В скелете твердого тела возникают большие напряжения, величина и повторяемость которых приводит к разрушению. Испытания на морозостойкость проводятся в соответствии с требованиями ГОСТ 10060.0-95.

Методика проведения работы

Образцы строительных изделий – кирпич, кубы бетона $10 \times 10 \times 10$ см нумеруются, осматриваются и заносятся в таблицу. Контрольные образцы должны храниться в нормальных условиях. Образцы, предназначенные для испытания на морозостойкость, перед испытанием должны быть насыщены водой

путём выдерживания их в течение 48 часов в воде при температуре 15–20 °С. При этом над образцами должен находиться слой воды не менее 2 см. После полного водонасыщения образцы изделий испытывают на морозостойкость в морозильной камере по следующему циклу:

- замораживание до температуры минус 20 °С – 2 часа;
- выдержка при температуре минус 20 °С – 4 часа;
- оттаивание и подъем температуры до + 20 °С – 2 часа;
- выдержка в воде при температуре + 20 °С – 2 часа.

Через каждые 10 циклов попеременного замораживания и оттаивания производят визуальный осмотр как самого образца, так и стекловидного покрытия. Испытания на морозостойкость прекращаются если поверхность разрушена более чем на 15%. После определённого количества циклов попеременного замораживания и оттаивания проводят осмотр образцов с определением видимых изменений на образцах с оплавленной поверхностью. Кроме визуальной оценки проводится испытания на прочность сцепления ($R_{сц.}$) у образцов с оплавленной поверхностью и сравнивается с контрольными образцами. Результаты испытаний заносятся в таблицу.

Сравнительный анализ

Вид материала	Прочность сцепления покрытия с основой до испытания, МПа	Прочность сцепления покрытия с основой после испытания, МПа
Силикатный кирпич		
Бетон		
Керамический кирпич		

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волокитин Г.Г. Плазменные технологии в строительстве // Г.Г. Волокитин [и др.]. – Томск: Изд-во Том. Гос. архит.-строит. ун-та, 2005. – 291 с.
2. ГОСТ 101340-82.
3. Абдрахимов В.З. Основы технологии Стекла : учеб. пособие / В. З. Абдрахимов [и др.]; Самара : СГАСУ, 2005. – 184 с.
4. Немилов С.В. «Оптическое материаловедение: Физическая химия стекла». Учебное пособие, курс лекций. СПб: СПбГУ ИТМО, 2009. – 113 с.

Приложение

Сита контрольные (ГОСТ 3584-73),
мм

Номер сита	Диаметр проволоки	
	Номинальное	Предельное отклонение
02	0,120	± 0,005
0224	0,120	
025	0,120	
028	0,140	
0315	0,160	
0355	0,160	
04	0,160	
045	0,200	
05	0,250	
056	0,250	
063	0,300	
07	0,300	
08	0,300	
09	0,400	±0,012
1	0,400	
1,25	0,400	
1,6	0,500	±0,015
2	0,500	
2,5	0,500	