

667.612

К 27



для техникумов

М. И. КАРЯКИНА

Лабораторный практикум по техническому анализу и контролю производств лакокрасочных материалов и покрытий

92 ✓



для техникумов

97

М. И. КАРЯКИНА

Лабораторный практикум по техническому анализу и контролю производств лакокрасочных материалов и покрытий

Издание 2-е, переработанное и дополненное

Допущено Управлением кадров и социального развития Министерства автомобильной промышленности СССР в качестве учебного пособия для средних специальных учебных заведений по специальности "Неметаллические защитные покрытия"



МОСКВА
»ХИМИЯ«
1989

ББК 6П7.7

К 21

УДК 667.612/.613 (076)5)

К 27

Рецензент: Н.А. Глуховская

4-2275

БИБЛИОТЕКА
Центр. химико-техн.
ИНСТИТУТА

Карякина М.И.

К 21 Лабораторный практикум по техническому анализу и контролю производств лакокрасочных материалов и покрытий: Учеб. пособие для техникумов. — 2-е изд., перераб. и доп. — М.: Химия, 1989. — 208 с.: 91 ил.

ISBN 5-7245-0251-8

Второе издание практикума (1-е издание вышло в 1977 г. под названием "Лабораторный практикум по испытанию лакокрасочных материалов и покрытий") включает лабораторные работы по определению реологических свойств лакокрасочных материалов (в том числе порошковых красок), технологических, физико-механических, декоративных и защитных свойств покрытий. Дополнено лабораторными работами по химическому и физико-химическому анализу основных компонентов, входящих в состав лакокрасочных материалов: пленкообразователей, пигментов, растворителей.

К 2804090000-131
050(01)-89

Св.пл. для спец. учеб. заведений — 163-89

ББК 6П7.7

ISBN 5-7245-0251-8

© Издательство "Химия", 1977

© Издательство "Химия", 1989,
с изменениями и дополнениями

Предисловие	10
Глава 1. Химический и физико-химический анализ основных компонентов лакокрасочных материалов	12
Пленкообразующие вещества	
Работа № 1. Определение содержания свободных карбоксильных групп в алкидных смолах	12
Вариант 1. Определение кислотного числа алкидной смолы 90 методом визуального титрования	13
Вариант 2. Определение кислотного числа алкидной смолы 90 методом потенциометрического титрования	14
Работа № 2. Определение свободных и связанных карбоксильных групп в алкидных смолах	15
Работа № 3. Определение содержания карбоксильных групп в акриловой смоле АКС-04	16
Работа № 4. Определение гидроксильных групп в алкидных смолах	17
Работа № 5. Определение содержания двойных связей в полиэфирах	18
Работа № 6. Определение цвета смолы по иодометрической шкале	19
Работа № 7. Определение содержания алкоксильных групп в аминформальдегидных смолах	20
Вариант 1. Определение содержания метилольных групп в смоле ГМ-3	21
Вариант 2. Определение содержания бутоксиловых групп в меламиноформальдегидной смоле К-423-02	22
Работа № 8. Определение содержания свободного формальдегида в меламиноформальдегидной смоле К-423-02 ацидиметрическим методом	23
Работа № 9. Определение метилольных групп в крезолоформальдегидной смоле К-212-01	24
Работа № 10. Определение содержания свободного фенола в фенолоформальдегидной смоле 101Л	27
Работа № 11. Определение температуры размягчения твердых фенолоформальдегидных смол	28
Вариант 1. Определение температуры размягчения смолы 101 методом "кольца и шара"	28
Вариант 2. Определение температуры размягчения смолы 101 методом Кремера — Сарнова	29
Работа № 12. Определение температуры плавления фенолоформальдегидной смолы 101 методом "капилляра"	30
Работа № 13. Определение эпоксидных групп в эпоксидных смолах	31
Работа № 14. Определение молекулярной массы эпоксидных смол методом измерения тепловых эффектов конденсации	32
Пигменты	
Работа № 15. Определение цвета пигментов с помощью компаратора цвета ФКЦШ-М	35
Работа № 16. Определение условной светостойкости пигментов и наполнителей	40
Работа № 17. Определение дисперсного состава пигментов и наполнителей	
Вариант 1. Определение дисперсного состава диоксида титана марки Р-06 ситовым методом	41

Вариант 2. Определение дисперсного состава отбеленного микроаб- рита марки КБ-3 седиментационно-нипельным методом	42
Работа № 18. Определение режима диспергирования пигментов в пленкооб- разующем веществе на бисерной мельнице	43
Работа № 19. Определение плотности пигментов пикнометрическим ме- тодом	45
Работа № 20. Газохроматографическое определение удельной поверхности пигментов методом десорбции азота	47
Работа № 21. Определение укрывистости пигментов	50
Вариант 1. Определение укрывистости диоксида титана марки Р-02 визуальным методом по "шахматной доске"	50
Вариант 2. Определение укрывистости диоксида титана марки Р-02 по коэффициенту контрастности	52
Растворители	
Работа № 22. Определение летучести растворителей	54
Работа № 23. Определение плотности растворителя с помощью пикнометра . .	55
Работа № 24. Определение температуры вспышки растворителя в открытом тигле	56
Работа № 25. Определение числа коагуляции растворителей	58
Глава 2. Испытание лаковых и пигментированных систем в жидком и по- рошкообразном состоянии	
Работа № 26. Определение условной вязкости лакокрасочных материалов .	59
Вариант 1. Определение условной вязкости эмали ПФ-214 в исход- ном состоянии	59
Вариант 2. Определение условной вязкости эмали ПФ-214 при рабо- чей консистенции	60
Работа № 27. Определение плотности эмалей с помощью пикнометра	60
Работа № 28. Определение относительной плотности порошковых красок . .	62
Вариант 1. Определение насыпной плотности порошковой краски П-ВЛ-212	62
Работа № 29. Определение содержания пленкообразующих веществ в лако- красочных материалах	62
Работа № 30. Определение содержания пленкообразующих веществ в порош- ковых красках	64
Вариант 1. Определение содержания минеральной части порошковой краски методом центрифугирования	64
Вариант 2. Определение содержания минеральной части краски мето- дом сжигания	65
Работа № 31. Определение укрывистости лакокрасочных материалов	65
Вариант 1. Определение укрывистости нентафталевой эмали ПФ- 1126 визуальным методом с помощью черно-белой "шахматной доски" .	65
Вариант 2. Определение укрывистости эмали ПФ-1126 по коэффи- циенту контрастности	65
Вариант 3. Определение укрывистости эмали ПФ-1126 инструмен- тально-математическим методом с использованием ЭВМ	66
Работа № 32. Определение степени дисперсности лакокрасочных материалов .	68
Работа № 33. Определение дисперсного состава порошковых красок	69
Вариант 1. Определение дисперсного состава порошковой краски П-ЭП-45 методом ситового анализа	69
Вариант 2. Определение дисперсного состава порошковой краски П-ЭП-45 микроскопическим методом	70
Работа № 34. Определение растекаемости (розлива) лакокрасочных матери- алов	70

Вариант 1. Определение растекаемости лакокрасочных материалов, наносимых кистью	71
Вариант 2. Определение растекаемости лакокрасочных материалов, наносимых пневматическим распылением	72
Работа № 35. Определение растекаемости порошковых красок	74
Работа № 36. Определение сыпучести порошковых красок	75
Вариант 1. Определение сыпучести порошковой краски П-ХВ-716 по углу естественного откоса	76
Вариант 2. Определение сыпучести порошковой краски П-ХВ-716 по сыпанию порошка	76
Глава 3. Подготовка образцов к испытанию	77
Работа № 37. Подготовка к испытанию пластин (образцов) из черных металлов перед окрашиванием	77
Вариант 1. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности с последующим обезжириванием	78
Вариант 2. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности и последующего обезжиривания с применением ультразвука	79
Вариант 3. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности с последующим обезжириванием и фосфатированием	80
Вариант 4. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности с последующим обезжириванием и нанесением фосфатирующей грунтовки	81
Работа № 38. Подготовка к испытанию пластин (образцов) из цветных металлов перед окрашиванием	82
Вариант 1. Подготовка к испытанию пластин из алюминия или его сплавов методом химического оксидирования	83
Вариант 2. Подготовка к испытанию пластин из алюминия или его сплавов методом электрохимического оксидирования	84
Работа № 39. Подготовка поверхности древесины перед окрашиванием	85
Работа № 40. Подготовка к испытанию стеклянных пластин перед окрашиванием	85
Работа № 41. Нанесение лакокрасочных материалов традиционными методами	86
Вариант 1. Нанесение лакокрасочных материалов методом пневматического распыления	86
Вариант 2. Нанесение лакокрасочных материалов методом окунания	87
Вариант 3. Нанесение лакокрасочных материалов методом налива	87
Вариант 4. Нанесение лакокрасочных материалов кистью	88
Работа № 42. Нанесение подоразбавляемых лакокрасочных материалов методом электроосаждения	89
Работа № 43. Нанесение порошковых красок в кипящем слое	90
Работа № 44. Определение дефектов лакокрасочных покрытий, образовавшихся в процессе нанесения материала	93
Вариант 1. Определение индекса натекообразования	94
Вариант 2. Определение высоты шагрени лакокрасочного покрытия	94
Работа № 45. Получение лакокрасочных пленок, снятых с подложки (свободных пленок)	95
Вариант 1. Получение свободной пленки на полиэтиленерефталатной подложке	
Вариант 2. Получение свободной пленки на подложке из фторопласта	

Вариант 3. Получение свободной пленки на стеклянной подложке . .	99
Вариант 4. Получение свободной пленки на алюминиевой фольге . .	99
<i>Работа № 46. Определение толщины лакокрасочных покрытий</i>	<i>99</i>
Вариант 1. Определение толщины покрытия микрометрическим методом	101
Вариант 2. Определение толщины покрытия индикаторным толщиномером	102
Вариант 3. Определение толщины покрытия магнитным толщиномером	102
Вариант 4. Определение толщины покрытия с помощью электрического прибора МТ-20Н	103
<i>Работа № 47. Подготовка образцов комплексных лакокрасочных покрытий для испытания их защитных свойств</i>	<i>104</i>
Вариант 1. Получение образцов комплексных покрытий на основе грунтовки В-КФ-093 и эмали МЛ-197	104
Вариант 2. Получение образцов комплексных покрытий на основе грунтовки В-КФ-093 и эмали МЛ-1110	105
Вариант 3. Получение образцов комплексных покрытий на основе грунтовки ФЛ-03К и эмали ПФ-115	106
Глава 4. Методы определения степени отверждения лакокрасочных покрытий	106
<i>Работа № 48. Определение продолжительности и степени высыхания лакокрасочных материалов</i>	<i>106</i>
Вариант 1. Определение продолжительности и степени высыхания эмали ПФ-1126, отверждающейся при $20 \pm 2^\circ \text{C}$	108
Вариант 2. Определение степени высыхания эмали ПФ-1126 при повышенной температуре	109
<i>Работа № 49. Определение степени отверждения покрытий из лаков и эмалей по содержанию в них гель-золь фракции</i>	<i>110</i>
Вариант 1. Определение содержания гель-золь фракции в пленке лака МЛ-21	111
Вариант 2. Определение содержания гель-золь фракции в пленке эмали МЛ-158	112
<i>Работа № 50. Определение степени высыхания покрытий по твердости</i>	<i>112</i>
Вариант 1. Определение твердости покрытия эмалью МЛ-1196 на маятниковом приборе 2124 ТМЛ (тип А)	113
Вариант 2. Определение твердости покрытия эмалью МЛ-1196 на маятниковом приборе 2124 ТМЛ (тип Б)	115
<i>Работа № 51. Определение степени высыхания покрытий по микротвердости</i>	<i>115</i>
Глава 5. Физико-механические свойства лакокрасочных покрытий	117
<i>Работа № 52. Определение механических свойств лакокрасочных пленок при растяжении</i>	<i>117</i>
Вариант 1. Определение предела прочности пленки при растяжении	118
Вариант 2. Определение относительного удлинения пленки при разрыве	119
Вариант 3. Определение модуля упругости пленки при растяжении	119
<i>Работа № 53. Определение прочности лакокрасочных покрытий при изгибе</i>	<i>120</i>
Вариант 1. Определение прочности покрытия при изгибе по шкале гибкости ИГ	121
Вариант 2. Определение прочности покрытия при изгибе на коническом стержне	122
<i>Работа № 54. Определение эластичности лакокрасочных покрытий на приборе "Пресс Эрнстена"</i>	<i>123</i>

Вариант 1. Определение эластичности покрытия на приборе "Пресс Эрикссена" по глубине прогиба подложки	124
Вариант 2. Определение эластичности покрытия на приборе "Пресс Эрикссена" с помощью электролитического измерительного устройства	125
Работа № 55. Определение прочности лакокрасочных покрытий при ударе	126
Работа № 56. Определение износостойкости лакокрасочных покрытий	128
Работа № 57. Определение внутренних напряжений в лакокрасочных покрытиях консольным методом	129
Вариант 1. Определение внутренних напряжений в покрытии эмалью ПФ-115 в процессе отверждения при комнатной температуре	130
Вариант 2. Определение внутренних напряжений в покрытии эмалью ПФ-115 в процессе отверждения при 100 °С	131
Работа № 58. Определение адгезионной прочности лакокрасочных покрытий	132
Вариант 1. Определение адгезионной прочности покрытия методом решетчатых надрезов	133
Вариант 2. Определение адгезионной прочности покрытия методом параллельных надрезов	134
Вариант 3. Определение адгезионной прочности покрытия методом отслаивания	134
Глава 6. Декоративные свойства лакокрасочных покрытий	135
Работа № 59. Определение цвета лакокрасочных покрытий	135
Вариант 1. Определение цвета покрытий по картотеке цветов	136
Вариант 2. Определение цвета покрытий визуально по пятибалльной системе	137
Работа № 60. Определение блеска лакокрасочных покрытий	138
Вариант 1. Определение блеска покрытий с помощью фотоэлектрического блескомера ФБ-2	139
Вариант 2. Определение блеска покрытий визуальным методом	140
Вариант 3. Определение блеска после испытания покрытия	140
Работа № 61. Определение степени меления лакокрасочных покрытий	141
Вариант 1. Определение степени меления на приборе ПМ-1	142
Вариант 2. Определение степени меления визуальным методом	143
Работа № 62. Определение стойкости лакокрасочных покрытий к грязеудержанию	143
Работа № 63. Определение декоративного вида лакокрасочных покрытий по обобщенной оценке состояния покрытий	146
Глава 7. Противокоррозионные свойства лакокрасочных покрытий	147
Работа № 64. Определение пористости лакокрасочных покрытий	147
Вариант 1. Определение пористости покрытий химическим методом	147
Вариант 2. Определение пористости покрытий электрохимическим методом	148
Работа № 65. Определение микропористости лакокрасочных пленок адсорбционным методом	149
Работа № 66. Определение паропроницаемости лакокрасочных пленок	152
Работа № 67. Определение влагопоглощения лакокрасочной пленкой на подложке	154
Работа № 68. Определение влагопоглощения пленкой, снятой с подложки	155
Вариант 1. Определение влагопоглощения "свободной" пленкой в вакуумной установке	155
Вариант 2. Определение влагопоглощения "свободной" пленкой при относительной влажности воздуха 95 ± 2 %	157
Работа № 69. Определение влагостойкости лакокрасочных покрытий	157

<i>Работа № 70. Определение водостойкости лакокрасочных покрытий</i>	159
<i>Работа № 71. Определение солейстойкости лакокрасочных покрытий</i>	160
Вариант 1. Определение солейстойкости лакокрасочных покрытий методом погружения	161
Вариант 2. Определение солейстойкости лакокрасочных покрытий в камере солевого тумана	162
<i>Работа № 72. Определение кислотостойкости лакокрасочных покрытий</i>	163
Вариант 1. Определение кислотостойкости лакокрасочных покрытий методом погружения	163
Вариант 2. Определение кислотостойкости лакокрасочных покрытий капальным методом	164
<i>Работа № 73. Определение бензостойкости лакокрасочных покрытий</i>	165
<i>Работа № 74. Определение стойкости лакокрасочных покрытий к воздействию диоксида серы</i>	167
<i>Работа № 75. Определение устойчивости покрытий к образованию пузырей</i>	169
<i>Работа № 76. Определение степени растрескивания лакокрасочных покрытий</i>	170
Вариант 1. Определение типа трещин покрытия эмалью МЛ-12	171
Вариант 2. Определение размера трещин покрытия эмалью МЛ-12 по пятибалльной системе	172
<i>Работа № 77. Определение антикоррозионных свойств лакокрасочных покрытий емкостью-омическим (импедансным) методом</i>	173
<i>Работа № 78. Определение антикоррозионных свойств лакокрасочных покрытий по обобщенной оценке состояния покрытий</i>	176
Глава 8. Атмосферостойкость лакокрасочных покрытий	178
<i>Работа № 79. Испытание лакокрасочных покрытий в аппарате искусственной погоды ИП-1-3 по режиму "Цикл 3-17"</i>	178
<i>Работа № 80. Определение интенсивности ультрафиолетовой радиации в аппарате ИП-1-3</i>	180
<i>Работа № 81. Определение устойчивости лакокрасочных покрытий к воздействию знакопеременных температур</i>	182
<i>Работа № 82. Испытание лакокрасочных покрытий ускоренными методами, имитирующими умеренный климат</i>	184
Вариант 1. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим открытую сельскую атмосферу	184
Вариант 2. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим открытую промышленную атмосферу	185
Вариант 3. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим непродолжительное воздействие температуры, влажности и солнечного излучения	186
Вариант 4. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия неотапливаемых помещений и под навесом	187
<i>Работа № 83. Испытание лакокрасочных покрытий ускоренными методами, имитирующими тропический климат</i>	187
Вариант 1. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия промышленной атмосферы влажного тропического климата	188
Вариант 2. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия сочетания промышленной и приморской атмосферы	189
Вариант 3. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия морского климата и транспортировку морем	190
Вариант 4. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия закрытых помещений с естественной вентиляцией, в палатках, под навесом	191
Вариант 5. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия неотапливаемых и невентилируемых помещений	192

В а р и а н т 6. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия отапливаемых и неотапливаемых помещений с принудительной вентиляцией	193
<i>Работа № 84. Испытание лакокрасочных покрытий ускоренными методами, имитирующими условия Дальнего Севера</i>	193
В а р и а н т 1. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим атмосферные условия Дальнего Севера	194
В а р и а н т 2. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим атмосферные условия без воздействия солнечной радиации и осадков (под навесом)	195
В а р и а н т 3. Испытание покрытий на воздействие резкой смены отрицательных и положительных температур	196
В а р и а н т 4. Испытание покрытий на воздействие отрицательных температур и морской воды (или пресной воды)	196
<i>Работа № 85. Определение атмосферостойкости лакокрасочных покрытий по обобщенной оценке состояния поверхности покрытий</i>	197
Глава 9. Определение технического уровня качества лакокрасочной продукции	198
<i>Работа № 86. Составление карты технического уровня на эмаль НЦ-25 для представления на аттестацию по высшей категории качества</i>	198
<i>Библиографический список</i>	202
П р и л о ж е н и е 1. Общие требования по технике безопасности при работе с лакокрасочными материалами в лабораторных условиях	203
П р и л о ж е н и е 2. Перечень нормативно-технической документации на смолы, пигменты, растворители, лакокрасочные материалы, используемые в лабораторных работах	205

Лакокрасочные материалы являются одним из основных средств защиты металла от коррозии благодаря простоте технологии нанесения, низкой стоимости и способности образовывать покрытия с высокими физико-механическими, декоративными и защитными свойствами.

В соответствии с решениями XXVII съезда КПСС одним из важнейших направлений развития промышленности является повышение качества выпускаемой продукции. Комплексной программой химизации народного хозяйства СССР на период до 2000 г. "...планируется расширение выпуска и применение прогрессивных синтетических пленкообразующих продуктов, максимальная замена пищевого сырья, а также увеличение производства водоземных, порошковых и других прогрессивных лакокрасочных материалов. Намечено увеличить производство двуокиси титана, химически- и атмосферостойких лакокрасочных материалов на основе эпоксидных смол, акриловых полимеров, специальных эмальлаков для электротехнической промышленности, полиэфирных и полиуретановых лаков для мебельной промышленности, а также материалов для предварительной окраски металлов и защиты металлоконструкций с созданием необходимых мощностей по выпуску сырья для их производства".

Повышение качества покрытий обуславливает необходимость объективной оценки свойств как самих лакокрасочных материалов, так и покрытий на их основе. Поэтому освоение современных методов исследования является одним из важных этапов подготовки специалистов по технологии лакокрасочных материалов и покрытий, что несомненно будет способствовать приобретению практических навыков, необходимых для их последующей работы в научно-исследовательских учреждениях и на производстве.

Предлагаемый лабораторный практикум составлен в соответствии с программой для средних специальных учебных заведений по специальности "Неметаллические защитные покрытия" и является 2-м изданием, переработанным и дополненным.

По сравнению с первым изданием (1-е издание вышло в 1977 г.) значительно возросло число лабораторных работ за счет исключения теоретического материала, предворяющего каждую лабораторную работу. Это стало возможно в связи с выходом в свет монографии М.И. Карякиной "Испытание лакокрасочных материалов и покрытий" (М.: Химия, 1988. 265 с.), в которой приведены теоретические положения по всем методам испытаний, включенным в лабораторные работы настоящего учебника.

Кроме того, во 2-е издание практикума включена новая глава "Химический и физико-химический анализ основных компонентов лакокрасочных материалов"; приведены работы по оценке качества порошковых красок, определению противокоррозионных свойств покрытий

электрохимическими методами, количественные оценки отдельных показателей, характеризующих качество лакокрасочных покрытий и т.д.

Методики испытаний в лабораторных работах составлены с учетом многолетнего практического опыта работы автора в этой области и большинство из них легко воспроизводимы в условиях учебного заведения.

Книга предназначена в качестве учебного пособия для учащихся средних специальных заведений. Она может быть также полезна студентам высших учебных заведений, специализирующихся в области технологии получения и применения лакокрасочных и полимерных покрытий, автор надеется, что практикум может быть использован и специалистами всех отраслей народного хозяйства, применяющими лакокрасочные материалы.

Все замечания читателей будут приняты автором с благодарностью.

ПЛЕНКООБРАЗУЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА

РАБОТА № 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНЫХ
КАРБОКСИЛЬНЫХ ГРУПП В АЛКИДНЫХ СМОЛАХ

Содержание свободных карбоксильных групп в пленкообразующих веществах оценивается по кислотному числу.

Кислотное число ($X_{\text{к.ч.}}$) выражается количеством миллиграммов гидроксида калия (KOH), которое требуется для нейтрализации карбоксильных групп в 1 г пленкообразующего вещества.

Материалы, реактивы, приборы

Алкидная смола 90 — глицериновый полиэфир фталевой кислоты, модифицированный касторовым маслом [1, с. 247–249]

Толуол, хч

Этанол, ректификат

Гидроксид калия, 0,1 н. спиртовой раствор

Кислота соляная, 0,1 н. раствор

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор

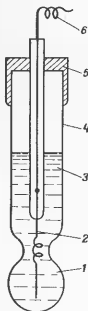
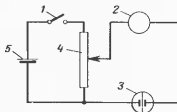


Рис. 1.1. Стеклоый электрод:
1 — тонкостенный шарик; 2 — серебряный электрод; 3 — электролит; 4 — стеклянная трубка; 5 — крышка; 6 — контактная проволока

Рис. 1.2. Схема установки для анодирования серебряного электрода:

1 — выключатель; 2 — миллиамперметр; 3 — электролитическая ячейка; 4 — переменный резистор; 5 — батарея из элементов



Вода дистиллированная

Весы аналитические (точн. взв. 0,0002 г)

Магнитная мешалка типа ЭМЛ

pH-милливольтметр (потенциометр) типа pH-340

Стеклянный электрод (рис. 1.1), имеющий форму цилиндра с шариком на конце, заполненный 0,1 н. раствором соляной кислоты; в шарик погружен хлорсеребряный электрод сравнения. Установка для анодирования серебряного электрода (рис. 1.2)

Вариант 1. Определение кислотного числа алкидной смолы 90 методом визуального титрования

Сущность метода заключается в нейтрализации исследуемого пленкообразующего вещества раствором гидроксида калия объемным способом. Окончательная точка титрования устанавливается визуально в присутствии индикатора.

Подготовка к испытанию сводится к приготовлению толуольно-спиртовой смеси путем смешения компонентов в соотношении 1 : 1.

Ход определения. Навеску 1,3 г смолы 90 помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и добавляют 25–50 мл толуольно-спиртовой смеси. Затем колбу соединяют с припаянным обратным холодильником и помещают в водяную баню. Нагревание проводят до полного растворения смолы при температуре кипения смеси, после чего колбу с раствором смолы охлаждают до комнатной температуры и раствор титруют 0,1 н. раствором КОН в присутствии 2–3 капель фенолфталеина, взятого в качестве индикатора. Титрование проводят до появления слабо-розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 30 с.

Параллельно ставится контрольная проба. Для этого во вторую коническую колбу помещают 25–50 мл толуольно-спиртовой смеси, а при наличии в смоле 90 растворителя (например, ксилола) добавляют в смесь 1–2 г ксилола. Полученный раствор титруют 0,1 н. раствором КОН в присутствии 2–3 капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Расчет. Кислотное число $X_{\text{к.ч.}}$ (мг КОН/г) рассчитывают по формуле

$$X_{\text{к.ч.}} = \frac{(V_1 - V_2)K \cdot 5,61}{m},$$

где V_1 – объем 1 н. раствора КОН, израсходованного на титрование раствора смолы 90, мл; V_2 – объем 0,1 н. раствора КОН, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл; K – поправочный коэффициент для приведения концентрации КОН к точно 0,1 н. раствору; m – масса навески смолы, г; 5,61 – масса КОН в 1 мл точно 0,1 н. раствора КОН, г.

За результат анализа принимается среднее арифметическое результатов трех параллельных определений. Расхождение между полученными результатами не должно превышать 3 %.

В рабочий журнал записываются все операции проведения анализа и проводимые расчеты.

Вариант 2. Определение кислотного числа алкидной смолы 90 методом потенциометрического титрования

Принцип метода заключается в нейтрализации пленкообразующего вещества раствором гидроксида калия объемным способом. Окончательная точка титрования устанавливается путем построения кривой потенциометрического титрования и нахождения точки эквивалентности, соответствующей объему точно 0,1 н. раствора гидроксида калия, израсходованного на титрование пленкообразующего.

Подготовка к испытанию. Вначале готовят толуольно-спиртовую смесь путем смешения компонентов в соотношении 1:1 (по объему) и 0,1 н. спиртовой раствор гидроксида калия. Хлорсеребряный электрод готовят следующим образом. Серебряную проволоку диаметром 2–3 мм и длиной 80–90 мм подвергают анодной поляризации в 1 М растворе соляной кислоты от источника при силе постоянного тока 10 мА в течение 45 мин. Вторым электродом (катодом) при поляризации служит платиновая проволока.

На рис. 1.2 приведена схема установки для анодирования серебряного электрода. После приготовления хлорсеребряного электрода его промывают дистиллированной водой и хранят в разбавленном растворе хлорида натрия в местах, защищенных от воздействия света. При ежедневном использовании электрод хранят в дистиллированной воде. Если поверхность хлорсеребряного электрода нарушается, его вновь анодируют. Перед анодированием разрушенную поверхность электрода следует тщательно зачистить мелкозернистой шкуркой, а затем дважды погрузить в водный раствор соляной кислоты (1:1), выдержать по 1 мин, тщательно ополоснуть дистиллированной водой и только после этого проводить анодирование электрода по описанному выше способу.

Ход определения. Навеску 1–3 г алкидной смолы 90 (точн. взв. 0,0002 г) помещают в термостатированный стакан вместимостью 150 мл с магнитной мешалкой и растворяют в 25–50 мл толуольно-спиртовой смеси при температуре кипения смеси. После полного растворения смолы в стакан погружают электроды и включают мешалку. Раствор смолы 90 титруют 0,1 н. раствором КОН (титрант), который добавляют малыми порциями (по 0,5–1,0 мл); после добавления каждой порции титранта перемешивают раствор в течение 1–2 мин и измеряют потенциал индикаторного хлорсеребряного электрода, одновременно сопоставляют измерения потенциала ΔE до и после добавления титранта. По мере приближения к точке эквивалентности значения ΔE возрастают, поэтому необходимо уменьшить объем порций титранта. Потенциометрические кривые, как и обычные кривые титрования, имеют максимальную кривизну в точке эквивалентности.

Расчет. Полученные данные выражают в виде кривой зависимости $\Delta E/\Delta V$ от V , где ΔE — изменение потенциала после добавления порции титранта, В; ΔV — объем порции титранта, мл; V — объем титранта, мл.

Типичная кривая потенциометрического титрования приведена на

Рис. 1.3. Типичная кривая потенциометрического титрования:

E — изменение потенциала, В; V — объем титранта, мл; V_9 — объем титранта в точке максимальной кривизны на кривой потенциометрического титрования, мл (точка эквивалентности)

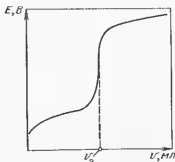


рис. 1.3 [2, с. 67–69], на которой V_9 (мл) — точка пересечения на оси объема титранта с касательной в точке максимальной кривизны кривой потенциометрического титрования.

Кислотное число $X_{\text{к.н}}$ (мг, КОН/г) рассчитывают по следующей формуле:

$$X_{\text{к.н}} = (5,61 V_9 K) / m,$$

где V_9 — объем точно 0,1 н. раствора КОН в точке эквивалентности, мл; K — поправочный коэффициент для приведения концентрации КОН к точно 0,1 н. раствору; m — масса смолы 90, г; 5,61 — масса КОН в 1 мл точно 0,1 н. раствора КОН, г.

В журнал записывают последовательность проведения всех операций анализа, включая расчеты и построение графиков.

РАБОТА № 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНЫХ И СВЯЗАННЫХ КАРБОКСИЛЬНЫХ ГРУПП В АЛКИДНЫХ СМОЛАХ

Содержание свободных и связанных карбоксильных групп в пленкообразователе оценивается числом омыления $X_{\text{ч.о}}$, объемом раствора гидроксида калия (мл), которое требуется для нейтрализации карбоксильных групп (свободных и связанных сложноэфирными связями) в 1 г смолы.

Сущность метода заключается в обработке пленкообразующего вещества спиртовым раствором гидроксида калия при нагревании. При этом содержащиеся в пленкообразующем кислоты образуют калийные соли; избыток раствора гидроксида калия отфильтровывается раствором соляной кислоты.

Материалы, реактивы, приборы

Алкидная смола 90

Гидроксид калия, хч, 0,5 %-ный спиртовой раствор

Этанол, ректификат

Бензол безводный, хч

Кислота соляная, хч, 0,5 н. раствор

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор

Весы аналитические (точн. взвешивания 0,0002 г)

Подготовка к анализу. Готовят бензольно-спиртовую смесь путем смешивания компонентов в соотношении 1 : 1.

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 250 мл с притертой пробкой помещают 1 г смолы 90 и добавляют 50 мл бензольно-спиртовой смеси. После растворения смолы в смеси в раствор добавляют из бюретки 25 мл точно 0,5 н. спиртового раствора КОН. Затем к колбе присоединяют обратный холодильник, а колбу помещают в водяную баню и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 1 ч. Горячий раствор титруют 0,5 н. раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Параллельно ставят контрольную пробу с 50 мл бензольно-спиртовой смеси и 25 мл 0,1 н. спиртового раствора КОН; горячий раствор также титруют 0,5 н. раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Расчет. Число омыления $X_{\text{ч.о}}$ (мг КОН/г) вычисляют по формуле

$$X_{\text{ч.о}} = [(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 28,05] / m,$$

где V_1 — объем 0,5 н. раствора HCl, израсходованного на титрование в контрольной пробе, мл; V_2 — объем 0,5 н. раствора HCl, израсходованного на титрование рабочего раствора со смолой 90, мл; K — поправочный коэффициент к титру для приведения концентрации раствора HCl к точно 0,5 н. раствору; m — масса навески смолы, г; 28,05 — масса КОН, соответствующая 1 мл точно 0,5 н. раствора HCl, мг.

В журнал записывают последовательность всех операций анализа, включая данные и расчет $X_{\text{ч.о}}$.

РАБОТА № 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАРБОКСИЛЬНЫХ ГРУПП В АКРИПОВОЙ СМОЛЕ АКС-04

Метод определения содержания карбоксильных групп в акриловых смолах основан на нейтрализации пленкообразующего вещества спиртовым раствором гидроксида калия объемным способом. Точка титрования устанавливается визуально в присутствии индикатора.

Материалы, реактивы, приборы

Акриловая смола АКС-04 — продукт сополимеризации метилметакрилата, бутилметакрилата и метакриловой кислоты; выпускается в виде 43 %-ного раствора в смеси растворителей: бутилцеллозольва, бутанола и ксилола, взятых в соотношении 3,5 : 1,5 : 1,0 (по массе).

Ацетон, хч

Бутилцеллозольв, хч

Бутанол, хч

Ксилол, хч

Этанол, ректификат

Гидроксид калия, хч, 0,1 %-ный спиртовой раствор

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Подготовка к анализу. Готовят смесь бутилцеллозольва, бутанола и ксилола в соотношении 3,5 : 1,5 : 1,0 (по массе).

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 250 мл с притертой пробкой помещают 1–2 г (в пересчете на сухое вещество) смолы АКС-04 и добавляют 30 мл ацетона. Полученный раствор смолы в ацетоне титруют 0,1 н. раствором КОН в присутствии 2–3 капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Параллельно проводят контрольный опыт: в коническую колбу вносят 30 мл ацетона и 10 мл смеси бутилцеллозольва, бутанола и ксилола и титруют 0,1 н. раствором КОН в присутствии 2–3 капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Расчет. Содержание карбоксильных групп в смоле АКС-04 А (%) рассчитывают по формуле

У-22275

$$A = \frac{(V_1 - V_2)K \cdot 0,0045 \cdot 100 \cdot 100}{mC},$$

где V_1 — объем 0,1 н. спиртового раствора КОН, израсходованного на титрование смолы, мл; V_2 — объем 0,1 н. спиртового раствора КОН, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл; K — титр 0,1 н. раствора КОН; m — масса навески смолы, г; $100/C$ — коэффициент пересчета на содержание нелетучих веществ в смоле.

В журнал записывают весь ход анализа, включая исходные данные и расчет содержания карбоксильных групп.

РАБОТА № 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОКСИЛЬНЫХ ГРУПП В АЛКИДНЫХ СМОЛАХ

Метод основан на этерификации гидроксильных групп смолы ангидридом уксусной кислоты в присутствии *n*-толуолсульфокислоты с последующим гидролизом избытка ангидрида уксусной кислоты и титрованием образующейся свободной уксусной кислоты раствором гидроксида калия.

Материалы, реактивы, приборы

Алкидная смола 90

Гидроксид калия, хч, 0,1 н. спиртовой раствор

Этилацетат, хч

Этанол, ректификат

n-Толуолсульфокислота, хч

Уксусный ангидрид, хч, обезвоженный

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор

Пиридин, хч, обезвоженный

Вода дистиллированная

Весы аналитические (точн. взв. 0,0002 г)

Подготовка к анализу. Вначале готовят нейтрализованную толуольно-бутанольную смесь (1 : 2) и нейтрализуют ее 0,1 н. спиртовым раствором гидроксида калия в присутствии раствора фенолфталеина. Последний готовят следующим образом. Навеску 10 г фенолфталеина растворяют в 15–16 мл этанола ректификата. Смесь пиридина в дистиллированной воде готовят, взяв компоненты в соотношении 3 : 1. Для пригото-

ния ацетилирующей смеси навеску 4 г *n*-толуолсульфокислоты растворяют в 100 мл этилацетата и 33 мл перегнанного уксусного ангидрида при постоянном перемешивании.

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 3–5 г смолы 90 и растворяют ее в 5 мл этилацетата. Если смола растворяется плохо, колбу ставят на водяную баню и растворение проводят при 40–50 °С. Затем раствор смолы охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 мл ацетилирующей смеси и присоединяют к колбе обратный холодильник. Колбу с раствором смолы вновь ставят на водяную баню и выдерживают при 50 °С в течение 20 мин; при этом колбу встряхивают каждые 5 мин. После этого колбу с раствором смолы охлаждают до комнатной температуры, снимают холодильник, а в колбу добавляют 2 мл воды и снова подсоединяют холодильник; содержимое в колбе перемешивают встряхиванием колбы. Через холодильник добавляют 10 мл смеси пиридин – вода, вновь перемешивают и оставляют в покое на 5 мин при комнатной температуре, а затем через холодильник добавляют 30 мл толуольно-бутанольной смеси, снимают холодильник, ополаскивают шлифы холодильника 30 мл той же смеси. Следующей операцией анализа является титрование содержимого в колбе 0,1 н. спиртовым раствором гидроксида калия в присутствии раствора фенолфталеина до появления светло-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Приготовление контрольной пробы и ее анализ производится аналогично и в тех же условиях, но без загрузки в колбу смолы.

Расчет. Гидроксильное число $X_{гч}$ (мг КОН/г) рассчитывается по формуле

$$X_{гч} = \frac{(V_1 - V_2)K \cdot 56,1}{m} + X_{кч},$$

где V_1 – объем раствора КОН, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл; V_2 – объем раствора КОН, израсходованного на титрование смолы 90, мл; K – поправочный коэффициент для приведения концентрации КОН к точно 0,1 н. раствору; m – масса навески смолы 90, г; 56,1 – молекулярная масса КОН, моль/мл; $X_{кч}$ – кислотное число смолы 90, мг КОН/г (см. работу № 1).

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений $X_{кч}$; допускается расхождение не более 2%.

В журнал записывают все операции анализа, включая расчет.

РАБОТА № 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДВОЙНЫХ СВЯЗЕЙ В ПОЛИЭФИРАХ

Метод заключается в бромировании двойных связей полиэфира в среде метанола с последующим иодометрическим определением непрореагировавшего брома [3, с. 186–189].

Содержание двойных связей в полиэфире оценивается по одному

му числу — массой иода (г), вступившего в реакцию с 100 г полиэфира.

Материалы, реактивы, приборы

Полиэфир

Метанол, хч

Бромид натрия, чда

Иодид калия, хч, 10 %-ный спиртовой раствор

Тиосульфат натрия, чда, 0,1 н. раствор

Реактив Кауфмана

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Подготовка к анализу. Высушивают бромид натрия при 130 °С в течение 10–15 мин и готовят 10 %-ный спиртовой раствор иодида калия. Затем приготавливают реактив Кауфмана следующим образом: к 100–110 г NaBr добавляют 1000 мл метанола. Полученную смесь периодически перемешивают и выдерживают 8–10 ч. Затем отделяют раствор от нерастворившейся образующейся соли и фильтруют раствор. После этого в раствор вводят пипеткой 4,4 мл 0,1 н. раствора брома в метаноле. Полученный раствор выливают в сосуд с притертой пробкой из темного стекла.

Ход определения. Навеску 0,3 г полиэфира помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 30 мл метанола и пипеткой 10 мл реактива Кауфмана. Колбу закрывают притертой пробкой и полученный раствор выдерживают при комнатной температуре в темном месте в течение 30 мин. После выдержки в раствор пипеткой приливают 10 мл раствора KI при перемешивании и титруют выделившийся иод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия.

Одновременно аналогично проводят контрольную пробу в тех же условиях, но без полиэфира.

Расчет. Иодное число $X_{\text{и.ч.}}$ (г $I_2/100$ г полиэфира) рассчитывают по формуле

$$X_{\text{и.ч.}} = [(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0,01269 \cdot 100] / m,$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл; V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование полиэфира, мл; K — поправочный коэффициент к титру 0,1 н. раствора тиосульфата натрия; m — масса навески полиэфира, г; 0,01269 — количество иода, соответствующее 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г.

За результат анализа принимается среднее арифметическое двух параллельных определений. Допустимое расхождение не должно превышать 0,01 г $I_2/100$ г.

РАБОТА № 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТА СМОЛЫ ПО ИОДОМЕТРИЧЕСКОЙ ШКАЛЕ

Метод определения цвета смол, лаков и олиф основан на сравнении цвета анализируемых растворов с цветом раствора иода в иодиде калия различных концентраций, поскольку цвет стандартных растворов иода зависит от его концентрации.

Материалы, реактивы, приборы

Алкидная смола 90, 50 %-ный раствор в ксилоле

Иод, чда

Иодид калия, хч, 0,5 н. раствор

Вода дистиллированная

Ампулы и пробирки из бесцветного стекла следующих размеров: высота — 100, наружный диаметр — 14, внутренний — 10 мм.

Подготовка к испытанию. Вначале готовят иодометрическую шкалу следующим образом. Берут навески иода (мг): 0,25; 0,50; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0; 20,0; 30,0; 40,0; 60,0; 80,0; 100; 130; 160; 200; 220; 280; 300; 400; 500; 700; 800; 1100; 1400; 1600; 1800; 2000; 2400 и растворяют каждую навеску в 100 мл 0,5 н. раствора KI. Приготовленные растворы помещают в ампулы, после чего их запаивают на газовой горелке. Затем готовят 50 %-ный раствор смолы 90 в ксилоле.

Ход определения. В чистую сухую пробирку вносят 5 мл раствора смолы 90 и устанавливают ее в штативе между двумя ампулами иодометрической шкалы, близкими по цвету к испытуемому раствору смолы 90. Затем визуально определяют цвет раствора смолы в проходящем свете на фоне молочного стекла, сравнивая его с раствором иодометрической шкалы, который по цвету наиболее близок к цвету анализируемой смолы.

Расчет. Цвет смолы оценивается количеством иода (мг), содержащегося в 100 мл раствора, находящегося в ампуле, цвет которого аналогичен цвету раствора смолы. Если цвет смолы не подходит ни к одному из цветов растворов иодометрической шкалы, его определяют по двум растворам шкалы, между которыми можно расположить пробирку с испытуемой смолой.

В том случае, когда цвет смолы определяется по двум растворам иодометрической шкалы, в журнале производится следующая запись: цвет не темнее (или не светлее) определенного количества мг $I_2/100$ г раствора.

РАБОТА № 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ

АЛКОКСИЛЬНЫХ ГРУПП

В АМИНОФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ СМОЛАХ

Метод основан на определении метоксильных групп в метоксилированных и бутоксильных групп — в бутанолизированных аминоформальдегидных смолах.

Материалы, реактивы, приборы

Смола ГМ-3, представляющая собой этерифицированное метанолом гексаметильное производное меламина

Смола К-423-02, представляющая собой раствор в бутаноле продукта конденсации меламина, формальдегида и бутанола [1, с. 215].

Иодид калия, хч

Ортофосфорная кислота, хч с плотностью 1,7 г/см³

Муравьиная кислота, чда, 2 %-ный раствор

Серная кислота, 10 %-ный раствор
Уксусная кислота, хч, 98 %-ный раствор
Фенол, хч
Ацетат натрия трехводный, хч, 20 %-ный раствор
Тиосульфат натрия, чда, 0,02 н. водный раствор
Аскарит (гидроксид натрия, нанесенный на асбест), ч
Ацетат свинца, хч, 0,5 %-ный раствор
Крахмал, 0,5 н. раствор
Метанол, хч
Этанол, ректификат
Метиловый красный, 2 %-ный раствор в 60 %-ном этаноле
Вода дистиллированная
Весы аналитические (точн. взв. 0,0002 г)
Прибор для определения метоксильных групп (рис. 1.4)
Прибор для определения бутоксильных групп (рис. 1.5)

Вариант 1. Определение содержания метилольных групп в смоле ГМ-3

Подготовка к анализу. Вначале готовят индикатор: к 20 мл 25 %-ного раствора метилового красного добавляют 60 %-ный раствор этанола. Затем 20 г ацетата натрия растворяют в 200 мл 98 %-ной уксусной кислоты и добавляют 1 мл брома, не содержащего иода (поглотительный раствор). Газометр наполняют азотом. Банки заполняют 0,5 н. раствором ацетата свинца, аскаритом и прокаленным хлоридом кальция.

Ход определения. Навеску 4–6 г смолы ГМ-3 помещают в реакционную колбу 1 (см. рис. 1.4) и добавляют 0,1 г фенола. Содержимое в колбе осторожно нагревают до полного растворения смолы. Затем раствор смолы охлаждают до комнатной температуры и добавляют в него 1,2 г иодида калия и 2 мл ортофосфорной кислоты. Смочив шлиф термо-реакционной колбы фосфорной кислотой, присоединяют к колбе соединительную трубку. Другой конец трубки, слегка смоченный водой, присоединяют к поглотительному аппарату с аскаритом 4, который соединяют с газоотводной трубкой приемника 5, куда вносят 6 мл поглотительного раствора. Подача азота через трубку 2 регулируется таким образом, чтобы она не превышала 25 мл/мин. Затем включают обогреватель. Колбу с содержимым нагревают при 195–200 °С в течение 1 ч. После этого нагревание прекращают и охлаждают систему 30 мин, пропуская азот со скоростью 15 мл/мин. Затем содержимое приемника сливают в коническую колбу 6, в которую предварительно вносят 10 мл 20 %-ного раствора ацетата натрия и ополаскивают приемник водой, сливая воду в ту же колбу.

Для удаления избытка свободного брома приливают 1,8 мл 2 %-ного раствора муравьиной кислоты и содержимое колбы встряхивают до исчезновения желтой окраски брома. К полученному бесцветному раствору прибавляют несколько капель индикатора — метилового красного до появления розовой окраски. При исчезновении окраски добавляют несколько капель муравьиной кислоты. К свободному от брома раст-

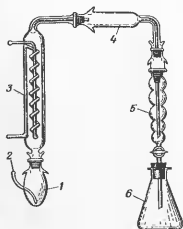


Рис. 1.4. Аппарат для определения метоксильных групп:

1 — реакционная колба; 2 — трубка для подвода азота; 3 — холодильник; 4 — трубка с аскаритом; 5 — приемник; 6 — колба для титрования

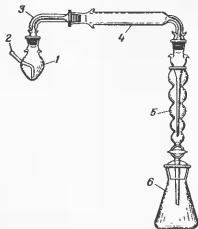


Рис. 1.5. Аппарат для определения бутоксильных групп:

1 — реакционная колба; 2 — трубка для подвода азота; 3 — соединительная трубка; 4 — трубка с аскаритом; 5 — обратный холодильник; 6 — колба для титрования

вору прибавляют 5 мл 10 %-ной серной кислоты и 0,1 г иодида калия, взбалтывают, добавляют 0,02 н. раствором тиосульфата натрия, а в конце титрования — 1 мл раствора крахмала.

Одновременно в аналогичных условиях ставят контрольную пробу без смолы ГМ-3.

Расчет. Содержание метоксильных групп A (%) рассчитывают по формуле

$$A = [(V_1 - V_2)K \cdot 0,1034 \cdot 100] / m,$$

где V_1 и V_2 — количество 0,02 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованного соответственно на титрование смолы ГМ-3 и контрольной пробы, мл; K — поправка к титру 0,02 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; m — масса навески смолы, г; 0,1034 — число метоксильных групп, соответствующее 1 мл 0,02 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Вариант 2. Определение содержания бутоксильных групп в меламиноформальдегидной смоле К-423-02

Подготовка к анализу. Растворы муравьиной кислоты, тиосульфата натрия, серной кислоты, крахмала, метилового красного и подготовительного раствора готовят так же, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Навеску 4–5 мг смолы К-423-02 помещают в реакционную колбу 1 (см. рис. 1.5), куда затем добавляют 0,1 г фенола.

Смесь нагревают до полного растворения смолы, после чего ее охлаждают до комнатной температуры и в колбу добавляют 1,2 г иодида калия и 2 мл ортофосфорной кислоты. Смочив шлиф фосфорной кислотой, к колбе присоединяют водяной обратный холодильник 3, к другому концу которого присоединяют трубку с аскартитом, а к ней приемник 5 с 6 мл поглотительного раствора. Равномерно пропускают азот через очистительную систему, состоящую из трех склянок, наполненных (по направлению тока азота) 0,5 %-ным раствором ацетата свинца, аскартитом и хлоридом кальция. Затем к реакционной колбе присоединяют трубку для подачи азота со скоростью около 1,5 мл/мин. Отгонку ведут в течение 2 ч при 190–200 °С, помещая реакционную колбу на масляную баню. После этого смесь охлаждают в течение 30 мин, пропуская через азот. Содержимое приемника сливают в коническую колбу 6, промывают приемник дистиллированной водой, сливая ее в колбу. Для удаления избытка брома приливают в колбу 2 %-ную муравьиную кислоту и встряхивают содержимое колбы до исчезновения желтой окраски брома. К бесцветному раствору добавляют 4–5 капель индикатора — метилового красного; раствор приобретает розовую окраску, не исчезающую во времени. Затем к раствору прибавляют 5 мл 10 %-ного раствора серной кислоты и 0,1 г иодида калия; раствор взбалтывают путем встряхивания колбы и ставят в темноту на 10 мин. Выделившийся иод титруют 0,02 н. раствором тиосульфата натрия, прибавляя в конце титрования 1 мл раствора крахмала.

Одновременно в аналогичных условиях ставят контрольную пробу без добавления в реакционную колбу смолы К-423-02.

Расчет. Содержание бутоксильных групп *Б* (%) рассчитывают по формуле

$$B = [(V_1 - V_2)K : 0,2437 \cdot 100] / m,$$

где V_1 и V_2 — количество 0,02 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованного соответственно на титрование смолы и контрольной пробы, мл; K — поправочный коэффициент для приведения тиосульфата натрия к точно 0,02 н. раствору; m — масса навески смолы, г; 0,2437 — число бутоксильных групп, соответствующее 1 мл 0,02 н. раствору тиосульфата натрия.

РАБОТА № 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА В МЕЛАМИНОФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЕ К-423-02 АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод основан на присоединении формальдегида к нейтрализованному сульфиту натрия; реакция протекает с выделением эквивалентного количества свободного гидроксида натрия:



Количество выделившегося NaOH определяется титрованием кислотой.

Реактивы, приборы

Кислота серная, хч, 1 н. раствор

Бутанол, хч

Этанол, ректификат

Диоксид натрия, хч

Сульфит натрия, хч

Фенолфталеин, 25 %-ный спиртовой раствор

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Подготовка к анализу. Готовят 0,1 н. и 1,0 н. растворы фенолфталеина в 90 %-ном этаноле. Раствор сульфита натрия (25 %-ный), который используется тотчас после приготовления, предварительно нейтрализуют по фенолфталеину 1 н. раствором серной кислоты до появления слабо-розовой окраски.

Ход определения. Навеску 2—4 г смолы К-423-02 помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 20 мл бутанола, прибавив 2—4 капли фенолфталеина, и титруют 0,1 н. раствора диоксида натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Затем из бюретки в колбу вводят 25 мл 25 %-ного нейтрализованного раствора сульфита натрия. Прибавив 2—4 капли фенолфталеина, оттитровывают содержимое колбы 1 н. раствором серной кислоты; окончание титрования устанавливают по отсутствию окраски в месте падения капли фенолфталеина, прибавленного к уже обесцвеченному оттитрованному раствору.

Расчет. Содержание свободного формальдегида в смоле $X_{сф}$ (%) вычисляют по формуле

$$X_{сф} = (VK \cdot 0,003 \cdot 100)/m,$$

где V — объем точно 1 н. раствора серной кислоты, израсходованного на титрование смолы, мл; K — поправочный коэффициент к титру 1 н. раствора серной кислоты; m — масса навески смолы, г; 0,003 — количество формальдегида, соответствующее точно 1 н. раствору серной кислоты.

За результат анализа принимается среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %.

РАБОТА № 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛОЛЬНЫХ ГРУПП В КРЕЗОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЕ К-212-01

Метод основан на взаимодействии метилольных групп с м-крезолом в присутствии п-толуолсульфокислоты с выделением на каждую метилольную группу 1 моля воды, которую определяют титрованием реактивом Фишера.

Материалы, реактивы, приборы

Крезолоформальдегидная смола К-212-01 — раствор в этаноле продукта конденсации трикрезола и формальдегида в присутствии аммиака [1, с. 209]

Бензол, хч, перегнанный

Солянокислый гидраксиламин, хч, 0,5 н. раствор в метаноле

Метанол безводный, хч

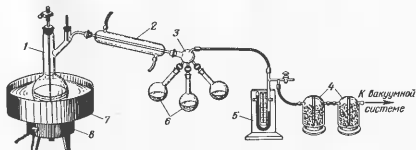


Рис. 1.6. Установка для перегонки:

1 — колба Кляйзена; 2 — холодильник; 3 — "тапук"; 4 — очистительная система; 5 — ртутный вакуумметр; 6 — приемник; 7 — баня; 8 — электроплитка (нагреватель)

Диоксид натрия, чда
Сульфат натрия безводный, чда
Гидроксиламин гидрохлорид, хч, 0,5 н. раствор в метаноле
Пиридин безводный, хч, 0,1 н. раствор
Иод, хч, кристаллический
Иодид калия, хч, 0,1 н. раствор
Хлорид кальция гранулированный, хч или чда
Оксид кальция, хч
Серная кислота, хч, с плотностью 1,84 г/см³
Уксусная кислота, хч
n-Толуолсульфокислота, хч
Этилацетат безводный, хч
Крахмал, 1 %-ный раствор
m-Крезол, жидкий, хч
Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)
Установка для перегонки (рис. 1.6)

Подготовка к анализу. Реактив *m*-крезола готовят следующим образом. Смесь 500 г *m*-крезола, 15 г *n*-толуолсульфокислоты и 100 мл бензола обезвоживают азеотропной дистилляцией, а затем отгоняют оставшийся бензол. Полученный реактив *m*-крезола хранят в стеклянной банке с притертой пробкой. Метанол сушат над прокаленным CuSO_4 и перегоняют при 64–65 °С; пиридин — над прокаленным CuO и перегоняют при 114–115 °С; этилацетат — над прокаленным Na_2CO_3 , а затем над прокаленным CaCl_2 и перегоняют.

Приготовление раствора Фишера: навеску 21 г кристаллического иода растворяют в 167 г обезвоженного метанола и после растворения добавляют 67 г обезвоженного пиридина. Полученный раствор при охлаждении насыщают диоксидом серы и выдерживают 48 ч. Затем определяют титр реактива по дистиллированной воде. Для этого 0,03 г воды смешивают с 2 мл пиридина и титруют раствор реактивом Фишера из микробюретки. Титр иода T (мг/мл) рассчитывают по формуле $T = m/V$, где m — масса навески воды, г, V — объем реактива Фишера, израсходованного на титрование, мл.

Определение влажности смолы. В колбу с притертой пробкой вместимостью 100 мл помещают 0,2–0,3 г смолы и добавляют 2 мл пиридина, затем раствор смолы титруют реактивом Фишера до появления характерного окрашивания. Объем раствора Фишера, израсходованного на титрование, V_1 входит в формулу при расчете метилольных групп смолы.

Определение в смоле свободного формальдегида. Навеску 1 г смолы растворяют в 2 мл пиридина и прибавляют 10 мл 0,5 н. раствора солянокислого гидроксилamina в метаноле. Полученный раствор выдерживается 30 мин, затем в него добавляют 10 мл высушенного этилацетата и титруют реактивом Фишера. Одновременно ставят контрольную пробу без внесения смолы.

Содержание свободного формальдегида $X_{сф}$ (%) рассчитывают по формуле

$$X_{сф} = \frac{[(V_1 - V_2) \cdot Vm_2/m_1]T \cdot 1,6660}{m_2} \cdot 100,$$

где V_1 и V_2 – объем реактива Фишера, израсходованного на титрование соответственно смолы и контрольной пробы, мл; V – объем реактива Фишера, израсходованного на титрование при определении влажности смолы, мл, T – титр реактива Фишера; m_1 – масса навески смолы при определении ее влажности, г; m_2 – масса навески смолы, г; 1,6660 – масса формальдегида, соответствующая 1 мл реактива Фишера.

Ход определения. Навеску 0,2–0,3 г смолы К-212-01 помещают в колбу с притертой пробкой вместимостью 100 мл и пипеткой добавляют в колбу 10 мл м-крезола. Затем колбу плотно закрывают пришлифованной пробкой, помещают на водяную баню и выдерживают раствор при 90 °С в течение 1 ч. После этого раствор охлаждают до комнатной температуры и вводят в него 2 мл пиридина; при этом запотевшие стенки колбы должны быть обмыты. При добавлении пиридина происходит разогревание раствора, поэтому его охлаждают до комнатной температуры и только затем оттитровывают из микробюретки раствором Фишера до появления характерного окрашивания. Одновременно в аналогичных условиях ставят контрольный опыт без добавления смолы.

Расчет. Содержание метилольных групп в смоле $X_{мг}$ (%) с учетом содержания в смоле влаги и свободного формальдегида определяется по формуле

$$X_{мг} = \frac{[(V_1 - V_2) - Vm/m_1 X_{сф}]T \cdot 0,1723 \cdot 100}{m} + 1,003 X_{сф}$$

где V_1 и V_2 – объем реактива Фишера, израсходованного на титрование соответственно смолы и контрольной пробы; V – количество реактива Фишера, израсходованного на титрование смолы при определении ее влажности; m – масса навески смолы при определении метилольных групп, г; m_1 – масса навески смолы при определении ее влажности, г; T – титр реактива Фишера, мг/мл; $X_{сф}$ – содержание свободного формальдегида; 0,1723 – количество метилольных групп, соответствующее на 1 мл реактива Фишера, г; 1,003 – разность молекулярных масс метилольной группы и формальдегида.

В журнал записываются все операции предварительных анализов, а также весь ход анализа определения в смоле К-212-01 метилольных групп, включая расчет $X_{\text{мл}}$.

РАБОТА № 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО ФЕНОЛА В ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЕ 101Л

Метод основан на способности фенола присоединять бром с образованием трибромфенола. Методика заключается в отгонке фенола с водяным паром из спиртового раствора смолы. Фенол определяется в дистилляте иодометрическим методом после бромирования.

Материалы, реактивы, приборы

Фенолоформальдегидная смола 101Л – продукт конденсации *n*-третичного бутилфенола и формальдегида в щелочной среде [1, с. 248–250]

Бутанол, хч

Этанол, ректификат

Соляная кислота, хч, с плотностью 1,19 г/см³

Нитрит натрия, хч

Тиосульфит натрия, чда, 0,1 н. раствор

Бромная вода

Бромид калия, хч

Гипобромид калия, хч

Крахмал, 1 %-ный раствор

Иодид калия, хч, 10 %-ный раствор

Тиосульфат натрия, чда, 0,1 н. раствор

Дистиллированная вода

Весы аналитические (точн. взв. 0,0002 г)

Установка для перегонки (см. рис. 1.6)

Подготовка к испытанию. Приготовление бромидброматного раствора: навески 9,9 г бромида калия и 2,78 г гипобромида калия помещают в мерную колбу вместимостью 1500 мл и растворяют в 1000 мл дистиллированной воды. К 50 мл бромидброматной смеси приливают 5 мл концентрированной соляной кислоты и добавляют 15 мл иодида калия. Затем готовят 10 %-ный раствор иодида калия и 0,1 н. раствор тиосульфата натрия.

Ход определения. Навеску 5–6 г смолы 101Л помещают в колбу вместимостью 1000 мл и приливают 20 мл бутанола и 100–150 мл дистиллированной воды. Затем полученную эмульсию перегоняют с водяным паром, собирая дистиллят в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Отгонку ведут до замутнения пробы дистиллята с бромной водой. После этого в колбу до метки доливают дистиллированную воду и смесь тщательно перемешивают. В колбу вместимостью 250 мл с притертой пробкой вносят пипеткой 100 мл отгона, 50 мл 0,1 н. раствора бромидброматного раствора и 6 мл соляной кислоты. Полученную смесь выдерживают 30 мин в темном месте при комнатной температуре. Затем добавляют 20 мл 10 %-ного раствора иодида калия и снова выдерживают в тех же условиях 15 мин. После этого смесь титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. В конце титрования добавляют индикатор – крахмал. Конец титрования определяют по обесцвечиванию раствора.

Одновременно в аналогичных условиях ставят контрольную пробу без смолы: в мерную колбу вместимостью 1000 мл наливают 20 мл бутанола и доводят до метки дистиллированной водой.

Расчет. Содержание фенола $X_{\text{ф}}$ (%) определяют по следующей формуле:

$$X_{\text{ф}} = \frac{(V_1 - V_2)K \cdot 0,001567 \cdot 1000}{10 \text{ мС}},$$

где V_1 и V_2 — объем 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованного соответственно на титрование контрольной пробы и пробы дистиллята, мл; K — поправочный коэффициент к титру 0,1 н. раствора тиосульфата натрия; C — содержание нелетучих веществ в смоле, %; 0,001567 — количество фенола, соответствующее 1 мл. 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г.

Погрешность определения не должна превышать 2 %.

РАБОТА № 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ РАЗМЯГЧЕНИЯ ТВЕРДЫХ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ СМОЛ

Сущность метода заключается в нагревании смолы, находящейся под давлением стального шарика (метод "кольца и шара") или ртути (метод Кремера — Сарнова). За температуру размягчения принимается температура, при которой шарик или ртуть проходят через слой твердой смолы [3, с. 143—145].

Вариант 1. Определение температуры размягчения смолы 101 методом "кольца и шара"

Метод определения заключается в том, что смола толщиной 6,3 мм, помещенная в специальном кольце, нагревается и отмечается температура, при которой стальной шарик, находящийся на поверхности смолы, проходит через ее слой. Испытание проводится на установке (рис. 1.7), состоящей из двух стаканов — внутреннего и внешнего. Во внутренний стакан помещается латунный штатив, привинченный к круглой латунной крышке. На штативе жестко закреплены две параллельные пластины. Верхняя пластина имеет три отверстия: в среднее вставляется термометр 4, а в боковые — кольца 2, заполненные смолой. Внешний стакан служит термостатом; в качестве теплоносителя используют глицерин.

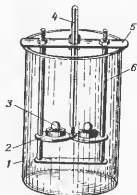
Подготовка к испытанию сводится к приготовлению образцов. На медию амальгированную пластинку помещают нагретые до 50 °С кольца с внутренним диаметром 15,875, высотой 6,35 и толщиной 2,25 мм. Кольца заполняются расплавленной смолой; после застывания смолы в кольце избыток ее снимают с медной пластинки срезанием нагретым ножом до уровня краев кольца. Затем кольцо со смолой снимают с пластинки, и образец готов к испытанию.

Ход определения. Подготовленные к испытанию образцы вставляют в крайние отверстия верхней пластины штатива (см. рис. 1.7). В центр

Рис. 1.7. Прибор для определения температуры размягчения по методу "кольца и шара".

1 — стакан; 2 — латунное кольцо; 3 — стальные шарики; 4 — термометр; 5 — крышка; 6 — штатив

кольца на поверхность смолы кладут стальной шарик диаметром 9,53 мм и массой 3,45 – 3,55 г, вдавливая его в смолу. После этого штатив помещают во внутренний стакан, закрепляя на верхней наружной крышке. Внутренний стакан вставляют в наружный стакан, заполняют глицерином на высоту 50 мм. Собранный таким образом установку ставят на закрытую электрическую плитку и нагревают, постепенно повышая температуру (на 5 °С/мин). Отмечают температуру смолы, при которой шарик, проникая из кольца в слой смолы, коснется поверхности нижней пластинки штатива. Эту температуру и принимают за температуру размягчения смолы. Одновременно проводят не менее трех определений, принимая за результат среднее арифметическое значение. Расхождение между определениями не должно превышать 1 %.



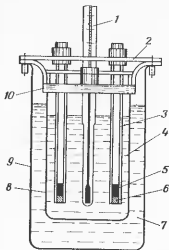
Вариант 2. Определение температуры размягчения смолы 101 методом Кремера — Сарнова

Метод заключается в том, что слой смолы толщиной 5,0 мм, находящийся под давлением ртути, нагревают и отмечают температуру, при которой ртуть проходит через слой смолы. Испытания проводят на установке, представленной на рис. 1.8. Установка состоит из двух стаканов — внутреннего и наружного соответственно диаметром 60 и 80 мм и высотой 100 и 150 мм. На крышке внутреннего стакана предусмотрено пять отверстий: для термометра и четырех стеклянных трубок. Внутренний стакан крепится к наружному при помощи металлического держателя.

Подготовка к испытанию сводится

Рис. 1.8. Прибор для определения температуры размягчения смолы по методу Кремера — Сарнова:

1 — термометр; 2 — верхняя крышка; 3 — стеклянные трубки; 4 — вода; 5 — ртуть; 6 — полимер; 7 — глицерин; 8 — внутренний стакан; 9 — наружный стакан; 10 — стальной пояс



к приготовлению образцов. Отшлифованная с обеих сторон стеклянная трубка с внутренним диаметром 6 и высотой 5 мм устанавливается на стеклянную пластинку, смоченную водой. В пробирку помещают расплавленную смолу или порошок смолы таким образом, чтобы сверху образовался небольшой выступ, который после охлаждения смолы срезают горячим ножом. Затем заполненную смолой трубку соединяют встык при помощи резинового шланга со стеклянной трубкой такого же диаметра, но высотой 100 мм, в которую наливают 5 г ртути.

Ход определения. Подготовленные трубки со смолой вставляют в прибор таким образом, чтобы смола и термометр находилась на одном уровне. Во внешний стакан прибора наливают лицерин. Прибор устанавливают на закрытую электрическую плитку и нагревают, повышая температуру на $1-2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ до тех пор, пока ртуть под действием собственной массы не опустится на дно стакана, пройдя через слой смолы. За температуру размягчения принимают температуру, при которой капля ртути упадет на дно стакана. Одновременно проводят не менее двух опытов; расхождения между параллельными определениями должны составлять не более 1 %.

РАБОТА № 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ ФЕНОПОФОРМАПДЕГИДНОЙ СМОЛЫ 101 МЕТОДОМ "КАПИЛЛЯРА"

Метод основан на нагревании смолы, помещенной в капилляр, до полного ее расплавления. Температура плавления фиксируется по образованию в капилляре верхнего мениска расплавленной смолы.

Подготовка к испытанию сводится к приготовлению образцов: капилляр диаметром 1–1,5 мм, запаянный с одной стороны, плотно заполняют хорошо измельченной смолой на 5–6 мм по высоте капилляра.

Ход определения. Капилляр со смолой с помощью резинового кольца прикрепляется к термометру таким образом, чтобы запаянный его конец совпадал с шариком термометра (рис. 1.9). Капилляр со смолой и термометр погружают в термостойкую колбу, заполненную глицерином. Затем колбу ставят на закрытую электрическую плитку и нагревают, повышая температуру со скоростью $1^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. Фиксируется температура момента образования мениска (полное расплавление смолы), которая и принимается за температуру плавления смолы.

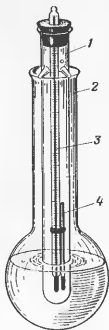


Рис. 1.9. Прибор для определения температуры плавления смолы:

1 – пробирка со смолой; 2 – круглодонная колба; 3 – термометр; 4 – капилляр

РАБОТА № 13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭПОКСИДНЫХ ГРУПП В ЭПОКСИДНЫХ СМОЛАХ

Метод основан на способности эпоксидного кольца эпоксидных смол количественно присоединять хлористый водород и заключается в нейтрализации смолы хлорной кислотой объемным способом с последующим потенциометрическим титрованием. Окончательная точка титрования устанавливается по резкому скачку потенциала в точке эквивалентности (см. кривую потенциометрического титрования, представленную на рис. 1.3).

Материалы, реактивы, приборы

Эпоксидная смола Э-20, представляющая собой продукт конденсации дифенилпропана с эпихлоргидрином в щелочной среде [1, с. 228–231]

Уксусная кислота, ледяная, хч

Хлорная кислота, хч, 0,1 н. раствор в уксусной кислоте

Уксусный ангидрид, хч

Карбонат натрия безводный, хч

Гидрофталат калия, хч

Метилэтилкетон, хч

Тетраэтиламмонийный бромид, хч

Фиолетовый кристаллический (индикатор), 0,1 %-ный раствор в ледяной уксусной кислоте

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Магнитная мешалка

Потенциометр типа рН-30

Подготовка к испытанию. Готовят 1 %-ный раствор кристаллического фиолетового в ледяной уксусной кислоте. Приготовление 0,1 н. раствора хлорной кислоты проводится следующим образом: 12 мл 57 %-ной хлорной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают около 500 мл перегнанной уксусной кислоты и 60 мл перегнанного уксусного ангидрида. Содержимое колбы перемешивают и доводят до метки ледяной уксусной кислотой. Титр приготовленного таким образом раствора устанавливают по карбонату натрия, предварительно высушенному до постоянной массы при 150 °С. Титрование проводят в 10 мл уксусной кислоты в присутствии индикатора — кристаллического фиолетового — до резкого изменения потенциала в точке эквивалентности. Поправочный коэффициент к титру 0,1 н. раствора хлорной кислоты вычисляется по формуле

$$K = m/(V_3 \cdot 0,0053),$$

где m — масса навески карбоната натрия, г; V_3 — объем раствора хлорной кислоты, израсходованного на титрование, мл; 0,0053 — количество карбоната натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора хлорной кислоты, г.

Приготовление раствора тетраэтиламмония бромида в уксусной кислоте: навеску 20 г тетраэтиламмоний-бромида растворяют в 380 мл ледяной уксусной кислоты.

Ход определения. В колбу вместимостью 50 мл помещают 0,5–1,0 смолы Э-20, затем добавляют 10–15 мл метилэтилкетона и 10 мл раст-

вора тетраэтиламмонийбромидом и титруют потенциометрическим способом 0,1 н. раствором хлорной кислоты до резкого скачка потенциала в точке эквивалентности.

Расчет. Содержание эпоксидных групп в смоле $X_{э,г}$ (%) рассчитывают по формуле

$$X_{э,г} = (V_3 K \cdot 0,0043 \cdot 100) / mC,$$

где V_3 — объем хлорной кислоты, израсходованной на титрование, мл; K — поправочный коэффициент к титру 0,1 н. раствора хлорной кислоты; m — масса навески смолы, г; C — содержание нелетучих веществ в смоле, %; 0,0043 — количество эпоксидных групп, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора хлорной кислоты, г.

За результат принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

В журнал записывают весь ход анализа, включая расчеты и построение графика зависимости изменения потенциала после добавления порции титранта (см. вариант 2 работы № 1).

РАБОТА № 14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ МЕТОДОМ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОВЫХ ЭФФЕКТОВ КОНДЕНСАЦИИ (ИТЭК)

Сущность метода ИТЭК состоит в установлении насыщающего давления паров растворителя в измерительной ячейке и нанесении на один из двух термодатчиков (термисторов или термопар) капли раствора исследуемого вещества, а на другой — капли растворителя. Вследствие более низкой упругости пара растворителя над раствором вещества он конденсируется. Фиксируемая при этом разность температур ΔT , возникающая за счет тепла конденсации, используется для расчета молекулярной массы исследуемого вещества.

Материал, реактивы, приборы

Эпоксидная смола Э-0,5

Метилэтилкетон, хч

Полиэтиленгликоль, хч

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Прибор ИТЭК, схема измерительной ячейки которого приведена на рис. 1.10, а электрическая схема — на рис. 1.11 [4, с. 55].

Измерительная ячейка прибора ИТЭК представляет собой стеклянный стакан 1 диаметром 40 и высотой 150 мм с притрифованной крышкой 4. По высоте стакана расположены карнизы 2 для обеспечения постоянства упругости паров во всем объеме ячейки. Крышка имеет два тонкостенных кармана 3 для термисторов, плотно к ним прилегающих. На нижнюю часть каждого кармана навита стеклянная спираль 6 для обеспечения равномерности смачивания зоны термисторов раствором смолы. В крышке ячейки имеются два отверстия для пипеток 5, при помощи которых в зону термисторов наносится раствор смолы и растворитель. На дне ячейки устанавливается стакан 7, который служит для сбора исследуемого раствора и предотвращения загрязнения растворителя исследуемым веществом. Ячейка помещается в термостатированный сосуд.

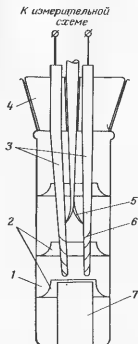


Рис. 1.10. Схема измерительной ячейки прибора ИТЭК:

1 – стеклянный стакан; 2 – карнизы; 3 – карманы для термисторов; 4 – крышка; 5 – пинетка; 6 – стеклянная спираль; 7 – стакан

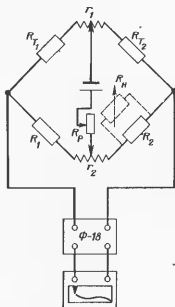


Рис. 1.11. Электрическая схема прибора ИТЭК:

R_{T1} , R_{T2} – термисторы; R_1 , R_2 – постоянные сопротивления; r_1 – проволоочный потенциометр тонкой регулировки; r_2 – проволоочный потенциометр грубой настройки; R_H – магазин сопротивлений; R_P – реостат питания; Ф-116 – фотоэлектрический микровольтамперметр

Подготовка к анализу. В пробирку помещают 0,12 г смолы Э-05, закрывают пробкой и вновь взвешивают. Затем в пробирку добавляют 0,8 г растворителя – метилэтилкетона, закрывают пробирку пробкой и взвешивают. При этом рассчитывают концентрацию раствора смолы в растворителе, которая должна составлять от 1 до 3,5 %, поскольку при концентрации менее 1 % возникает слабый сигнал, а при концентрации более 3,5 % происходит зашкаливание шкалы потенциометра.

Перед началом работы в карнизы измерительной ячейки прибора заливают метилэтилкетон. После достижения рабочей температуры 30 °С и установления равновесного давления паров насыщения прибор может быть использован для испытания.

Ход определения. Пробирку со смолой и растворителем помещают в термостат прибора и выдерживают при 30 °С в течение 5 мин. Затем

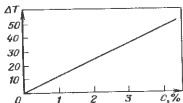


Рис. 1.12. Кривая зависимости $\Delta T - C$ для полиэтиленгликоля в метилэтилкетоне; ΔT — разность температур, регистрируемая сигналом потенциометра

пипеткой, предназначенной для раствора, отбирают из пробирки раствор смолы и помещают в термостат. На правый термистор пипеткой, предназначенной для растворителя, наносят три капли метилэтилкетона и после установления равновесия на потенциометре уравнивают нулевую линию. На левый термистор первой пипеткой наносят 3 капли раствора смолы и фиксируют на потенциометре сигнал, определяя ΔT . После этого набирают второй пипеткой метилэтилкетон, обмывают левый термистор, проверяют нулевую линию на потенциометре и повторяют опыт 2–3 раза до получения одинаковых показателей ΔT .

Расчет. Молекулярная масса эпоксидной смолы Э-05 — $M_{\text{см}}$ рассчитывается по следующей формуле:

$$M_{\text{см}} = CM_p K / \Delta T,$$

где C — масса навески смолы на 100 г раствора; M_p — молекулярная масса растворителя (для метилэтилкетона — 72,104), K — константа прибора; ΔT — разность температур между каплей раствора смолы и растворителя, определяемая экспериментально путем регистрации сигнала потенциометра.

Константа прибора K определяется до определения $M_{\text{см}}$ аналогичным способом; в качестве контролируемого вещества используется полиэтиленгликоль с молекулярной массой, равной 1500, близкой по величине молекулярной массе смолы Э-05. Для этого проводится серия измерений растворов различной концентрации полиэтиленгликоля в метилэтилкетоне (от 0,5 до 5 % по массе) и строится график зависимости $\Delta T - C$.

Константа прибора K рассчитывается по формуле

$$K = M_{\text{п}} \Delta T / CM_p,$$

где $M_{\text{п}}$ — молекулярная масса полиэтиленгликоля; ΔT — разность температур между каплей раствора полиэтиленгликоля в метилэтилкетоне и растворителя, фиксируемая по сигналу потенциометра; C — масса навески полиэтиленгликоля на 100 г раствора, г.

В журнал записывают последовательность проведения испытания и расчет, включая построение графика зависимости ΔT от C при определении константы K . В качестве примера на рис. 1.12 приведен график зависимости $\Delta T - C$ для полиэтиленгликоля в метилэтилкетоне.

РАБОТА № 15. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТА ПИГМЕНТОВ С ПОМОЩЬЮ КОМПАРАТОРА ЦВЕТА ФКЦШ-М

Принцип метода определения цвета пигментов на приборе ФКЦШ-М заключается в измерении цвета пигмента по отношению к эталонному (контрольному) образцу цвета, для которого известны точные значения координат цвета в соответствии с международной системой МКО. Эталонный образец цвета выбирается по картотеке цветов (ТУ 6-10-1449-79). На оборотной стороне карточки контрольного образца приведены координаты цвета X, Y, Z и координаты цветности x, y, z , определенные на приборе "Радуга 2" при источнике света С с учетом соответствующего коэффициента отражения [5, с. 95-107].

Материалы, приборы

Пигмент — красный кадмий

Компаратор цвета с металлической кюветой, прилагаемой к прибору (рис. 1.13).

Пресс-форма (рис. 1.14).

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Подготовка к испытанию. Приготовление образцов.

Навеску 3 г пигмента засыпают в металлическую кювету, которую помещают в пресс-форму (см. рис. 1.14) и прессуют под давлением 14,7 МПа. Отпрессованную таблетку пигмента вынимают из формы и помещают в прибор.

Подготовка прибора. На рис. 1.13 приведен общий вид прибора, а на рис. 1.15 — оптическая схема прибора ФКЦШ-М. В основу принципа работы прибора ФКЦШ-М положен нулевой метод компенсации световых потоков; приняты кривые сложения цветов (рис. 1.16) без двух максимумов для координаты единичного цвета X_n аналогично тому, как принято для кривых сложения цветов в системе МКО (рис. 1.17). Координаты цвета Y и Z равны соответствующим координатам цвета Y' и Z' в системе МКО, а третья координата X_n связана с координатами цвета в системе МКО следующим уравнением:

$$X_n = 0,833 X + 0,333 Y - 0,167 Z.$$

Оптическая схема прибора (см. рис. 1.15) двухлучевая. На пути светового пучка от источника света (лампы 1) до разделения его на две части устанавливается один из шести фильтров 2, на поворотном диске 3, корректирующих спектральную чувствительность фотозlementов к кривым сложения цветов X_n, Y, Z . Из шести фильтров три (№ 1-3) — красный, зеленый, синий — соответствуют источнику света В, а другие три фильтра (№ 4-6) — красный, зеленый, синий — соответствуют источнику света С. Источники света расположены в фокусе линзы 5. Один световой поток с помощью зеркала 4 направляется в правую ветвь оптической схемы, проходя через измерительную диафрагму 7. Линза 8 с помощью

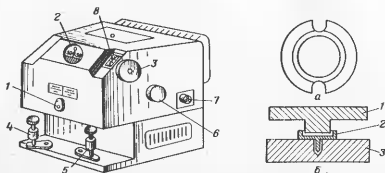


Рис. 1.13. Общий вид фотоэлектрического компаратора цвета ФКЦШ-М:

1 — переключатель шторки; 2 — шкала микроамперметра; 3 — ручка измерительной диафрагмы; 4, 5 — столики для непрозрачных образцов; 6 — ручка для регулирования установки прозрачных образцов; 7 — розетка для подключения стабилизатора; 8 — шкала

Рис. 1.14. Пресс-форма:

а — оправка для образца пигмента; б — форма для подготовки образца к испытанию, 1 — пуансон, 2 — ювета; 3 — плита

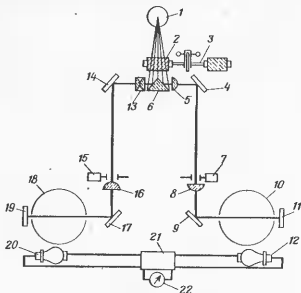


Рис. 1.15. Оптическая схема прибора ФКЦШ-М:

1 — источник света (лампа); 2 — светофильтр; 3 — поворотный диск; 4, 9, 14, 17 — зеркала; 5, 8, 13, 16 — линзы; 6 — призма; 7 — измерительная диафрагма; 10, 18 — фотометрические (интегрирующие) шары; 11, 19 — сравниваемые образцы цвета; 12, 20 — фотоэлементы; 15 — компенсационная диафрагма; 21 — усилитель; 22 — микроамперметр

Рис. 1.16. График кривых сложения цветов для координаты единичного цвета X (Объяснение см. в тексте.)

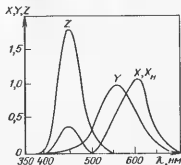
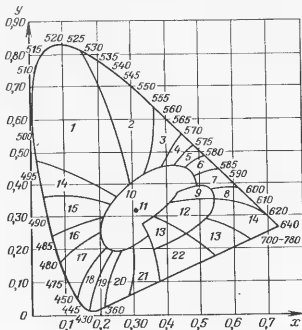


Рис. 1.17. График для перехода от системы МКО к системе λ, ρ, γ при источнике света С (Объяснение см. в тексте)



зеркала 9 через отверстия в фотометрическом шаре 10 проецирует его изображение в виде нити источника света на плоскости сравнительного образца цвета 11. Второй световой поток, направляющийся в левую ветвь оптической схемы, проходя через линзу 13, зеркалом 14 направляется через компенсационную диафрагму 15 и проецируется с помощью линзы 16 и зеркала 17 через отверстие в фотометрическом шаре 18 в виде равномерно освещенного пятна на плоскости образца цвета 19, не касаясь краев отверстия на шаре. Фотометрические шары 10 и 18 интегрируют отраженный от образцов свет, который поступает на фотозлементы 12 и 20. Фототоки, возникающие в фотозлементах 12 и 20, пропорци-

ональны потокам света, прошедшим через отверстия в диафрагмах 7 и 15. При стационарном режиме работы лампы и прибора потоки света, поступающие через отверстия в диафрагмах на фотоэлементы, прямо пропорциональны площади сечения этих отверстий. Когда возникающие фототоки через усилитель 21 попадают в микроамперметр 22, включенный в цепь, стрелка микроамперметра показывает "0" при условии равенства световых потоков, прошедших через отверстия обеих ветвей оптической схемы, а при неравенстве — стрелка отклоняется от положения "0".

До включения прибора (см. рис.1.13) в сеть необходимо: 1) отключить микроамперметр, установив ручку 3 в положение "0"; 2) закрыть фотоэлемент шторкой установкой переключателя 1 в положение "Закрыто"; 3) проверить плотность прилегания дисков столиков для образцов 4 и 5 к плоскости отверстий в фотометрических шарах. После проведения этих операций прибор готов к работе. Включение прибора в сеть производится через блок питания, стабилизирующий работу лампы. После прогрева прибора в течение 30—40 мин включается микроамперметр, ручка 3 устанавливается в положение "1" (на шкале ручки нанесены индексы от "1" до "10"; индекс "1" соответствует наименьшей чувствительности прибора, а индекс "10" — наибольшей). После этого стрелку микроамперметра 22 с помощью ручки 3 устанавливают по его шкале на "0" — сначала при наименьшей чувствительности прибора, а затем при наибольшей чувствительности. Затем включается микроамперметр 2, ручка 3 устанавливается в положение "0" и фотоэлементы закрываются шторкой установкой переключателя 1 в положение "Закрыто".

Ход определения. За 10 мин до начала измерения цвета необходимо засветить фотоэлементы, подняв шторку переключателем 1 и поставив его в положение "Открыто". Затем устанавливают светофильтр № 4 поворотом ручки. После этого, отжав вниз до упора подвижную пружинную муфту левого предметного столика 4, повертывают его на себя, помещают на диск столика эталон цвета (стандартная окраска на бумаге), возвращают столик на прежнее место и, плавно снижая нажим на муфту, плотно прижимают эталон цвета к отверстию в фотометрическом шаре. На правый предметный столик помещают испытуемый образец сравнения таким же образом, как и эталон. Затем поворотом ручки 3 устанавливают измерительную диафрагму на отсчет "100 %" по шкале на барабане. Поставив переключатель 5 в положение "Открыто", поднимают шторку фотоэлементов и включают микроамперметр, установив ручку на индекс "1", т.е. на наименьшую чувствительность прибора и постепенно переходят к большей чувствительности — к индексу "10". Вращением тумблера измерительной диафрагмы 3 переводят стрелку микроамперметра в положение "0". При переходе на возрастающее значение индекса изменение на одну деление по шкале 8 измерительной диафрагмы не должно превышать изменение на пять делений на шкале микроамперметра. Шторка фотоэлементов открывается переключателем

лем I только в период компенсации фототоков, все остальное время она должна быть закрыта. После этого вращением ручки компенсационной диафрагмы приводят стрелку микроамперметра в положение "0" — сначала при индексе "1", а затем, постепенно повышая чувствительность прибора, как описано выше, при возможно большей чувствительности прибора. Затем закрывают шторку фотоэлементов, установив переключатель в положение "Закрыто", и выключают микроамперметр, для чего ручку 3 устанавливают в положение "0".

Затем с прибора снимают контрольный образец и вместо него ставят испытуемый образец по способу, описанному выше для установки контрольного образца. После этого поднимают шторку фотоэлементов, поставив переключатель 5 в положение "Открыто", и включают микроамперметр, переводя ручку 3 на наименьшую чувствительность прибора — индекс "1". После чего вращением тумблера 7 измерительной диафрагмы приводят стрелку микроамперметра в положение "0" при возможно большей чувствительности прибора. После этого снимают отсчет значения n_x (%) по шкале отношений на барабане измерительной диафрагмы. Шкала измерительной диафрагмы двоякая: одна из них имеет градуировку $70 - 100 - 130\%$ и соответствует значению n . На второй шкале приведены логарифмы значений n , используемые при измерении белизны пигментов.

Затем проводят измерение со светофильтрами № 5 и 6 так, как описано выше, и в результате измерений получают значения для источника C : $n_4 = n_x$; $n_5 = n_y$ и $n_6 = n_z$. Для источника B получают значения n_1 , n_2 и n_3 .

Расчет. В результате измерений для исследуемого пигмента устанавливают значения отношений координат цвета для источника C : n_4 , n_5 , n_6 . Значения X'' , Y'' , Z'' в системе МКО для используемого образца цвета известны и приведены на образцах картотеки цветов для трех источников цвета — A , B , C .

Координаты Y в системе МКО определяются по формуле

$$Y' = Y'' n_5 / 100; \quad Z' = Z'' n_6 / 100.$$

Координату X' , в системе МКО вычисляют по формуле

$$X' = \frac{(0,833 X'' + 0,333 Y'' - 0,167 Z'') n_4 / 100 - 0,333 Y' + 0,167 Z''}{0,833}$$

По цветовому графику МКО (см. рис. 1.16) для перехода от системы МКО к системе определения λ , ρ , P при источнике C (см. рис. 1.15) на пересечении координат цветности x и y получают точку и, проводя через нее и точку белого цвета B прямую, определяют доминирующую длину волны λ . На рис. 1.17 $P = \text{const}$, что позволяет для точки пересечения координат цветности x и y определить чистоту цвета P . Значение третьей характеристики цвета ρ — коэффициента отражения света — равно значению координаты цвета Y .

Результаты измерений оформляются в виде таблицы:

Пигмент	X	Y	Z	x	y	λ	ρ	P	Номер контрольного образца

РАБОТА № 16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УСЛОВНОЙ СВЕТОСТОЙКОСТИ ПИГМЕНТОВ И НАПОЛНИТЕЛЕЙ

Сущность метода заключается в приготовлении специальной краски — пасты, нанесении ее на бумагу и последующем определении коэффициента отражения слоя нанесенной краски до и после облучения под ртутно-кварцевой лампой. За условную светостойкость (в процентах) принимается разность значений измеренных коэффициентов отражения.

Материалы, приборы

Пигмент желтый термостойкий — неорганический порошок состава

$\text{TiO}_2 \cdot 0,011 \text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot 0,088 \text{NiO} \cdot 0,08 \text{Sb}_2\text{O}_3$ [1, с. 277–279]

Глицерин

Желатина, 1 %-ный раствор

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Компаратор цвета ФКЦШ-М

Кварцевая лампа ДРТ-375

Подготовка к испытанию. Приготовление раствора желатины. На 100 мл 1 %-ного раствора желатины вводят 1,6 мл глицерина.

Приготовление краски. Раствор желатины с глицерином смешивают с пигментом в соотношении 2:1 и растирают пигмент с помощью плиты с курантом (см. работу № 21). Полученную пасту наносят мягкой кистью тремя слоями на чертежную бумагу размером 100×30 мм и высушивают каждый слой при комнатной температуре в течение 10–15 мин. Затем из окрашенной бумаги нарезают три кружка (образца) диаметром 23 мм.

Ход определения. Два кружка помещают под ртутно-кварцевую лампу ПРК-2 (или ДРТ-375) на расстоянии 250 ± 5 мм от нее. Устанавливается следующий режим работы лампы: напряжение 120 ± 12 В, сила тока $3,7 \pm 0,6$ А. Образцы облучают в течение 4 ч. Одновременно испытывают не менее двух образцов. Перед измерением образцы выдерживают в темноте в течение 2 ч. На приборе ФКЦШ-М при источнике С определяют коэффициент отражения света необлученной части образца K и облученного образца K_1 . Отношение K_1/K рассчитывается по формуле $K_1/K = n_5/100$; n_5 измеряется, как описано в работе № 14.

Расчет. В журнал записывают все операции проведения испытаний. Условная светостойкость X (%) рассчитывается по формуле

$$X = 100 - K_1/K \cdot 100.$$

Делается также запись об изменении коэффициента отражения (%) облученного образца по сравнению с коэффициентом отражения необлу-

ченной части образца при выдержке двух образцов пигмента под кварцевой лампой в течение 4 ч. Кроме того, делается запись об изменении оттенка цвета образца под действием излучения, определяемое визуально по сравнению с контрольным образцом.

РАБОТА № 17. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА ПИГМЕНТОВ И НАПОЛНИТЕЛЕЙ

Материалы, приборы

Диоксид титана TiO_2 марки Р-06 – диоксид титана марки Р-01, обработанный оксидами алюминия и кремния [1, с. 262–264]

Вода дистиллированная

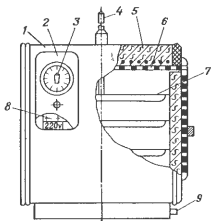
Сито с сеткой № 0045

Электрический лабораторный сушильный шкаф (рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Рис. 1.18. Схема лабораторного электрического сушильного шкафа:

1 – корпус; 2 – блок терморегулятора;
3 – ручка-указатель терморегулятора;
4 – термометр; 5 – термоизоляция;
6 – камера нагрева; 7 – полка; 8 – клеммы;
9 – болт заземления



Вариант 1. Определение дисперсного состава диоксида титана марки Р-06 ситовым методом

Принцип метода заключается в получении суспензии в воде, пропускании ее через сито определенного размера (номера), обработке осадка на сите водой с кистью (для максимального разрушения образующихся агрегатов) и последующего определения массы осадка на сите.

Ход определения. Навеску 50 г TiO_2 высушивают в сушильном шкафу при 105 °С до постоянной массы. Затем пигмент взвешивают и помещают в стеклянный стакан вместимостью 500 мл, в котором находится щетинная кисть, и постепенно приливают 250–300 мл дистиллированной воды, раздавливая комочки пигмента кистью. Полученную суспензию выливают на сито № 0045, закрепленное над кристаллизационной чашкой диаметром 150–200 мм. После этого сито помещают над воронкой, под которой установлен стеклянный стакан вместимостью

1000 мл с подложенной под него черной бумагой, и перемешивают пигмент хворьковой кистью, промывая его струей воды из промывной склянки. По окончании промывания пигмента сито с остатком высушивают в сушильном шкафу при 105 °С в течение 1 ч. Затем с помощью мягкой кисти остаток на сите полностью переносят на часовое стекло или в бюкс, которые заранее взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Расчет. Остаток на сите X (%) рассчитывают по формуле

$$X = m_1 / m \cdot 100,$$

где m_1 — масса остатка пигмента на сите, г; m — масса навески пигмента, г.

В журнал записывают последовательность проведения испытания и расчет дисперсного состава TiO_2 .

Вариант 2. Определение дисперсного состава отбеленного микробарита марки КБ-3 седиментационно-пипеточным методом

Сущность метода заключается в получении стабилизированной суспензии наполнителя в воде, расчете продолжительности осаждения частиц наполнителя различного размера, выпаривании и прокаливании наполнителя до постоянной массы.

Материалы, реактивы, приборы

Микробарит марки КБ-3

Вода дистиллированная

Триэтаноламинолепное мыло (стабилизатор)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Муфельная печь

Электрическая плитка с закрытой спиралью

Ход определения. Навеску 4 г микробарита марки КБ-3 помещают в фарфоровую ступку, добавляют 2 г стабилизатора (триэтаноламинолепного мыла) и тщательно перемешивают. Затем содержимое ступки количественно переносят с помощью дистиллированной воды в мерный цилиндр. Для этого в цилиндр добавляют дистиллированную воду до объема 0,5 л, закрывают пробкой и полученную суспензию тщательно перемешивают путем взбалтывания. После этого суспензии дают отстояться.

Продолжительность отстаивания суспензии до отбора пробы τ (мин) рассчитывают по формуле

$$\tau = \frac{30\,581 \, \eta \, h}{d^2 (\rho_1 - \rho_2)},$$

где η — вязкость воды, равная 0,001 Па · с; h — расстояние от уровня отбора пробы до верхнего уровня суспензии, равное расстоянию от нижнего конца пипетки до метки, см; d — диаметр частиц наполнителя, мкм; ρ_1 и ρ_2 — плотность соответственно наполнителя и среды, г/см³.

Продолжительность оседания частиц наполнителя размером 5 мкм τ_5 (мин) рассчитывают по формуле

$$\tau_5 = \frac{30\,581 \cdot 0,01 \, h}{25 (\rho_1 - 1)} = \frac{12,2324 \, h}{\rho_1 - 1}$$

По достижении необходимой продолжительности отстаивания суспензии наполнителя КБ-3 в воде отбирают ее пробу пипеткой (объем пипетки устанавливают по дистиллированной воде) по следующей методике. На верхний конец пипетки надевают кружок из органического стекла или картона с помощью резиновой трубки, плотно прилегающей к стеклу. При отборе пробы суспензии кружок помещают на край мерного цилиндра, определяя таким образом уровень отбора пробы. Каждый раз перед отбором пробы отодвигают кружок в такое положение, чтобы метка на пипетке находилась на уровне суспензии. Закрепив в нужном положении кружок на пипетке, зажимают верхнее отверстие пипетки пальцем и погружают пипетку в суспензию, пока кружок не ляжет на край цилиндра, и дают пипетке наполниться точно до метки. Затем отверстие пипетки снова зажимают пальцем, вынимают пипетку из цилиндра и переносят содержимое в предварительно прокаленный тарированный тигель. Содержимое тигля сначала выпаривают досуха при слабом нагревании, а затем прокаливают до постоянной массы в муфеле при 700–800 °С. Параллельно определяют потери при прокаливании при данной температуре. Для этого берут навеску наполнителя КБ-3 массой около 1 г и помещают в тигель, предварительно доведенный до постоянной массы. Навеску наполнителя прокаливают в муфельной печи при 700–800 °С. Потери при прокаливании P (%) рассчитывают по формуле

$$P = m_1 \cdot 100/m,$$

где m_1 — масса остатка наполнителя после прокаливания, г; m — масса навески наполнителя до прокаливания, г.

Расчет. В журнал последовательно записывают все результаты анализа, включая расчет продолжительности оседания частиц пигмента размером 5 и 20 мкм, потери наполнителя при прокаливании и содержание частиц наполнителя A (%), которое рассчитывают по формуле

$$A = \frac{100 \cdot 100 \cdot m}{0,008 V (100 - P)},$$

где m — масса осадка, г; V — объем взятой пробы суспензии, мл; P — потери наполнителя при прокаливании, %; 0,008 — содержание наполнителя в суспензии, г/мл.

РАБОТА № 18. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕЖИМА ДИСПЕРГИРОВАНИЯ ПИГМЕНТОВ В ПЛЕНКООБРАЗУЮЩЕМ ВЕЩЕСТВЕ НА БИСЕРНОЙ МЕЛЬНИЦЕ

Метод основан на установлении временного режима диспергируемости пигментов на бисерной мельнице в условно выбранной дисперсионной среде (пленкообразующем) до заданной степени дисперсности (перетира), определяемой на приборе "Клин".

Материалы, приборы

Диоксид титана TiO_2 марки Р-03

Пентафталевый лак ПФ-060

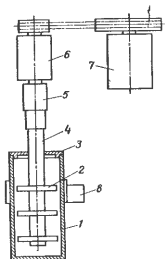
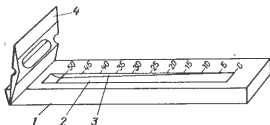


Рис. 1.19. Схема лабораторной бисерной мельницы:

1 — корпус (стакан); 2 — диск; 3 — крышка; 4 — вал; 5 — муфта; 6 — корпус подшипника; 7 — электродвигатель; 8 — хомут

Рис. 1.20. Прибор "Клин" для определения степени перетира:

1 — плита; 2 — паз; 3 — шкала; 4 — скребок (нож)



Уайт-спирит

Технические весы (точн. взв. 0,01 г)

Бисерная лабораторная мельница (рис. 1.19)

Стеклянные шарики (бисер) марки ВН-100 диаметром 0,8–1,2 мм

Прибор "Клин" с диапазоном измерения 0–50 мкм (рис. 1.20)

Подготовка к испытанию. Приготовление рабочего раствора лака. В стакан вместимостью 0,5 л помещают 200 г лака ПФ-060 и добавляют растворитель (уайт-спирит) до содержания нелетучих веществ в лаке 25–30 %.

Ход определения. В стакан 1 (см. рис. 1.19) бисерной мельницы помещают 200 г рабочего раствора лака ПФ-060 и добавляют 20 г пигмента TiO_2 марки Р-03. Затем в стакан вносят стеклянные шарики в соотношении 1:1 по массе, плотно закрывают стакан крышкой 3 и включают электродвигатель 7. Через 3 мин двигатель выключают, отбирают пробу из стакана мельницы и проверяют степень дисперсности (степень перетира) на приборе "Клин" с диапазоном измерения 0–50.

Прибор "Клин" (см. рис. 1.20) состоит из стальной полированной плиты 1, на измерительной поверхности которой параллельно ее длине находится клинообразный паз с равномерно увеличивающейся глубиной от 0 до максимального предела измерения прибора (50). Клинообразный паз продлен за верхний предел шкалы для помещения в него испытуемого материала. Частью прибора является скребок, представляющий собой двухстороннее полированное и прямое по длине лезвие с закругленной кромкой. Проба, взятая из стакана бисерной мельницы, помещается в выемку плиты "Клина" в количестве, достаточном для заполнения клинообразной канавки. Скребок следует держать обеими руками перпендикулярно плоскости плиты. Слегка нажимают на скребок с тем, чтобы при его перемещении верхняя плоскость плиты оставалась чистой.

Сразу же после распределения лакокрасочного материала по канавке определяют положение границы сплошных видимых агрегатов, которое и является мерой степени перетира. При определении следует смотреть на клин сбоку, подбирая такой угол зрения с плоскостью клина, при котором достигается отчетливая видимость (примерно $20-30^\circ$). Отдельные агрегаты за границей сплошной массы во внимание не принимаются, если их число по длине канавки на протяжении 10 мм не превышает 5.

Степень дисперсности не должна превышать 30 мкм. Если степень перетира более 30 мкм, процесс диспергирования TiO_2 в лаке ПФ-060 продолжают, отбирая пробы через 5, 7 и 10 мин, измеряя каждый раз степень дисперсности на приборе "Клин".

Расчет. Степень дисперсности каждой пробы определяется не менее трех раз. За результат принимается среднее арифметическое из трех определений. Если число видимых агрегатов на протяжении 10 мм по длине канавки равно 20, степень дисперсности следует характеризовать двумя показателями в виде дроби: в числителе поставить значение шкалы, соответствующее границе сплошных видимых агрегатов, а в знаменателе — значение шкалы, соответствующее границе видимых отдельных агрегатов.

Результаты испытаний заносятся в таблицу, составленную по следующей форме:

Продолжительность диспергирования*, мин	Степень дисперсности			
	первое определение	второе определение	третье определение	средне-арифметическое значение

*За продолжительность диспергирования принимается время, при котором достигается степень дисперсности не превышает 30 мкм.

РАБОТА № 19. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ПИГМЕНТОВ ПИКНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Сущность метода заключается в определении массы пигмента по отношению к массе растворителя с известной плотностью.

Материалы, реактивы, приборы

Диоксид титана TiO_2 марки Р-02

Хлорид кальция

Уайт-спирит

Дистиллированная вода

Емкость для водяной бани

Сито с сеткой № 05

Пикнометр типа ПТ (рис. 1.21) вместимостью 25, 50 и 100 мл (масса пигмента составляет соответственно 1–10, 2–20, 3–30 г, при этом высота слоя вытесняющей жидкости над пигментом соответствует 7, 13 и 20 мм)

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Водяной термостат

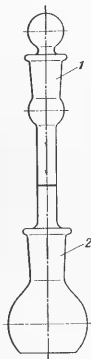


Рис. 1.21. Пикнометр типа ПТ:
1, 2 — конусы соответственно 12/21 и 14/23

Подготовка к испытанию. Пигмент просеивают через сито с сеткой № 05 и высушивают в шкафу при температуре $105 \pm 3^\circ \text{C}$ в течение 2 ч. Затем пигмент помещают в эксикатор с хлоридом кальция и охлаждают до комнатной температуры. Пикнометр, пробку и крышку тщательно промывают, высушивают при $105 \pm 3^\circ \text{C}$ и после охлаждения взвешивают до постоянной массы.

Ход определения. Пикнометр, взвешенный с точностью до 0,0002 г до постоянной массы, заполняют пигментом до половины его объема и вновь взвешивают с этой же точностью. С помощью пипетки в пикнометр, заполненный пигментом, вводят растворитель (уайт-спирит) в таком количестве, чтобы над поверхностью пигмента в пикнометре находился слой жидкости высотой 5–7 мм. Пикнометр закрывают пробкой, помещают в водяную баню и нагревают до 60°C в течение 1–1,5 ч для удаления пузырьков воздуха из смеси пигмент — растворитель. Затем пикнометр со смесью охлаждают в водяном термостате до 20°C , приливают уайт-спирит (несколько выше метки пигмента) и выдерживают 1 ч при 20°C . После этого пикнометр вынимают из термостата, обтирают фильтровальной бумагой и добавляют в пикнометр еще одну порцию уайт-спирит до уровня, отмеченного меткой. Затем пикнометр со смесью взвешивают с точностью до 0,0002 г. После этого из пикнометра удаляют содержимое, а пикнометр тщательно моют и высушивают до постоянной массы при $105 \pm 3^\circ \text{C}$. Высушенный и взвешенный пикнометр заполняют уайт-спиритом немного выше метки и выдерживают в водяном термостате при 20°C в течение 30 мин. Затем доводят уровень жидкости (растворителя) до метки так, как было указано выше. Вынимают пикнометр из термостата, насухо вытирают фильтровальной бумагой и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Расчет. Плотность пигмента $\rho_{\text{п}}$ при 20°C (г/см^3) вычисляют по формуле

$$\rho_{\text{п}} = \frac{\rho_{\text{р}}(m_2 - m)}{(m_1 - m) - (m_3 - m_2)},$$

где $\rho_{\text{р}}$ — плотность растворителя (уайт-спирита) при 20°C , г/см^3 ; m_2 — масса пикнометра с пигментом, г; m — масса пустого пикнометра; m_1 — масса пикнометра с уайт-спиритом, г; m_3 — масса пикнометра с пигментом и растворителем, г.

**РАБОТА № 20. ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПИГМЕНТОВ МЕТОДОМ ДЕСОРБЦИИ АЗОТА**

Газохроматографический метод определения удельной поверхности пигментов основан на пропускании через пигмент смеси азота с гелием и определении адсорбции азота из его смеси с газом-носителем (гелием) при температуре жидкого азота.

Материалы, приборы

Диоксид титана TiO_2 марки Р-02

Шприц со стеклянным поршнем

Сосуды Дьюара с жидким азотом и гелием

Установка для измерения удельной поверхности пигментов методом тепловой десорбции азота (рис. 1.22).

Ход определения. В U-образную хроматографическую колонку 10 (см. рис. 1.22) размером 8–12 мм помещают 0,2–0,5 г пигмента TiO_2 марки Р-02. Затем вентилями тонкой регулировки 2 устанавливают по реометрам 3 такие скорости азота и гелия, чтобы концентрация азота и гелия изменялась в следующей последовательности: 5, 10, 15, 20,

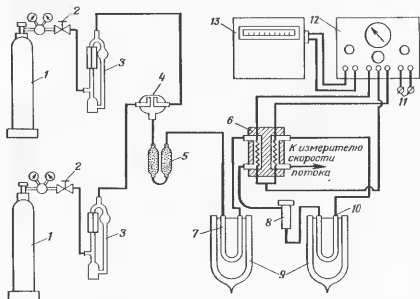


Рис. 1.22. Схема установки для измерения удельной поверхности пигментов методом тепловой десорбции:

1 – баллоны с азотом и гелием; 2 – вентиль тонкой регулировки; 3 – реометр; 4 – смеситель; 5 – хлоркальциевая трубка; 6 – катарометр; 7 – ловушка; 8 – дозирующее устройство; 9 – сосуды Дьюара; 10 – хроматографическая колонка; 11 – источник питания хроматографа; 12 – самописец хроматографа; 13 – панель управления катарометра

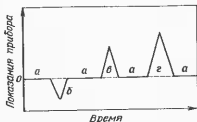


Рис. 1.23. Схематическая хроматограмма, полученная при определении удельной поверхности пигментов методом тепловой десорбции (Объяснение см. в тексте.)

25 % (об.). Для обеспечения постоянства общей скорости потока газовой смеси для всех концентраций азота скорость потока контролируется на выходе из детектора мыльным пенным измерителем скорости. Общая скорость потока на выходе из детектора должна составлять 10—60 мл/мин. Газы выбранной концентрации через сравнительную ячейку катарометра *б* поступают в U-образную хроматографическую колонку *10* и, проходя через пигмент, поступает в ячейку, а затем — к измерителю скорости потока на выходе из детектора. В течение заданного времени в сравнительную и измерительную ячейки поступает смесь газов одного состава, поэтому при установившемся режиме перо самописца должно писать прямую (нулевую линию) при скорости пенты 720—1440 мм/ч (рис. 1.23, кривая *а*). После установления нулевой линии хроматографическую колонку с пигментом помещают в сосуд Дьюара с жидким азотом. При температуре жидкого азота -196°C азот из смеси с гелием интенсивно адсорбируется поверхностью пигмента. На хроматограмме этот момент фиксируется самописцем по смещению нулевой линии с образованием адсорбционного пика (рис. 1.23, кривая *б*), что свидетельствует об уменьшении концентрации газовой смеси, проходящей в данный момент над пиком. При установлении адсорбционного равновесия концентрация азота в смеси с гелием вновь становится постоянной, и прибор пишет нулевую линию.

Затем хроматографическую колонку вынимают из сосуда Дьюара с жидким азотом, и происходит десорбция азота, адсорбированного поверхностью пигмента, что приводит к локальному увеличению концентрации азота в его смеси с гелием. Этот процесс фиксируется самописцем в виде десорбционного пика (рис. 1.23, кривая *в*). Зафиксировав десорбционный пик, можно приступить к повторным измерениям. Проводят 3—5 параллельных измерений, устанавливая количество азота по площади пика. Для этого через дозирующее устройство *8* в газовый поток шприцем со стеклянным поршнем вводят 1 мл чистого азота при режиме опыта и измеряют площадь полученного пика. Количество адсорбированного пигментом азота пропорционально площади пика десорбированного азота. Площадь пика определяют методом взвешивания следующим образом: пик десорбированного азота и калибровочный пик копируют на кальку, вырезают по наружному контуру и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0002 г.

Количество адсорбированного азота X (мл) вычисляют по формуле

$$X = S_1/S_2 = m_1/m_2,$$

где S_1 — площадь пика десорбированного азота, см^2 ; S_2 — площадь пика, полученного при калибровке, см^2 ; m_1 — масса скопированного пика десорбированного азота, г; m_2 — масса скопированного калибровочного пика, г.

Содержание адсорбированного азота определяют при различных концентрациях азота в гелии. Парциальное давление P , при котором происходит адсорбция, рассчитывается по формуле $P = P_{\text{эТМ}} C/100$, где C — концентрация азота в гелии, % (об.). После этого определяется отношение p/p_s , где p_s — давление насыщенного азота. Обычно принимают: $p_s = 102$ кПа. Каждой концентрации азота в газовой смеси соответствует свое значение p/p_s и свой десорбционный пик.

Расчет. В журнал записывается последовательно весь ход испытаний, включая расчет количества адсорбированного азота; полученные данные оформляются в виде графика в координатах

$$\frac{p/p_s}{x/1 - (p/p_s)} \cdot 10^3 \quad \text{и} \quad (p/p_s) \cdot 10^2.$$

По полученной прямой определяют угловой коэффициент c и константу V_M — объем газа ($\text{см}^3/\text{г}$), покрывающего поверхность 1 г пигмента плотным монослоем. При низких температурах для азота $c \gg 1$. Поэтому можно записать:

$$(c - 1)/(V_M c) = 1/V_M.$$

Таким образом, значение V_M равно обратному значению углового коэффициента прямой.

Удельную поверхность пигмента $S_{\text{уд}}$ ($\text{см}^2/\text{г}$) рассчитывают по формуле

$$S_{\text{уд}} = S_0 V_M / m,$$

где S_0 — поверхность, покрытая 1 мл адсорбата в мономолекулярном слое; m — масса навески пигмента, г.

В свою очередь

$$S_0 = Nf/V_0,$$

где N — число Авогадро; f — площадь молекулы адсорбированного газа в плотном монослое (для азота $f = 16,2 \cdot 10^{-16} \text{ см}^2$).

Для азота

$$S_0 = \frac{6,02 \cdot 10^3 \cdot 16,2}{22,4 \cdot 10^3 \cdot 10^{16}} = 4,354 \cdot 10^4 \text{ см}^2.$$

При небольших концентрациях азота в гелии [$\approx 5\%$ (об.)] удель-

ную поверхность пигментов приблизительно рассчитывают по формуле

$$S_{\text{уд}} = X / (10,6 m),$$

где X — количество адсорбированного азота, ммоль; m — масса навески пигмента, г; 10,6 — предельное постоянное количество адсорбированного азота, равное 10,6 ммоль/м².

РАБОТА № 21. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УКРЫВИСТОСТИ ПИГМЕНТОВ

Укрывистость пигментов определяется в основном двумя методами: визуально — по "шахматной доске" и по коэффициенту контрастности.

Вариант 1. Определение укрывистости диоксида титана марки Р-02 визуально по "шахматной доске"

Сущность визуального метода определения укрывистости пигментов заключается в приготовлении однопигментной краски (пасты) и последовательном нанесении ее слоем равномерной толщины на специально подготовленную стеклянную пластину — так называемую "шахматную доску". Краску-пасту наносят на пластину пока перестанут быть видимыми черные и белые квадраты. Расход краски рассчитывается на 1 м² укрываемой поверхности с учетом содержания в краске пигмента.

Материалы, приборы

Диоксид титана TiO_2 марки Р-02

Олифа натуральная льняная, с кислотным числом не более 7 мг КОН/г

Аналитические весы (точн. взв. 0,01 г)

Плита с курантом

"Шахматная доска", представляющая собой стеклянную пластину размером 120x120x (1,2–1,6) мм, на которую нанесены черные и белые квадраты размером 30x30 мм, расположенные в шахматном порядке (рис. 1.24)

Приспособление типа МАПП-1 (рис. 1.25) — дисковый механический растира-

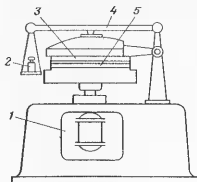
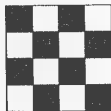


Рис. 1.24. "Шахматная доска" для определения укрывистости

Рис. 1.25. Механический дисковый растиратель МАПП-1:

1 — электродвигатель; 2 — груз; 3 — откидной диск; 4 — зажимный рычаг; 5 — вращающийся диск

тель, состоящий из нижнего вращающегося диска 5 и верхнего неподвижного диска 3, закрепленного в откидной крышке приспособления

Стекланные плоские диски с матовой поверхностью диаметром 200 мм. К верхнему диску рычагом подвешиваются сменные грузы и он прижимается крышкой к нижнему диску, между дисками создается давление

Подготовка к испытанию. Приготовление краски с помощью приспособления МАПП-1. В пигмент добавляют олифу до получения пастообразной подвижной массы. Диспергирование производится следующим образом. Откинув верхний диск, на середину нижнего диска помещают взвешенную навеску пигмента и из микробюретки сливают на пигмент олифу, дозируя ее с точностью до 0,05 мл. Пигмент с олифой перемешивают шпателем до полного смачивания пигмента олифой. Оставшуюся на шпателе массу также переносят на диск путем смывания олифой из микробюретки. Затем опускают крышку; при этом верхний диск прижимается к нижнему, а на рычажное устройство подвешивают груз заданной массы и приводят диск во вращение. Диспергирование проводится в два цикла (по 50 оборотов диска). После первого цикла нижний диск останавливается, откидывается верхний диск. Паста шпателем собирается с обоих дисков и переносится в середину нижнего диска; затем проводится второй цикл диспергирования. Процесс диспергирования контролируется по степени дисперсности краски, проверяемой на приборе "Клин". Перед определением степени дисперсности в краску-пасту добавляют олифу из расчета 1 мл олифы на 1 г пасты. Степень дисперсности краски должна быть не более 20 мкм.

Приготовление краски с помощью плиты с курантом. На плиту диаметром 60–80 см помещается предварительно взвешенный пигмент и из микробюретки добавляется олифа. Курантом массой не менее 1,8 кг производится по 50 поступательных поперечных и продольных движений продолжительностью 3–5 мин.

Получение краски рабочей консистенции. В полученную краску-пасту дополнительно вводится олифа из расчета получения объемной концентрации пигмента (ОКП), равной 10 %. Расчет необходимого количества олифы для получения краски с ОКП = 10 % производится следующим образом. Если примем, что на X г TiO_2 израсходовано Y г олифы, объем TiO_2 X_1 при плотности $3,7 \text{ г/см}^3$ составит $X_1 = X/3,7$.

Содержание натуральной олифы с плотностью $0,930 \text{ г/см}^3$ примем равным Y_1 (мл).

Тогда

$$Y_1 = \frac{X_1 \cdot 100}{10} - X_1; \quad Y_2 = Y_1 \cdot 0,930.$$

Следовательно, к полученной краске-пасте для доведения ее до рабочей консистенции необходимо добавить дополнительно количество олифы, составляющее разность $Y_2 - Y_1$.

Ход определения. В краску-пасту вводят расчетное количество олифы, доведя краску до рабочей консистенции, и затем ее наносят мягкой кистью на стеклянную пластинку размером $90 \times 120 \times 1,2$ мм. Стеклянную

252

пластинку перед нанесением краски промывают теплой водой с мылом, ополаскивают чистой водой, высушивают при 100 °С, охлаждают, протирают спиртом, насухо вытирают и взвешивают с точностью до 0,01 г. Краску наносят, равномерно проводя кистью вдоль и поперек пластинки, находящейся в горизонтальном положении. После того как исчезнут штрихи от кисти, пластинку с нанесенной краской помещают на "шахматную доску" и просматривают при рассеянном дневном свете. Если под слоем краски видны черные или белые квадраты, на стеклянную пластинку наносят еще один слой краски. Краску наносят до тех пор, пока под слоем краски не исчезнут черные и белые квадраты. Если при нанесении краски образуются подтеки, их аккуратно снимают лезвием с ребер пластинки и взвешивают ее с точностью до 0,01 г.

Расчет. В журнал записывают весь ход проведения испытаний, включая приготовление краски-пасты, определение степени дисперсности, расчет количества олифы, необходимого для получения краски с рабочей консистенцией.

Укрывистость краски Y (г/м²) рассчитывают по формуле

$$Y = \frac{m_1 m_2}{Sm_2 + m_3},$$

где m_1 — масса навески краски, нанесенной на пластинку, г; m_2 — масса навески пигмента при получении краски-пасты, г; m_3 — масса израсходованной олифы, г; S — площадь пластинки, м² (0,0108 м²).

Данные записываются в журнал в виде таблицы:

Образец пигмента	m_1 , г	m_2 , г	m_3 , г	S , м ²	Укрывистость Y , г/м ²

Укрывистость пигмента определяют на 3 образцах; за результат принимается среднеарифметическое этих определений; допустимое расхождение данных не должно превышать 5 %.

Вариант 2. Определение укрывистости диоксида титана марки Р-02 по коэффициенту контрастности

Сущность метода определения укрывистости пигментов по коэффициенту контрастности заключается в приготовлении быстросохнущей краски с испытуемым пигментом, последовательном нанесении ее на стеклянные пластинки с нарастающими по толщине высушенными слоями, измерении коэффициентов отражения света (яркости) при наложении пленок на белый и черный фон и последующем расчете коэффициента контрастности.

Материалы, приборы

Диоксид титана TiO₂ марки Р-02

Нитратцеллюлозный лак НЦ-222 с содержанием пленкообразователя не менее

20 %

Растворитель 646

Приспособление типа МАПП-1 (см. рис. 1.25)

Краскораспылитель КРУ-1 (см. рис. 4.4)

Прибор-компаратор цвета ФКЦШ-М (см. рис. 1.13 и 1.15)

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0001 г)

Подготовка к испытанию. Приготовление краски. На 1 г пигмента берется такое количество лака НЦ-222, чтобы содержание пленкообразующего вещества в нем составляло 3 г. Пигмент диспергируется в лаке с помощью приспособления МАПП-1 в течение 1 мин.

Приготовление краски рабочей консистенции. Полученную краску разбавляют растворителем 646 до рабочей вязкости 16–18 с по вискозиметру ВЗ-246 с ооплом 4 мм. Краску с вязкостью 16–18 с наносят методом пневматического распыления (см. работу № 41) тонкими ровными слоями на 5 стеклянных пластин размером 90X120X1,2 мм, подготовленных, как указано в работе № 40. Пластинки перед нанесением краски взвешивают с точностью до 0,01 г. На первую пластинку наносится один слой краски из такого расчета, чтобы толщина высушенной пленки составляла не более 20 мкм, а на каждые последующие пластинки наносится на один слой больше. Обязательное условие при нанесении краски на последнюю (пятую) пластинку — коэффициент контрастности отвержденной пленки должен составлять 0,975–0,985. Пластинку с каждым нанесенным слоем высушивают при температуре $60 \pm 2^\circ\text{C}$ до постоянной массы и взвешивают с точностью до 0,01 г.

Ход определения. При определении коэффициента контрастности пленки с помощью прибора ФКЦШ-М в качестве вспомогательного образца используется эталон цвета по картотеке цветов, близкий к испытываемой окраске. На приборе ФКЦШ-М измеряют отношение координат n цвета у двух близких по цвету образцов. Значение координат цвета Y в системе МКО численно равно значению коэффициента отражения света ($Y = \rho$). При измерении на стеклянную пластинку, обращенную окраской к прибору, накладывают сначала черный фон и фиксируют значение n'_5 (см. работу № 14), а затем — белый фон и фиксируют значение n''_5 . Белый фон должен иметь коэффициент отражения света, равный 80–85, черный — не более 5 %. В качестве фона используют черную и белую бумагу или пластинки, окрашенные черной и белой краской. При источнике света S и установке корригирующего (зеленого) светофильтра для расчета коэффициента контрастности K используют следующие уравнения:

$$n_5/100 = Y'/Y'' = \rho_1/\rho_2 = K,$$

где ρ_1 и ρ_2 — коэффициент отражения отвержденного слоя соответственно на черном и белом фоне.

Коэффициент контрастности определяют для 4–5 участков каждой пленки и за результат принимают средисарифметическое значение. Условием принято, что при $K = 0,98$ достигается такая укрывистость, когда при визуальном определении под слоем краски полностью исчезает контраст черно-белой поверхности "шахматной доски". Поскольку

экспериментально довольно сложно получить окрашенную пластинку с $K = 0,98$, укрывистость по этому методу определяют графически на основе измерения коэффициентов контрастности пяти нарастающих слоев краски.

Расчет. В журнал записывают весь ход измерений, расчет K и строят графики зависимости коэффициента контрастности от массы отвержденной пленки (в пересчете на пигмент) и с помощью этого графика экстраполяцией находят укрывистость U , т.е. расход пигмента, соответствующий $K = 0,98$. Для упрощения расчетов и экстраполяции измеренных данных к $K = 0,98$ строят графики зависимости коэффициента контрастности от массы высушенной пленки и, определив расход краски, соответствующий $K = 0,98$, пересчитывают этот расход на чистый пигмент.

РАСТВОРИТЕЛИ

РАБОТА № 22. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧЕСТИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ

Сущность метода заключается в определении продолжительности испарения растворителя по отношению к продолжительности испарения этилового эфира или ксилола.

Реактивы, приборы

Растворитель Р-60, представляющий собой смесь этанола и этилцеллозольва в соотношении 70:30 [1, с. 174]

Эфир этиловый, медицинский

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Установка (рис. 1.26), представляющая собой деревянный шкаф, в передней и задней стенках которого расположены смотровые окна, а в боковых — отверстия, в которые устанавливают свободно вращающийся деревянный зажим для закрепления беззольного фильтра.

Ход определения. В деревянный шкаф (см. рис. 1.26) при помощи зажима устанавливают беззольный фильтр в горизонтальном положении. На фильтр из пипетки капают каплю этилового эфира и включают секундомер. Затем поворотом зажима устанавливают фильтр в вертикальное положение между смотровыми стеклами 2 и по секундомеру отмечают

момент испарения пятна этилового эфира, наблюдая через смотровое окно. После этого пипетку промывают и заполняют растворителем Р-60. Продолжительность испарения растворителя определяется так же, как и этилового эфира. При этом обязательным условием является одинаковая высота в пипетке внесенного растворителя и этилового эфира и расстояние от кончика пипетки до беззольного фильтра. Испытание проводится при $20 \pm 2^\circ \text{C}$.

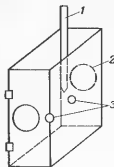


Рис. 1.26. Установка для определения летучести растворителя:

1 — пипетка; 2 — смотровое окно; 3 — боковые отверстия

Расчет. Летучесть растворителя X (с) вычисляют по формуле

$$X = \tau_1 / \tau_2,$$

где τ_1 — продолжительность испарения растворителя, с; τ_2 — продолжительность испарения этилового эфира, с.

РАБОТА № 23. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЯ С ПОМОЩЬЮ ПИКНОМЕТРА

Метод основан на сравнении масс растворителя и воды, взятых в одинаковом объеме при одной и той же температуре.

Реактивы, приборы

Ксилол, хч

Этанол, хч

Дистиллированная вода

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Пикнометр типа ПЖ-2 (рис. 1.27)

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Подготовка к анализу. Пикнометр ПЖ-2 промывают этанолом и высушивают при $110 \pm 5^\circ \text{C}$ до постоянной массы.

Ход определения. Пикнометр ПЖ-2, высушенный до постоянной массы, заполняют дистиллированной водой несколько выше метки 3, закрывают пробкой 1 и выдерживают при $20 \pm 0,1^\circ \text{C}$ в течение 10 мин. При этой температуре доводят уровень воды до метки, отбирая излишки воды в пикнометре пипеткой. После этого пикнометр вновь закрывают пробкой и выдерживают при той же температуре еще 10 мин, контролируя положение мениска воды в пикнометре, который должен точно соответствовать метке на пикнометре. Затем пикнометр взвешивают и выливают из него воду, ополаскивают этанолом и высушивают при $110 \pm 5^\circ \text{C}$ в течение времени, при котором ранее была достигнута постоянная масса. Затем в пикнометр вносят ксилол и проводят те же операции, что и при введении в пикнометр дистиллированной воды.

Расчет. Плотность растворителя ρ (г/см^3) рассчитывается по формуле

$$\rho = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,99823}{m_1 - m},$$

где m_2 — масса пикнометра с растворителем, г; m — масса пикнометра, г; m_1 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г; 0,99823 — плотность воды при $20 \pm 0,1^\circ \text{C}$, г/см^3 .

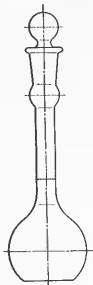


Рис. 1.27. Пикнометр типа ПЖ-2

РАБОТА № 24. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ РАСТВОРИТЕЛЯ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ

Сущность метода заключается в охлаждении растворителя, последующем его нагревании и фиксировании температуры вспышки паров растворителя под воздействием пламени.

Реактивы, приборы, аппаратура

Этанол

Сосуд Дьюара с жидким азотом

Газовая горелка с диаметром сопла 1 мм

Барометр мембранный метеорологический

Прибор ТВ (рис. 1.28) состоит из нагревательного устройства 6, воздушной ванны 1, выполненной из стали, на дне которой уложена прокладка из асбестового картона 5, а сверху помещается кольцо из паронита; трехстворчатого металлического экрана, с внутренней стороны окрашенного в черный цвет

Подготовка к испытанию. Этанол охлаждают до 0°C , после чего помещают в тигель до уровня на 12 мм ниже края тигеля. Тигель 2 с растворителем устанавливают в нагревательную ванну прибора ТВ. В держ-

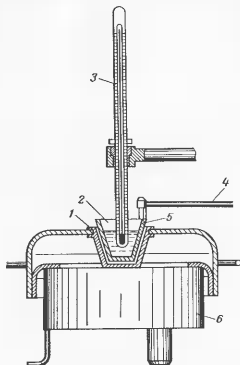


Рис. 1.28. Прибор ТВ для определения температуры вспышки в открытом тигле:
1 — нагревательная ванна; 2 — тигель; 3 — термометр; 4 — газовая горелка; 5 — асбестовая прокладка; 6 — электроплитка

тель штатива укрепляют термометр таким образом, чтобы резервуар со ртутью находился в центре тигля на расстоянии, равном от дна тигля и до поверхности растворителя. Затем прибор с трех сторон окружают экраном для защиты пламени от движения воздуха и устанавливают в вытяжном шкафу.

Ход определения. Определение ориентировочной температуры вспышки растворителя (этанола). Включив устройство, нагревают растворитель в тигле со скоростью 5–6 °С/мин, контролируя ее секундомером. Через каждые 5 °С повышения температуры зажигают газовую горелку 4, при этом длина пламени строго регулируется от 4 до 5 мм. Пламя газовой горелки проносят от одной стороны тигля до другой в течение 1–2 с на расстоянии 13–15 мм от поверхности этанола, помещенного в тигле. Если наблюдается вспышка паров растворителя, нагревание прекращают и фиксируют показания термометра в момент появления вспышки паров этанола. Эту температуру принимают за ориентировочную температуру вспышки — $T_{\text{вс}}$. Если же вспышки не произошло, нагревание растворителя продолжают, повторяя испытание на вспышку с помощью газовой горелки до тех пор, пока не будет отмечен момент вспышки растворителя и зафиксирована температура, которая принимается за ориентировочную температуру вспышки.

Определение температуры вспышки этанола. Основные испытания определения $T_{\text{вс}}$ растворителя проводят на трех образцах этанола с той же последовательностью, что и при предварительных испытаниях.

Этанол, помещенный в тигель ванны, нагревают до температуры вспышки. Затем нагревание производится со скоростью 20 °С/мин до температуры вспышки растворителя. После этого через каждый 1 °С проводят испытание на вспышку паров растворителя с помощью газовой горелки так же, как это производилось при определении ориентировочной $T_{\text{вс}}$. Определение повторяют трижды для трех порций растворителя. При каждом определении за температуру вспышки принимают показания термометра в момент появления пламени над всей поверхностью растворителя или над ее частью.

Расчет. Температуру вспышки $T_{\text{вс}}$ рассчитывают как среднее арифметическое из трех определений основных испытаний с поправкой на барометрическое давление.

Поправку Δt определяют по формуле (в соответствии с ГОСТ 12.1.044–84):

$$\Delta t = \frac{101,3 - P}{3,3} \cdot 0,9,$$

где P — фактическое барометрическое давление, кПа.

В журнал записывается весь ход определения $T_{\text{вс}}$ как при ориентировочных, так и при основных испытаниях.

Температуру вспышки $T_{\text{вс}}$ рассчитывают по формуле:

$$T_{\text{вс}} = a_0 + a_1 t_{\text{кип}} + \sum_{j=2}^n a_j b_j,$$

где a_0 — коэффициент, равный $-73,14^\circ\text{C}$; a_1 — безразмерный коэффициент, равный 0,659; $t_{\text{кип}}$ — температура кипения испытуемого растворителя, $^\circ\text{C}$; a_j — эмпирический коэффициент, значение которого зависит от вида структурной группы растворителя, $^\circ\text{C}$ (для группы О-Н значение $a_j = 23,9^\circ\text{C}$); b_j — число структурных групп вида j в молекуле.

Ниже приведены данные значения a_j для ряда структурных групп растворителей:

Структурная группа растворителя	$a_j, ^\circ\text{C}$	Структурная группа растворителя	$a_j, ^\circ\text{C}$
C — C	-2,030	C = O	11,660
C — H	1,105	O — H	23,900
C — O	2,470	N — H	5,830
C = C	1,720	C = N	12,130
C — N	14,150		

РАБОТА № 25. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСЛА КОАГУЛЯЦИИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ

Метод определения числа коагуляции растворителя основан на способности коллоксилина, растворенного в испытуемом растворителе, образовывать при добавлении бензина мути или осадок, не исчезающий во времени.

Реактивы, приборы

Растворитель 650 [1, с. 190]

Коллоксиллин высушенный, с вязкостью (1,8–1,2) Е

Бензин марки БР-1

Аналитические весы (точн. взв. 0,0001 г)

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 1,2 г высушенного коллоксилина и добавляют 38,8 г растворителя № 650. Колбу плотно закрывают и оставляют на 24 ч при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ (до получения однородного раствора). Затем к полученному раствору добавляют из бюретки бензин марки БР-1 при постоянном взбалтывании до появления не исчезающей мути или осадка коллоксилина на стенках колбы.

Расчет. Число коагуляции растворителя X_K (%) вычисляют по формуле

$$X_K = V\rho \cdot 100/m,$$

где V — количество бензина, добавленного в растворитель, мл; ρ — плотность бензина при $20 \pm 2^\circ\text{C}$, г/см³; m — масса раствора коллоксилина с добавкой растворителя, г.

ИСПЫТАНИЕ ЛАКОВЫХ И ПИГМЕНТИРОВАННЫХ СИСТЕМ В ЖИДКОМ И ПОРОШКООБРАЗНОМ СОСТОЯНИИ

РАБОТА № 26. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УСЛОВНОЙ ВЯЗКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Метод заключается в определении продолжительности истечения (в секундах) определенного объема лакокрасочного материала через сопло заданного размера. За условную вязкость принимают продолжительность истечения 100 мл материала через сопло диаметром 2; 4 или 6 мм.

Материалы, реактивы и приборы

Пентафталевая эмаль ПФ-214

Ксилол

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Вискозиметр ВЗ-246 (рис. 2.1) представляет собой дюралевый или пластмассовый цилиндрический сосуд типа воронки, переходящий в полый конус вместимостью $100 \pm 0,5$ мл. Верхний край цилиндрической части воронки имеет желоб для слива избытка испытуемого лакокрасочного материала. Коническая часть воронки заканчивается соплом. Используются сопла диаметром 2; 4 и 6 мм

Секундомер

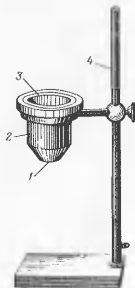


Рис. 2.1. Общий вид вискозиметра ВЗ-246;

1 — съемное сопло; 2 — воронка; 3 — желоб; 4 — штатив

Вариант 1. Определение условной вязкости эмали ПФ-214 в исходном состоянии

Подготовка к испытанию. Подготовка эмали. Эмаль ПФ-214 тщательно размешивается и фильтруется через сетку № 02-01 или через два слоя марли, после чего эмаль выдерживают в течение 5 мин для выхода пузырьков воздуха.

Подготовка вискозиметра. Вискозиметр ВЗ-246 с соплом 4 мм устанавливают в горизонтальном положении на штативе. Под сопло вискозиметра ставят стеклянный стакан; отверстие сопла закрывают.

Ход определения. В вискозиметр ВЗ-246 с соплом 4 мм вносят эмаль ПФ-214 до краев. Температура окружающей среды (или эмали) должна быть равна $20 \pm 0,5$ °С. Затем отверстие сопла открывается и

одновременно с появлением первой падающей капли эмали включается секундомер, который останавливают при появлении прерывающейся струи эмали. Проводится три таких определения. За величину условной вязкости эмали принимается среднее арифметическое трех измерений.

Вариант 2. Определение условной вязкости эмали ПФ-214 при рабочей консистенции

Подготовка к испытанию. Приготовление эмали. В эмаль добавляют растворитель (ксилол) из расчета достижения рабочей вязкости 30 ± 5 с по ВЗ-246 (сопло 4 мм). Растворитель добавляют малыми порциями, взвешенными с точностью до 0,0002 г. Вязкость эмали определяют, как описано в варианте 1 настоящей работы, после добавления каждой порции растворителя. Разбавление X (%) определяют по формуле

$$X = m \cdot 100 / m_1,$$

где m — масса эмали, г; m_1 — масса растворителя, израсходованного на получение эмали с рабочей вязкостью.

Ход определения. Определение вязкости эмали ПФ-214 при рабочей вязкости производится, как описано выше для эмали в исходном состоянии (вариант 1). Проводят три определения. За величину условной вязкости эмали принимают среднее арифметическое значение из трех определений.

Расчет. В журнал записывают весь ход определения вязкости эмали ПФ-214 в исходном и рабочем состоянии. Результаты приводятся в виде таблицы, составленной по следующей форме:

№ опыта	Материал	Количество растворителя, г	Продолжительность истечения, с	Среднее арифметическое значение из трех определений, с
Исходное состояние				
Рабочая консистенция				

РАБОТА № 27. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ЭМАЛЕЙ С ПОМОЩЬЮ ПИКНОМЕТРА

Метод заключается в определении массы воды в объеме пикнометра при 20°C ("водное число" пикнометра) и вычислении плотности эмали как отношения ее массы к "водному числу".

Материалы, реактивы, приборы

Эмаль ПФ-115

Этанол

Ксилол
Хромовая смесь
Дистиллированная вода
Пикнометр марки ПЖ-2 (см. рис. 1.27)
Электрический лабораторный сушильный шкаф

Подготовка к испытанию. Определение водного числа.

Пикнометр тщательно промывается хромовой смесью, дистиллированной водой, этанолом, высушивается при 100°C и взвешивается с точностью до $0,0002$ г. Затем в пикнометр при 20°C вносят до метки дистиллированную воду и помещают его в термостат при 20°C на 30 мин. При этом наблюдают за изменением уровня воды в пикнометре, который устанавливается по верхнему краю мениска. После того как уровень воды в пикнометре остается постоянным, удаляют избыток воды фильтровальной бумагой, пикнометр тщательно вытирают снаружи и взвешивают. Водное число $X_{\text{в.ч}}$ рассчитывают по следующей формуле:

$$X_{\text{в.ч}} = m_2 - m_1,$$

где m_1 — масса пустого пикнометра, г; m_2 — масса пикнометра с водой, г.

Подготовка пикнометра для определения плотности эмали. После определения водного числа из пикнометра выливают воду, высушивают его при 100°C в течение 5 мин.

Ход определения. Плотность эмали ПФ-115 определяют в том же пикнометре, в котором определяли водное число. В чистый и сухой пикнометр пипеткой осторожно (не задевая края) вносят эмаль при 20°C немного выше метки и помещают пикнометр, наполненный эмалью, в водяную баню, в которой выдерживают при той же температуре до тех пор, пока уровень эмали не станет постоянным. После этого пикнометр тщательно вытирают снаружи и взвешивают с точностью до $0,0002$ г.

Расчет. Плотность эмали ρ (г/см^3) вычисляют по формуле

$$\rho = m_3 - m_1/m,$$

где m_3 — масса пикнометра с эмалью, г.

Измерение повторяют три раза, беря за результат среднее арифметическое значение.

В журнал записывают ход определения водного числа и его расчет, ход определения и расчет плотности эмали. Полученные данные записываются в таблицу, составленную по форме

№ опыта	Материал	m , г	m_1 , г	m_2 , г	m_3 , г	ρ , г/см^3
1						

РАБОТА № 28. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ ПОРОШКОВЫХ КРАСОК

Сущность метода заключается в определении насыпной плотности порошковой краски по массе свободно насыпанного порошка в единице объема или по насыпному объему — величине, обратной насыпной массе.

Вариант 1. Определение насыпной плотности порошковой краски П-ВЛ-212

Материалы, приборы

Порошковая краска П-ВЛ-212 [1, с. 134–137]

Технические весы (точн. взв. 0,01 г)

Волюмометр (рис. 2.2)

Ход определения. Разъемный стакан 2 взвешивают и помещают на штатив 1 под волюмометр. Порошковую краску П-ВЛ-212 свободно насыпают в волюмометр через воронку 4. Проходя через рабочую часть волюмометра 3, краска поступает в разъемный стакан вместимостью 30 мл. Стеклой палочкой снимают избыток порошковой краски и взвешивают стакан.

Расчет. Насыпную плотность $\rho_{\text{нас}}$ (г/см^3) рассчитывают по формуле

$$\rho_{\text{нас}} = m/V,$$

где m — масса краски; V — объем краски в стакане, мл.



Рис. 2.2. Общий вид волюмометра

РАБОТА № 29. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПЛЕНКООБРАЗУЮЩИХ Веществ в ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Принцип метода заключается в определении количества нелетучих (X_1) и твердых веществ (X_2), содержащихся в лакокрасочном материале и расчете содержания в нем пленкообразующих веществ по разности найденных значений X_1 и X_2 .

Определение содержания нелетучих веществ в эмали ПФ-214

Метод заключается в нагревании навески эмали при заданной температуре до достижения постоянной массы.

Материалы, приборы

Пентафталевая эмаль ПФ-214

Ацетон

Чашка из жести толщиной 0,2–0,3 мм с бортиками и плоским дном, диаметром 70–90 мм (высота бортиков 5–10 мм)

Электрический сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Секундомер

Термометр

Подготовка к испытанию. Эмаль размешивают и фильтруют через сито № 02-01 или через два слоя марли. Чашку из жести тщательно протирают ветошью, смоченной ацетоном.

Ход определения. Чашку нагревают в сушильном шкафу при $140 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 5–10 мин, а затем помещают ее в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают на аналитических весах. После этого в чашку вносят 1,5–2 г эмали и снова взвешивают. Во избежание потери летучих веществ чашку с эмалью закрывают стеклянной пластинкой. После взвешивания, вращая чашку, распределяют эмаль тонким слоем по всей ее поверхности. Затем чашку с эмалью помещают в сушильный шкаф и нагревают при $140 \pm 2^\circ\text{C}$ до постоянной массы, взвешивая через каждые 5 мин.

Расчет. Содержание нелетучих веществ в эмали ПФ-214 X_1 (%) рассчитывают по формуле

$$X_1 = m_2 \cdot 100 / m_1,$$

где m_1 — масса навески эмали до нагревания, г; m_2 — масса навески эмали после нагревания, г.

Определение твердых веществ в эмали ПФ-214

Метод основан на экстрагировании пленкообразующего вещества растворителем из массы эмали и отделении твердого вещества центрифугированием.

Материалы, реактивы, приборы

Эмаль ПФ-214

Ксилол

Центрифуга с пробирками на 25 мл

Электрический сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Ход определения. Во взвешенную центрифужную пробирку вносят 2–3 г эмали, затем добавляют ксилол небольшими порциями (по 5–10 мл) и тщательно перемешивают содержимое пробирки стеклянной палочкой, смывая остаток эмали с палочки ксилолом. Пробирка должна быть заполнена раствором эмали не более чем на $\frac{3}{4}$ ее емкости. Затем пробирку помещают в центрифугу и включают ее. После центрифугирования раствор над осадком осторожно декантируют и вновь добавляют в пробирку ксилол в количестве 10 мл при размешивании его с осадком. Центрифугирование и декантирование повторяют до тех пор, пока капля

жидкости, взятая стеклянной палочкой из пробирки после центрифугирования, не будет оставлять масляного пятна на фильтровальной бумаге после улетучивания растворителя. Затем пробирку с осадком помещают в сушильный шкаф и нагревают до $105 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 30 мин. После этого пробирку охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Нагревают пробирку в сушильном шкафу при $105 \pm 2^\circ\text{C}$ до достижения постоянной массы, взвешивая ее через каждые 10 мин.

Расчет. Содержание твердых веществ в эмали X_2 (%) рассчитывают по формуле

$$X_2 = m_2 \cdot 100 / m_3,$$

где m_2 — масса высушенного осадка, г; m_3 — масса навески эмали, г.

Содержание пленкообразующих веществ в эмали ПФ-214 X (%) определяют расчетным путем по формуле

$$X = (X_1 - X_2) \cdot 100.$$

РАБОТА № 30. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПЛЕНКООБРАЗУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ПОРОШКОВЫХ КРАСКАХ

Метод заключается в определении количества минеральных веществ, содержащихся в порошковой краске, и расчете содержания пленкообразующих веществ в краске по разности.

Материалы, реактивы, приборы

Порошковая поливинилбутиральная краска П-ВЛ-212 [1, с. 134–137]

Этанол

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Центрифуга

Муфельная печь

Вариант 1. Определение содержания минеральной части порошковой краски методом центрифугирования (для красок П-ВЛ-212 любого цвета, кроме белого)

Ход определения. В колбу вместимостью 250 мл с обратным холодильником помещают навеску краски в количестве 2 г и растворяют ее в 100 мл этанола при нагревании в течение 2 ч. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры и заливают в тарированные пробирки (по 7–10 г) и центрифугируют.

Содержание минеральных веществ X_1 (%) вычисляют по формуле¹

$$X_1 = \frac{(m + V\rho)(m_3 - m_1) \cdot 100}{m(m_2 - m_1)},$$

где m — масса навески сухой краски, г; V — объем растворителя, израсходованного на растворение сухой краски, мл; ρ — плотность растворителя, г/см³; m_3 — масса пробирки с минеральной частью краски после высушивания, г; m_1 — масса пробирки, г; m_2 — масса пробирки с раствором сухой краски.

Расчет. Содержание пленкообразующих веществ в краске X (%) вычисляют по формуле $X = 100 - X_1$.

Вариант 2. Определение содержания минеральной части краски методом сжигания (только для краски П-ВЛ-212 белого цвета)

Ход определения. Фарфоровый тигель с крышкой прокаливают в муфельной печи при 600°C до постоянной массы, затем охлаждают до комнатной температуры, помещают в него 1,0–1,5 г порошковой краски и сжигают в муфельной печи при 600°C в течение 10 мин. После охлаждения тигель взвешивают и вычисляют содержание минеральных веществ в краске X_1 (%) по следующей формуле:

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_1) \cdot 100}{m_2 - m_1},$$

где m_3 — масса тигля с минеральной частью краски после прокаливания, г; m_1 — масса тигля, г; m_2 — масса тигля с навеской краски до прокаливания, г.

Расчет. Содержание пленкообразующих веществ в краске X (%) вычисляют по формуле $X = 100 - X_1$.

РАБОТА № 31. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УКРЫВИСТОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Вариант 1. Определение укрывистости пентафталевой эмали ПФ-1126 визуальным методом с помощью черно-белой "шахматной доски"

Принцип метода заключается в нанесении эмали на стеклянную пластинку до тех пор, пока черные и белые квадраты на "шахматной доске", подложенной под окрашенную пластинку, не перестанут просматриваться.

Материалы, приборы

Эмаль ПФ-1126

Сольвент

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

"Шахматная доска"

Подготовка к испытанию. В эмаль ПФ-1126 вводят сиккатив НФ в следующем соотношении: на 100 масс. ч. эмали — 4 масс. ч. сиккатива. Полученную смесь перемешивают и разбавляют сольвентом, добавляя его в количестве не более 30–40 % от массы эмали до получения эмали с рабочей вязкостью 15–26 с по ВЗ-246 (сопло 4 мм). Затем эмаль фильтруют через сито с сеткой № 0125.

Ход определения и расчет — см. работу № 20 (вариант 1).

Вариант 2. Определение укрывистости эмали ПФ-1126 по коэффициенту контрастности

Материалы, приборы и подготовку к испытанию — см. вариант 1 настоящей работы.

Ход определения и расчет — см. работу № 20 (вариант 2).

**Вариант 3. Определение укрывистости эмали ПФ-1126
инструментально-математическим методом
с использованием ЭВМ**

Сущность метода состоит в определении коэффициента яркости неукрывающего и переукрывающего слоя покрытия, помещенных на черную и белую подложки.

Материалы, приборы

Аналитические весы (точн. взв. 0,0001 г)

Цифровая электронная вычислительная машина типа "Проминь М"

Остальные материалы и приборы — см. вариант 1 настоящей работы

Подготовка к испытанию. Получение эмали ПФ-1126 с рабочей вязкостью 15–26 с по ВЗ-246 — см. вариант 1 настоящей работы.

Получение покрытий. На две стеклянные пластинки размером 90X120X1,4 мм, подготовленные, как указано в работе № 40, наносят эмаль ПФ-1126 с вязкостью 26 с по ВЗ-246 (сопло 4 мм). На одну пластинку наносят эмаль таким образом, чтобы она не перекрывала подложку, а на вторую — значительно переукрывала. Отверждение пленки производится при 20 °С в течение 15 ч. Перед отверждением определяют укрывистость эмали на обеих пластинках по "шахматной доске".

Ход определения. Определяют коэффициент яркости, как указано в работе № 20 (вариант 2), для неукрытого слоя пленки R_0 и для переукрытого слоя — R_∞ . Затем определить толщину неукрытого слоя H (мм) весовым методом (см. работу № 21).

Расчет. Укрывистость Y (м²/л) вычисляют по формуле $Y = H_K^{-1}$, где H_K^{-1} — толщина покрытия с коэффициентом контрастности 0,98, обеспечивающего полное укрытие черно-белой контрастной подложки, мм. Толщину укрывающего слоя H_K (мм) вычисляют по формуле

$$H_K = H \frac{\ln[(1 - R_{OK} \cdot R_\infty)/(1 - R_{OK}/R_\infty)]}{\ln[(1 - R_0 \cdot R_\infty)/(1 - R_0/R_\infty)]},$$

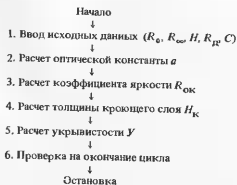
где H — толщина неукрывающего слоя, мм; R_{OK} — коэффициент яркости покрытия толщиной H_K .

Коэффициент яркости R_{OK} рассчитывают по формуле

$$R_{OK} = \left[\left(Ca + \frac{1-C}{2R_D} \right) - \sqrt{\left(Ca + \frac{1-C}{2R_D} \right)^2 - C} \right],$$

где R_D — коэффициент яркости белой пластины; a — оптическая константа, вычисленная по формуле: $a = (1/R_\infty + R_\infty)/2$.

Для ускорения обработки экспериментальных данных и расчета укрывистости для целой серии образцов одновременно следует использовать электронно-вычислительную машину. Ниже приводится универсальная блок-схема расчета укрывистости инструментально-математическим методом:



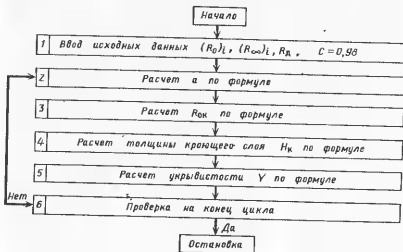
В рабочий журнал результаты испытаний записываются в виде таблицы, составленной по следующей форме:

№ опыта	Материал	№ образца	Метод	Вязкость, с	H_K , мкм	H , мкм	Коэффициент яркости				Укрывистость Y , г/м ²
							R_0	R	R_{OK}	R_d	

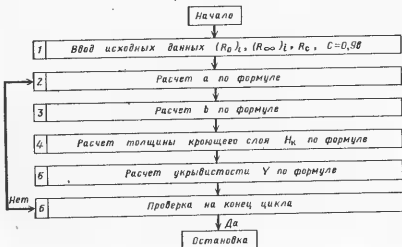
Для пересчета укрывистости в м²/л на тот же показатель в размерности г/м² полученное значение H_K следует умножить на плотность пленки ρ (см. работу № 19).

Ниже в качестве примера приведены две блок-схемы расчета укрывистости инструментально-математическим методом.

Блок-схема №1 расчета укрывистости с применением черна-белой подложки



Блок-схема №2 расчета укрывистости с применением серой подложки



РАБОТА № 32. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ДИСПЕРСНОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Метод заключается в определении наименьшей толщины слоя лакокрасочного материала (грунтовки, эмали, краски), помещенного в клинообразный паз, откалибровочный по глубине канавки прибора "Клин", при которой перестают быть видимыми отдельные неперетертые агрегаты частиц пигмента.

Материалы, приборы

Эмаль ПФ-1126

Прибор "Клин" (см. рис. 1.20). Существует четыре модификации прибора с различными пределами измерений:

Пределы измерения прибора, мкм	Цена деления шкалы	Степень дисперсности (перетира), мкм
0-150	10,0	90 и более
0-100	10,0	40-90
0-50	5,0	15-40
0-25	2,0	0-15

Подготовка к испытанию. Эмаль ПФ-1126 тщательно перемешивают и фильтруют через слой марли.

Ход определения. Прибор помещают на плоскую ровную поверхность. Эмаль ПФ-1126 вводят в паз 2 плиты 1 прибора "Клин" (см. рис. 1.20) в количестве, достаточном для заполнения всей клинообразной ка-

навки. Держа скребок 4 обеими руками перпендикулярно плоскости плиты, слегка нажимают на него таким образом, чтобы верхняя часть плоскости плиты при перемещении скребка оставалась чистой. После распределения эмали по канавке определяют положение границы сплошных видимых агрегатов, которое и является мерой степени перетира. Смотреть следует сбоку (примерно под углом $20-30^\circ$). Отдельные агрегаты, видимые за границей сплошной массы эмали, во внимание не принимаются, если их число на протяжении 10 мм по длине канавки не превышает 5. В случае видимости на этом промежутке 20 и более агрегатов степень перетира характеризуется двумя показателями в виде дроби: в числителе ставится значение шкалы, соответствующее границе сплошных видимых агрегатов, а в знаменателе — значение шкалы, до которого доходят отдельные агрегаты. Испытание проводится три раза.

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы, составленной по следующей форме:

Материал	Метод определения	Степень, перетира, мкм			Степень перетира, мкм (среднее значение)
		1	2	3	

За результат принимается среднее арифметическое результатов трех определений.

РАБОТА № 33. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА ПОРОШКОВЫХ КРАСОК

Вариант 1. Определение дисперсного состава порошковой краски П-ЭП-45 методом ситового анализа

Метод заключается в определении содержания отдельных фракций порошка в краске.

Материалы, приборы

Порошковая эпоксидная краска П-ЭП-45 [1, с. 137–139]

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Сито № 01 (число ячеек на 1 см^2 — 3460, число меш — 150)

Ход определения. Навеску 30 г порошковой краски П-ЭП-45 просеивают через медное вибросито № 01 в течение 30 мин, а затем взвешивают остаток на сите.

Расчет. Массу фракции порошка, не прошедшего через сито, выражают в процентах по отношению к исходной навеске порошковой краски, принимаемой за 100 %. Найденная величина должна составлять не более 2 %.

**Вариант 2. Определение дисперсного состава
порошковой краски П-ЭП-45 микроскопическим методом**

По этому методу размер частиц определяют с помощью микроскопа

Материалы, приборы

Порошковая эпоксидная краска П-ЭП-45

Биологический микроскоп МБИ-6

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Ход определения. Порошковую краску П-ЭП-45 в количестве 1 г насыпают на часовое стекло и помещают под окуляр микроскопа, измеряя величину изображения одной частицы в делениях микроскопа. Условно принимают число частиц n -ного размера и по полученным данным визуальных наблюдений рассчитывают средний диаметр частиц $d_{\text{ср}}$ из 10 определений при проведении трех испытаний.

Расчет. Результаты микроскопического анализа размера частиц порошковой краски записывают в журнал в виде таблицы:

№ опыта	Число измерений	Величина изображения одной частицы в делениях микроскопа	Число частиц условно принятого размера n	Сумма величин изображения частиц в делениях микроскопа ΣL	Диаметр частиц n -ного размера $d = \Sigma L / (40 \Sigma n)$

Средний размер частиц $d_{\text{ср}}$ вычисляют по формуле

$$d_{\text{ср}} = (d_1 + d_2 + d_3) / 3,$$

где d_1, d_2, d_3 – средние величины диаметра частиц соответственно 1-, 2- и 3-го опытов по 10 измерениям в каждом опыте.

**РАБОТА № 34. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТЕКАЕМОСТИ
(РОЗЛИВА) ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Материалы, приборы

Эмаль ПФ-187

Эмаль ПФ-115

Ацетон

Сольвент

Вискозиметр ВЗ-246 с соплом 4 мм

Секундомер

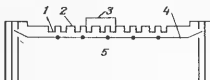
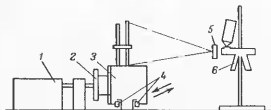


Рис. 2.3. Приспособление для нанесения пяти пар параллельных полос, лакокрасочного материала:

1 – канавки; 2 – выступы; 3 – направляющая; 4 – внутренняя грань прибора (точками обозначены места нанесения полос)

Рис. 2.4. Схема прибора для нанесения лакокрасочного материала:
1 — привод; 2 — цепная передача; 3 — каретка; 4 — направляющая; 5 — образец; 6 — краскораспылитель



Прибор для нанесения пяти пар параллельных полос материала (рис. 2.3) толщиной 0,25–4,0 мм. Прибор имеет канавки следующих размеров: глубина канавки 0,25, 0,50, 1,0, 2,0, 4,0, ширина канавки 1,6 мм и ширина выступа 25 мм

Устройство для нанесения материала методом пневматического распыления (рис. 2.4) состоит из приспособления для перемещения образца со скоростью 14 м/мин и неподвижно закрепленного пневматического распылителя КРН-3 (или любой другой системы), отрегулированного на производительность по расходу лакокрасочного материала 0,14 кг/мин при расстоянии между соплом краскораспылителя и окрашиваемой поверхностью 450 мм

Профилограф-профилометр типа 201 (рис. 2.5), действие которого основано на принципе ощупывания поверхности покрытий алмазной иглой с весьма малым радиусом закругления и преобразования колебаний иглы в изменение напряжения индуктивным методом. Профилограф-профилометр — высокочувствительный прибор, позволяющий воспроизводить на электротермической диаграммной бумаге линию неоднородности поверхности с вертикальным увеличением от 1000 до 2000 и с горизонтальным увеличением от 2 до 4000.

Вариант 1. Определение растекаемости лакокрасочных материалов, наносимых кистью

Методика заключается в нанесении пяти пар параллельных полос материала и определении степени растекаемости по числу слившихся полос.

Подготовка к испытанию. Стеклоянные пластины размером 200X100X1,2 мм протирают тканью, смоченной ацетоном. Эмаль ПФ-187 разбавляют сольвентом до вязкости 100–120 с по ВЗ-246 (сопло 4 мм).

Ход определения. С помощью прибора (см. рис. 2.3) наносят пять пар полос эмали следующим образом. Прибор устанавливают на стеклянную пластинку, прикрепляют к ней направляющую для параллельного перемещения прибора так, чтобы получаемые полосы наносимой эмали были расположены параллельно длинной грани пластины. Затем боковая плоскость прибора подводится к направляющей и по всей длине внутренней грани прибора наносится 10 см² эмали при вязкости 100 с. Прибор прижимают рукой к поверхности пластины и направляющей передвигают его быстрым равномерным движением к противоположной грани пластины, оставляя пластину в горизонтальном положении. По истечении 1–6 ч, что соответствует степени высыхания 1 для эмали ПФ-187 производят оценку степени растекания пяти пар параллельных полос по десятибалльной шкале "розлива", выражая относительной величиной от 1 до 10: степень 10 — все пять полос соединены; 8 — четыре полосы

соединены; 6 — три полосы соединения; 2 — одна полоса разъединена; 0 — все полосы разъединены.

Расчет. Растекаемость оценивается по приведенной выше системе и выражается соответствующим баллом. Если же полосы эмали соединены частично, то растекаемость оценивается промежуточными степенями — 1, 3, 5, 7, 9. Например, если две пары полос соединены по всей длине, а последующая полоса частично, растекаемость оценивается степенью 5.

Вариант 2. Определение растекаемости лакокрасочных материалов, наносимых пневматическим распылением

Метод заключается в измерении степени шероховатости поверхности покрытия (профиля поверхности) с помощью профилографа-профилометра, так как профиль поверхности покрытия меняется пропорционально способности лакокрасочного материала растекаться при нанесении.

Подготовка к испытанию. Металлические пластины из стали 08 кп размером 150X70X1,2 мм подготавливают способом, описанным в работе № 37 (вариант 1). Эмаль ПФ-115 разбавляют сольвентом до вязкости 28–30 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 4 мм) и фильтруют через сито с сеткой № 0. Эмаль наносят с помощью устройства, приведенного на рис. 2.4. Окрашивание производится таким образом, чтобы струя от краскораспылителя была направлена в центр окрашиваемой пластины перпендикулярно к ней. При окрашивании пластину проводят перед краскораспылителем 4 раза: вначале два прохода, а затем (по истечении 2 мин) еще два прохода. Покрытия отверждают при 105 °С в течение 35 мин.

Ход определения. Пластины с покрытием (образец) помещают на столик 2 (см. рис. 2.5) и на поверхность покрытия устанавливают датчик 3 вертикальным перемещением мотопривода 4 с датчиком по стойке 1. Для этого необходимо ослабить стопор маховиком 8, крепящим каретку с мотоприводом на вертикальной стойке 5 и, вращая маховик 9, установить датчик на поверхность покрытия, застопорив каретку на стойке маховиком 8. Затем вращают маховик 9 до тех пор, пока стрелка контрольного прибора 11 не окажется на участке нижнего прямоугольника; при этом тумблер 12 должен находиться в положении "Выход усилителя". Поворотом переключателя 7 устанавливают скорость трассирования датчика 10 мм/мин. Вращением переключателя 16 записывающего прибора устанавливают скорость перемещения бумаги, равную 80 мм/с.

Переключатель 13 устанавливают в положение "ЗП" (записывающий прибор). Затем включают переключатель 17 записывающего устройства в положение "Выключено". Отведя рычаг 6 вправо до упора, производят

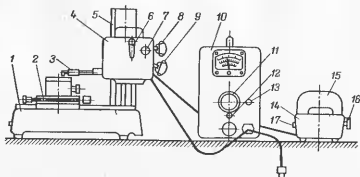


Рис. 2.5. Схема профилографа-профилометра (модель 201):

1 — стойка; 2 — столик; 3 — датчик; 4 — мотопровод; 5 — вертикальная стойка; 6 — рычаг; 7 — переключатель скоростей датчика; 8, 9 — маховики; 10 — электронный блок; 11 — контрольный прибор; 12 — тумблер; 13 — переключатель вида работ; 14 — записывающее устройство; 15 — откидная крышка; 16 — переключатель скоростей ленты; 17 — переключатель записывающего устройства

включение хода датчика по поверхности покрытия и снимают профилограмму. Запись профилограммы осуществляется при максимальной длине хода датчика 40 мм; вертикальное увеличение при записи — 2000—4000; горизонтальное — 4.

Расчет. Размер неровностей характеризуется высотой h и основанием l и оценивается в баллах по пятибалльной системе, как указано в приводимой ниже таблице:

Балл	Высота неровностей h , мкм	Основание неровностей l , мм
5	0	0
4	3,5	1,2
	3,5—2	1,0
3	3,5	2,0—1,2
	3,5—2,0	1,7—1,0
	2,0	1,0

Балл	Высота неровностей h , мкм	Основание неровностей l , мм
2	3,5	3,0—2,0
	3,5—2,0	3,0—1,7
	2,0	2,0—1,0
1	3,5—2,0	3,0
	2,0	2,0

Результаты испытаний записываются в журнал в виде таблицы, составленной по следующей форме:

№ образца	Покрытие	Способ подготовки подложки	Вязкость, с		Высота неровностей h , мкм	Основание неровностей l , мм	Оценка, баллы
			исходная	рабочая			

РАБОТА № 35. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТЕКАЕМОСТИ ПОРОШКОВЫХ КРАСОК

Метод основан на способности порошковых красок образовывать расплав и заключается в измерении следа расплава, полученного при заданных температуре и времени.

Материалы, приборы

Порошковая эпоксидная краска П-ЭП-45

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Пресс-форма (рис. 2.6)

Устройство для определения растекаемости порошковых красок (рис. 2.7) представляет собой две металлические плоскости: наклонную 1 и горизонтальную 2, расположенные друг к другу под углом 60° . На горизонтальной плоскости имеется паз для размещения стеклянной пластинки размером $120 \times 90 \times 1,2$ мм

Аналитические весы (точн. взв. 0,01 г)

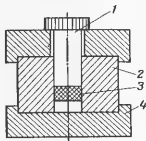


Рис. 2.6. Пресс-форма для табелирования порошковых красок:
1 — пуансон; 2 — матрица; 3 — таблетка; 4 — корпус

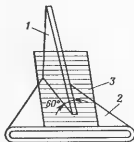


Рис. 2.7. Устройство для определения растекаемости порошковых красок:
1 — наклонная плоскость; 2 — горизонтальная плоскость, 3 — стеклянная пластинка

Подготовка к испытанию. Навеску 3 г порошковой краски помещают в цилиндр матрицы пресс-формы и с помощью гидравлического пресса при давлении 15,0 МПа прессуют две таблетки диаметром по 25 мм каждая.

Ход определения. В паз на горизонтальной плоскости устройства (см. рис. 2.7) помещают стеклянную пластинку, ставят устройство с пластинкой в электрический сушильный шкаф, предварительно нагретый до 180°C , и выдерживают при этой температуре 10 мин. Затем на верхнюю часть пластинки помещают две спрессованные ранее таблетки порошковой краски и выдерживают при этой же температуре в течение 15 мин. Образующийся расплав стекает по наклонной плоскости пластинки.

Расчет. За меру растекаемости порошковой краски принимается длина следа l (мм), измеряемая линейкой. Результаты записываются в таблицу, составленную по следующей форме:

№ образца	Краска	Режим приготовления таблетки			Режим получения расплава		Растекаемость l , мм
		давление, МПа	температура, °С	продолжительность, мин	температура, °С	продолжительность, мин	

РАБОТА № 36. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫПУЧЕСТИ ПОРОШКОВЫХ КРАСОК

Метод основан на способности порошковых красок к сыпанию, зависящей от внутреннего трения между частицами порошка. Сыпучесть оценивается по углу естественного откоса либо по скорости высыпания краски из отверстия заданного размера.

Материалы, приборы

Порошковая поливинилхлоридная краска П-ХВ-716

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Прибор для определения сыпучести по углу естественного откоса (рис. 2.8) состоит из деревянного столика 1, имеющего установочные винты (опоры) 2 и два

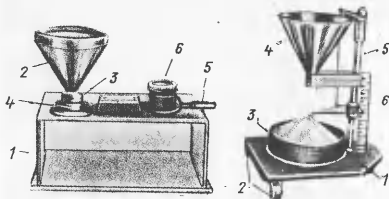


Рис. 2.8. Прибор для определения сыпучести порошков по углу естественного откоса:

1 — столик; 2 — опоры; 3 — металлическая чаша; 4 — конус; 5 — стойка; 6 — втулка

Рис. 2.9. Прибор для определения сыпучести порошков по скорости высыпания: 1 — станина; 2 — воронка; 3 — сопло; 4 — задвижка; 5 — ручка; 6 — головка секундомера

уровня, с помощью которых столик устанавливается в строго горизонтальном положении. В центре основания столика имеется гнездо, в которое вставляется металлическая чаша 3, внутри которой находится основание из винипласта высотой 10 мм. Между внутренними стенками чаши и основанием имеется зазор, в который поступает избыточная часть краски при насыпании ее через конус 4. В центре основания имеется стальная игла, позволяющая устанавливать воронку по центру конуса. На одном из углов столика укреплен стойка 5, на которой смонтирована свободно движущаяся втулка 6 со стопорным винтом. Путем перемещения втулки на стойке подбирается скорость осыпания краски, которая при всех определенных углах естественного откоса должна быть одинаковой. К втулке приварена стальная пластинка-указатель, служащая кронштейном для воронки, а также указателем высоты конуса. Воронка вместе с указателем может свободно перемещаться как вокруг стойки, так и вдоль нее, что дает возможность устанавливать ее по центру конуса с порошком краски на любой высоте.

Прибор для определения сыпучести по скорости сыпания порошковой краски (рис. 2.9) состоит из станины 1, на верхней плоскости которой укреплен воронка 2 с углом конусности 60° . Воронка имеет съемные сопла 3 с диаметром отверстий от 6 до 10 мм. Отверстие сопла закрывается задвижкой 4 с длинной ручкой 5, соприкасающейся с головкой секундомера 6.

Вариант 1. Определение сыпучести порошковой краски П-ХВ-716 по углу естественного откоса

Ход определения. Краска П-ХВ-716 насыпается в воронку (см. рис. 2.8) до тех пор, пока основание конуса полностью не покроется порошковой краской, а избыток ее начнет осыпаться в зазор между основанием и стенкой чаши. Затем пластинку-указатель осторожно опускают на вершину конуса 4 и закрепляют на стойке. При помощи линейки 10 измеряют высоту конуса.

Расчет. Угол естественного откоса порошковой краски $\text{tg } \beta$ вычисляется по формуле

$$\text{tg } \beta = 2h/d,$$

где h — высота конуса, мм; d — диаметр основания, мм.

Вариант 2. Определение сыпучести порошковой краски П-ХВ-716 по сыпанию порошка

Ход определения. Навеску 100 г порошковой краски насыпают в воронку 2 (рис. 2.9) и определяют продолжительность ее высыпания через сопло 3 заданного размера (например, 6 мм).

Расчет. Сыпучесть X (г/с) рассчитывают по формуле

$$X = m/\tau,$$

где m — масса навески порошковой краски, г; τ — продолжительность насыпания порошковой краски, с.

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ К ИСПЫТАНИЮ

РАБОТА № 37. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ ПЛАСТИН (ОБРАЗЦОВ) ИЗ ЧЕРНЫХ МЕТАЛЛОВ ПЕРЕД ОКРАШИВАНИЕМ

Подготовка пластин перед окрашиванием является первой операцией в цикле получения лакокрасочных покрытий. Существует несколько способов подготовки поверхности черных металлов перед нанесением лакокрасочных материалов. Наиболее часто из них используются: механическая обработка с последующим обезжириванием; механическая обработка, обезжиривание и фосфатирование; механическая обработка, обезжиривание и нанесение фосфатирующей грунтовки.

Материалы, реактивы, приборы

Фосфатирующая грунтовка ВЛ-02

Моющий концентрат КМ-1

Фосфатирующий концентрат КФ-1

Пассиватор — Fe_2O_3

Хлороводородная кислота, концентрированная

Гидроксид натрия, 0,1 н. раствор

Фенолфталеин

Тетрахлорид углерода

Монофосфат цинка

Хлорид натрия

Красная кровяная соль $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_4$

Уайт-спирит

Бензол

Активатор АФ-1

Нитрат натрия

Нитрит натрия

Фуксин

Вискозиметр ВЗ-246

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002)

Краскораспылитель марки КРУ-1

Установка для ультразвуковой обработки пластин (рис. 3.1)

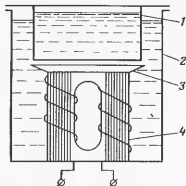


Рис. 3.1. Установка для ультразвуковой обработки пластин:

1 — ванна для рабочего раствора; 2 — ультразвуковая ванна; 3 — мембрана преобразователя; 4 — магнитно-стрикционный преобразователь ПМС-6

Вариант 1. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности с последующим обезжириванием

Подготовка к работе. Приготовление моющего раствора из концентрата КМ-1 путем растворения его в дистиллированной воде; концентрация раствора — 15 г/л.

Приготовление раствора фуксина. Навески 2 г фуксина и 10 г феиола и 100 мл глицерина растворяют в 200 мл дистиллированной воды при 60 °С.

Ход определения. Поверхность металлической пластинки очищают вручную наждачной шкуркой от окалины, ржавчины и механических загрязнений. После этого пластинку протирают ветошью, смоченной уайт-спиритом, а затем обезжиривают раствором КМ-1 следующим образом. Раствор концентрата КМ-1 нагревают в стеклянной ванночке до 60 °С на закрытой электрической плитке и выдерживают пластинки в растворе при этой температуре в течение 10 мин. Затем пластинки вынимают из раствора, промывают в проточной горячей и холодной воде и высушивают в электрическом сушильном шкафу при 110–120 °С в течение 15 мин.

Контроль качества обезжиривания осуществляется весовым или фуксиновым методом. При весовом методе обезжиренную металлическую пластинку взвешивают на аналитических весах, затем протирают ветошью, смоченной эффективным растворителем (тетрахлоридом углерода), и вновь взвешивают с той же точностью.

Качество очистки пластинки X (мг/см²) оценивают по разности масс пластинки после обработки до протирки эффективным растворителем и после обезжиривания:

$$X = (m_1 - m_2)/S,$$

где m_1 — масса пластинки до обработки CCl_4 , мг; m_2 — масса пластинки после обработки CCl_4 , мг; S — площадь обработанной поверхности пластинки, см².

При фуксиновом методе поверхность пластинки смачивают раствором фуксина в течение 5 мин, а затем тщательно промывают пластинку под струей воды. Следы жиров и масел, имеющих на пластинке, оставляют ярко-красные пятна. Допускается наличие не более двух пятен. Если на подготовленной поверхности пластинки обнаруживается более двух пятен, операцию обезжиривания следует повторить.

Расчет. В журнал записывают все проводимые операции по механической обработке поверхности металла и обезжириванию в виде таблицы:

№ пластины	Способ механической очистки	Режим обезжиривания				Контроль качества обезжиривания		
		состав раствора, %	концентрация, г/л	температура, °С	продолжительность, мин	весовым методом		Фуксиновым методом, число пятен
						m_1 , мг	m_2 , мг	X , мг/см ²

Вариант 2. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности и последующего обезжиривания с применением ультразвука

Подготовка к испытанию. Механическая обработка поверхности пластин из стали 08 кп с помощью наждачной шкурки и обезжиривание раствором КМ-1 производится по методике, описанной в варианте 1 настоящей работы. Приготовление правильного раствора: в дистиллированную воду добавляют хлороводородную кислоту из расчета получения раствора концентрацией 150–200 г/л.

Ход определения. Испытания проводятся в установке для ультразвуковой обработки (см. рис. 3.1). В ванну 1 помещают правильный раствор, а ультразвуковую ванну 2 заполняют водой. Первую партию пластин (не менее трех) помещают в правильный раствор, в котором проводится травление при 40 °С в течение 15 мин при отключенном генераторе ультразвуковых колебаний. Затем из ванны выливают использованный правильный раствор и наливают свежий. Помещают в раствор еще три пластинки, предварительно обработанные механическим способом, как указано в варианте 1 настоящей работы. После этого включают генератор ультразвуковых колебаний и проводят травление при 40 °С в течение 5 мин. Для контроля качества обезжиривания используется весовой метод (см. вариант 1 настоящей работы).

Расчет. В журнал записывают весь процесс подготовки пластин, включая механическую обработку поверхности металла, травление образцов хлороводородной кислотой при воздействии и без воздействия ультразвука. Сравнительные данные оформляются в виде таблицы:

№ пластины	Условия травления	Режим травления		Контроль качества обработки			
		температура, °С	продолжительность, мин	до обработки, мг	после обработки, мг	относительное уменьшение массы	

Без воздействия ультразвука
При воздействии ультразвука

Вариант 3. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности с последующим обезжириванием и фосфатированием

Подготовка к испытанию. Механическая обработка поверхности пластин из стали 08кп с помощью наждачной шкурки и обезжиривание раствором КМ-1 производится по методике, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

Приготовление фосфатирующего рабочего раствора. Навески 20 г монофосфата цинка, 20 г нитрата натрия и 1 г нитрита натрия растворяют в 1 л дистиллированной воды. Общая и свободная кислотность фосфатирующего раствора определяется прямым титрованием и выражается числом точек. Для этого в колбу помещают 10 мл раствора и титруют 0,1 н. раствором NaOH в присутствии индикатора — фенолфталеина. Число точек — объем раствора NaOH, израсходованного на титрование, мл. Общая кислотность полученного раствора — 20, свободная — 3—5 точек.

Ход определения. Приготовленный фосфатирующий раствор наливают в ванночку и погружают в него пластинки при 75—80 °С, выдерживая при этой температуре в течение 10 мин. Затем пластинки извлекают из фосфатирующего раствора, промывают проточной горячей и холодной водой, после чего высушивают при 120 °С в течение 15 мин.

Оценка качества полученного фосфатного слоя производится по определению пористости пленки, характеризующей защитные свойства фосфатного слоя.

Пористость определяется следующим образом. Пластинку с фосфатным слоем выдерживают 30 с в 5 %-ном растворе хлорида натрия, содержащем 2 г/л $K_3Fe(CN)_4$. После этого пластинку промывают в проточной холодной воде и обдувают сжатым воздухом. Если образуется пористое покрытие, то в местах пор наблюдается окрашивание в синий цвет. В зависимости от назначения изделия в ТУ на получение фосфатного слоя оговаривается допустимое число синих точек на 1 м² окрашиваемой поверхности.

Расчет. В журнал записывают весь процесс подготовки образцов перед фосфатированием, включая механическую обработку поверхности пластинок, обезжиривание; приготовление фосфатирующего раствора и контроль его качества; проведение процесса фосфатирования и контроль полученной фосфатной пленки.

Результаты испытания оформляют в виде таблицы:

№ образца	Способ механической обработки	Режим обезжиривания					Режим фосфатирования				
		состав раствора, %	концентрация раствора, г/л	температура, °С	продолжительность, мин	контроль качества поверхности, г/см ²	кислотность раствора, точки		температура, °С	продолжительность, мин	контроль качества поверхности, число пятен на 1 м ²
							общая	свободная			

Вариант 4. Подготовка металлических пластин к испытанию способом механической обработки поверхности с последующим обезжириванием и нанесением фосфатирующей грунтовки

Подготовка образцов. Механическая обработка пластин и обезжиривание проводятся аналогично тому, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Подготовка фосфатирующей грунтовки. Двухкомпонентную грунтовку ВЛ-02, состоящую из основы и разбавителя, перед нанесением смешивают в соотношении 4:1 (по массе). После этого грунтовку выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение 30 мин, а затем разбавляют ксилолом до вязкости 20 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом диаметром 4 мм (см. работу № 24).

Ход определения. Грунтовку ВЛ-02 наносят методом пневматического распыления краскораспылителем КРУ-1 в один слой. Толщина пленки, определяемая микрометром МА-0,25 (см. вариант 1 работы № 46), должна составлять не более 6–8 мкм. Пленку отверждают при 20 °С в течение 10–15 мин.

Расчет. В рабочий журнал записывают последовательно все операции подготовки поверхности металлических пластин: механическую обработку; обезжиривание, включая контроль его качества; процесс подготовки и нанесения фосфатирующей грунтовки; измерение ее толщины. Резуль-

таты испытания оформляются в виде таблицы:

№ пластины	Способ механической обработки	Режим обезжиривания (см. табл., приведенную в варианте 3 настоящей работы)	Режим нанесения фосфатирующей грунтовки				Толщина готовой пленки, мкм
			способ нанесения	рабочая вязкость, с	температура сушки, °С	продолжительность сушки, мин	

РАБОТА № 38. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ ПЛАСТИН (ОБРАЗЦОВ) ИЗ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ ПЕРЕД ОКРАШИВАНИЕМ

Для подготовки поверхности цветных металлов применяется химическое и электрохимическое оксидирование.

Реактивы, приборы

Серная кислота, 50 %-ный раствор
 Азотная кислота, 50 %-ный раствор
 Ортофосфорная кислота, 25 %-ный раствор
 Щавелевая кислота, 50 %-ный раствор
 Тринитрат фосфата
 Карбонат натрия
 Силикат натрия
 Хлорид калия
 Бихромат натрия
 Перманганат калия
 Гидроксид натрия, 5 %-ный раствор
 Фторид натрия
 Бихромат калия, 25 %-ный раствор
 Дистиллированная вода
 Электрическая плитка с терморегулятором
 Электрический лабораторный сушильный шкаф
 Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)
 Установка для анодного оксидирования (рис. 3.2)

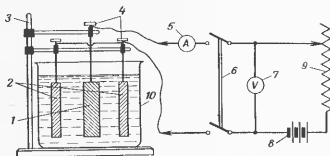


Рис. 3.2. Схема установки для анодного оксидирования.

1 – анод; 2 – катоды; 3 – штатив; 4 – зажимы; 5 – амперметр; 6 – переключатель; 7 – вольтметр; 8 – источник постоянного тока; 9 – сопротивление; 10 – ванна для электролита

Вариант 1. Подготовка к испытанию пластин из алюминия или его сплавов методом химического оксидирования

Подготовка к работе. Травление алюминиевых пластин. В вытяжной шкаф помещают стеклянную ванночку, в которую заливают 5 %-ный раствор гидроксида натрия. Ванночку ставят на закрытую электрическую плитку с терморегулятором и раствор подогревают до 50 °С. Затем в нагретый раствор помещают алюминиевые пластинки размером 75X50X2,0 мм с отверстиями для их крепления и выдерживают при этой температуре 1–2 мин. После этого пластины промывают в проточной горячей и холодной воде, осветляют 50 %-ным раствором азотной кислоты и промывают в проточной холодной воде.

Ход определения. В ванночку наливают раствор серной кислоты с концентрацией 225 ± 50 г/л и нагревают до 20–25 °С. В раствор погружают предварительно протравленные алюминиевые пластины и выдерживают в течение 30–50 мин. Затем пластины извлекают из ванночки и промывают холодной проточной водой, после чего обрабатывают горячим раствором бихромата калия с концентрацией 2 г/л и высушивают. Толщина полученной оксидной пленки должна составлять 4–5 мкм.

Контроль толщины оксидной пленки осуществляется по массе. Для этого алюминиевую пластину с полученной пленкой высушивают при 60–70 °С в течение 30 мин, а затем помещают в эксикатор, где выдерживают до достижения температуры 20 ± 2 °С. Затем пластину взвешивают на аналитических весах и удаляют оксидную пленку с поверхности алюминиевой пластины водным раствором, состоящим из ортофосфорной кислоты (плотностью 1,62 г/см³ и концентрацией 35 мл/л) и хромового ангидрида (концентрацией 20 г/л). После промывания водой и высушивания в тех же условиях пластинку вновь взвешивают.

Массу пленки $m_{\text{ср}}$ (г) определяют по разности масс образца до (m_1) и после травления (m_2):

$$m_{\text{ср}} = m_1 - m_2.$$

Толщину оксидной пленки δ (мкм) вычисляют по формуле

$$\delta = \frac{0,1 m_{\text{ср}} \cdot 1,4}{3,42} = 0,04 m_{\text{ср}},$$

где 1,4 – поправочный коэффициент к плотности пленки; 3,42 – плотность пленки, г/см³.

Качество оксидной пленки на поверхности алюминия, полученной методом химического оксидирования, контролируется визуально. Поверхность пленки должна быть ровной, однородной, без светлых пятен, при протирке тканью оксидный слой не должен сниматься.

Расчет. В рабочий журнал записывают весь процесс подготовки алю-

миниевых пластины перед оксидированием; процесс химического оксидирования и контроль качества оксидной пленки.

Результаты записывают в таблицу:

№ пластины	Режим травления			Режим оксидирования			Контроль оксидной пленки			
	состав раствора, %	температура, °С	продолжительность, мин	состав раствора, %	температура, °С	продолжительность, мин	по толщине			состояние поверхности, визуально
							m_1, Γ	m_2, Γ	m_{cp}, Γ	

Вариант 2. Подготовка к испытанию пластин из алюминия или его сплавов методом электрохимического оксидирования

Подготовка к испытанию алюминиевых пластин проводится аналогично тому, как описано в варианте 1 настоящей работы. Раствор для контроля качества оксидной пленки капельным методом готовят следующим образом. В 75 мл дистиллированной воды растворяют 2,5 мл HCl с плотностью $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ и 3 г бихромата калия.

Ход определения. В ванну 10 (см. рис. 3.2) заливают раствор серной кислоты с концентрацией 225 г/л и нагревают до $20 \pm 2^\circ \text{C}$. К клемме анода 1 с помощью зажима 4 и хорошо зачищенной металлической штанги присоединяют образец и опускают его в ванну таким образом, чтобы он не касался ее стенок. После этого с помощью реостата устанавливают напряжение 12–20 В (при этом сила тока должна быть равна $1-9 \text{ А/дм}^2$) и замыкают цепь. Образец выдерживают в растворе кислоты 30 мин. Затем отключают ток, образец вынимают из ванны и тщательно промывают горячей и холодной водой, а потом подвергают пассивированию в течение 15–20 мин в 10 %-ном растворе бихромата калия при $85-95^\circ \text{C}$. Образец снова промывают в горячей и холодной воде и высушивают. Толщина оксидной пленки должна составлять 4–5 мкм. Контроль толщины оксидной пленки осуществляется по массе, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Качество полученной оксидной пленки контролируют капельным методом. Для этого на оксидную пленку наносят 1–2 капли заранее приготовленного для этих целей раствора и фиксируют время (мин) с момента нанесения капли до изменения ее цвета из оранжевого в зеленый. Это изменение цвета обусловлено взаимодействием хлороводородной кислоты с металлическим алюминием и выделением водорода, за счет которого происходит восстановление Cr^{6+} в Cr^{3+} . При этом фиксируется минимальное время, за которое протекает реакция (примерно 5–6 мин).

Расчет. В журнал записывают весь процесс подготовки образцов (алюминиевых пластин) перед оксидированием, процесс оксидирования электрохимическим методом и контроль качества оксидной пленки.

Результаты испытания оформляют в виде таблицы:

№ пластины	Состав электролита	Режим оксидирования		Масса пленки, г	Толщина пленки, мкм	Контроль качества пленки	
		напряжение, В	плотность тока, А/дм ²			толщина (по массе), г	по времени изменения цвета, мин

РАБОТА № 39. ПОДГОТОВКА ПОВЕРХНОСТИ ДРЕВЕСИНЫ ПЕРЕД ОКРАШИВАНИЕМ

Материалы, реактивы, приборы

Пластины из древесностружечной плиты марки ПТ-3 и ПС-3, облицованные шпоном ясеня толщиной $0,6 \pm 0,04$ мм, размер пластины $150 \times 70 \times 8$ мм

Ацетон

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Подготовка образцов. Пластины из древесностружечной плиты взвешивают, помещают в электрический сушильный шкаф и выдерживают при 100°C до достижения постоянной массы пластины. После этого пластины протирают ацетоном. Наносить лакокрасочный материал на пластины, подготовленные таким способом, следует не позднее чем через 30 мин после подготовки образцов.

Расчет. Результаты работы записывают в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Подложка	Масса пластины, г					Состояние поверхности пластин
		после выдержки при 100 °С в течение различного времени (ч)					
		1	2	3			

РАБОТА № 40. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ СТЕКЛЯННЫХ ПЛАСТИН ПЕРЕД ОКРАШИВАНИЕМ

Материалы, реактивы

Пластины стеклянные фотографические размером $120 \times 90 \times 1,4$ мм

Ацетон

Подготовка образцов. Стеклянные пластины промывают теплой водой с мылом и насухо протирают чистой тканью. После этого пластины обезжиривают в ацетоне и высушивают при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 5 мин.

РАБОТА № 41. НАНЕСЕНИЕ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ТРАДИЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ

Материалы, реактивы, оборудование

Эмаль ПФ-115

Сольвент

Ацетон

Подставка для образцов (рис. 3.3)

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1 (рис. 3.4)

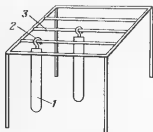
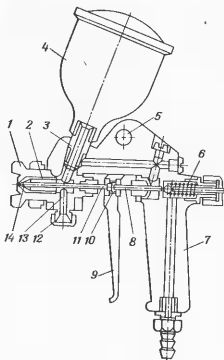


Рис. 3.3. Металлические стержни с рамкой-подставкой: 1 – стальной стержень; 2 – крючок; 3 – рамка-подставка

Рис. 3.4. Краскораспылитель КРУ-1:

1 – распределительная головка; 2 – распределитель воздуха; 3, 12 – штуцеры; 4 – стакан для материала; 5 – отверстие для подвешивания пульверизатора; 6 – пружина; 7 – рукоятка корпуса; 8 – шток; 9 – пусковой крючок; 10 – муфта; 11 – запорная игла; 12 – крышка краскопровода; 13 – краскопровод; 14 – сопло



Вариант 1. Нанесение лакокрасочных материалов методом пневматического распыления

Подготовка к испытанию. Пластины из стали 08кп размером 150X70X1,2 мм подвергаются механической обработке и обезжириванию аналогично тому, как описано в работе № 37 (вариант 1).

Приготовление эмали ПФ-115. Эмаль размешивают и фильтруют через два слоя марли, после чего ее разбавляют сольвентом до рабочей вязкости. Для этого взвешивают 100 г эмали в исходном

состоянии и 100 г растворителя. Затем в эмаль добавляют растворитель до тех пор, пока вязкость эмали не станет равной 20–30 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм. Остаток растворителя снова взвешивают.

Количество растворителя X (%), требуемое для разбавления эмали, рассчитывают по формуле

$$X = m_1 \cdot 100 / m_2,$$

где m_1 — масса навески эмали, г; m_2 — масса растворителя, израсходованного на разбавление эмали ПФ-115 до рабочей вязкости (28–30 с), г.

Ход определения. Подготовленные металлические пластины устанавливают в лабораторном вытяжном шкафу в ряд под углом 45°. Окрашивание пластин производят следующим образом. Эмаль ПФ-115 с рабочей вязкостью 28–30 с вносят в стакан 4 краскораспылителя (см. рис. 3.4). Нажимают пальцем на пусковой крючок 9 в рукоятке 7 корпуса и наносят эмаль на пластины, перемещая краскораспылитель со скоростью 15 м/мин. Окрашивание производится полосами: первая полоса наносится сверху вниз по всей пластине, затем краскораспылитель выключается путем снятия пальца с пускового крючка, переносится вправо, вновь нажимается на пусковой крючок и на пластины наносится второй слой эмали слева направо, начиная снизу и доходя до верха пластины. Окрашенные таким образом пластины выдерживают при комнатной температуре в течение 1–2 ч, а затем переносят в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 105 °С, и высушивают при этой температуре в течение 35 мин. Вынув образцы из сушильного шкафа, их выдерживают при комнатной температуре в течение 2 ч и осматривают поверхность, выявляя имеющиеся дефекты.

Расчет. В журнал записывают все операции подготовки образцов, проведения окрашивания пластины эмалью ПФ-115 и результаты визуального осмотра покрытий. Полученные данные записывают в таблицу:

№ пластины	Подготовка пластины					Вязкость, с		Режим сушки		Оценка состояния покрытия с фикса- рованием дефектов (визуаль- но)
	способ механи- ческой очи- стки	режим обезжиривания				ис- ход- ная	рабо- чая	тем- пера- тура, °С	про- должи- тельность, мин	
		сос- тав раст- вора, %	кон- цент- рация, г/л	тем- пера- тура, °С	про- должи- тель- ность, мин					

Вариант 2. Нанесение лакокрасочных материалов методом окунания *

Метод заключается в погружении стальных цилиндрических стержней (см. рис. 3.3) в лакокрасочный материал и выдерживании в нем заданное время.

Подготовка к испытанию. Стальные стержни зачищают шлифовальной шкуркой и протирают ткань, смоченной ацетоном.

Эмаль ПФ-115 подготавливают аналогично тому, как описано в варианте 1 настоящей работы. Вязкость эмали ПФ-115 должна составлять 24–26 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм.

Ход определения. Эмаль ПФ-115 с рабочей вязкостью 24–26 с заливают в стеклянный стакан вместимостью 200 мл на $\frac{2}{3}$ его объема. Затем стержни опускают в стакан с эмалью и выдерживают 10 с. После изъятия стержня из эмали его держат под стаканом 10 с, а образовавшиеся в нижней части стержня подтеки осторожно снимают фильтровальной бумагой. После этого стержни за кромки подвешивают на рамку-подставку (см. рис. 3.3) и помещают в шкаф для сушки образцов на воздухе (см. рис. 4.1), выдерживая при комнатной температуре в течение 2 ч, а затем образцы вместе с рамкой-подставкой помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 105 °С в течение 35 мин.

Расчет. Результаты записывают в таблицу:

№ пластины	Подготовка поверхности стержней		Вязкость эмали, с		Режим отверждения эмали		Оценка состояния покрытия с фиксированием дефектов (визуально)
	способ механической очистки	способ обезжиривания	исходная	рабочая	температура, °С	продолжительность, мин	

Вариант 3. Нанесение лакокрасочных материалов методом налива

Метод заключается в обливании пластин лакокрасочным материалом в определенных условиях.

Подготовка к работе. Стеклопластиковые пластины размером 120×70×1,2 мм подготавливают так, как указано в работе № 40. Подготовка эмали ПФ-115 проводится, как описано в варианте 1 настоящей работы. Рабочая вязкость эмали должна составлять 25–27 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм.

Ход определения. Эмаль ПФ-115 наносят на стеклопластиковые пластины в два слоя следующим образом. Подготовленную стеклопластиковую пластину одной рукой держат за края горизонтально над ванночкой, а другой наливают эмаль из стакана на $\frac{1}{4}$ часть поверхности пластины. Затем пластину поворачивают и устанавливают в вытяжном шкафу под углом 45° в таком положении, чтобы эмаль, нанесенная на верхнюю часть пластины, растекалась по пластине в течение 10 мин. По истечении 10 мин на окрашенную пластину наносят второй слой эмали таким же способом, как и первый слой, с той лишь разницей, что эмаль наливают на $\frac{1}{4}$ часть поверхности пластины с противоположной стороны (по сравнению с на-

несением первого слоя). Окрашенную вторым слоем эмали пластину ставят в шкаф для воздушного высыхания образцов также под углом 45° , но с противоположной стороны. Если на краях пластин образуются подтеки, их снимают фильтровальной бумагой. После выдержки образцов при комнатной температуре в течение 2 ч их переносят в сушильный шкаф и высушивают нанесенный слой при 105°C в течение 35 мин.

Расчет. Результаты работы записывают в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Способ подготовки пластин	Лакокрасочный материал	Вязкость, с		Способ нанесения	Число слоев	Режим сушки		Оценка состояния покрытия с фиксированием дефектов (визуально)
			исходная	рабочая			температура, $^\circ\text{C}$	продуктивность, мин	

Вариант 4. Нанесение лакокрасочных материалов кистью

Метод заключается в равномерном распределении лакокрасочного материала на поверхности подложки кистью путем штрихования в поперечном и продольном направлениях.

Подготовка к работе. Пластину из листовой стали 08 кп размером $150 \times 70 \times 1,0$ мм обрабатывают и обезжиривают так, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Эмаль ПФ-115 фильтруют через два слоя марли и наносят с исходной вязкостью. Перед нанесением "разрабатывают" кисть (хорьковая № 16–20). Для этого ее окунают в эмаль, обтирая затем о внутреннюю поверхность стенки стакана, в котором находится эмаль. Эту процедуру повторяют до тех пор, пока весь пучок "волос" кисти не будет смочен примерно на половину его длины.

Ход определения. Окрашивание эмалью с помощью кисти производят следующим образом. Вначале эмаль наносят на пластину довольно толстым слоем, а затем начинают штриховать "сухой" кистью последовательно в поперечном и продольном направлениях, сильно нажимая на нее. Для того чтобы уменьшить стекание эмали, заключительное штрихование производят снизу вверх. Окрашенную пластину ставят в шкаф для сушки образцов при комнатной температуре под углом 45° . Отверждение пленки проводят при комнатной температуре. Испытания покрытий, полученных таким способом, производят после выдержки образцов при комнатной температуре в течение 5 сут. Степень высыхания определяют через 24 ч после отверждения покрытия.

Оформление результатов. В журнал записывают все операции подготовки пластин, кисти и эмали к нанесению; технологию нанесения эмали и визуальное описание состояния поверхности покрытия после выдержки при комнатной температуре в течение 24 ч и 5 сут.

**РАБОТА № 42. НАНЕСЕНИЕ ВОДОРАЗБАВЛЯЕМЫХ
ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ
МЕТОДОМ ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЯ**

Сущность метода заключается в осаждении на подложке водоразбавляемого лакокрасочного материала при воздействии постоянного тока.

Материалы, приборы, оборудование

Грунтовка В-КФ-093

Триэтиламин

Дистиллированная вода

Прибор для определения рассеивающей способности по методу фирмы "Фиат" (рис. 3.5)

Лабораторная установка электроосаждения (рис. 3.6) [6, с. 58] состоит из металлической ванны 6, корпус которой снаружи изолирован текстолитом; автотрансформатора 2, с помощью которого осуществляется регулирование напряжения при проведении электроосаждения в режиме постоянного тока и механической мешалки 9 для перемешивания лакокрасочного материала.

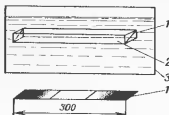


Рис. 3.5. Прибор для определения рассеивающей способности материала по методу фирмы "Фиат".

1 — линейка; 2 — параллелепипед; 3 — ванна

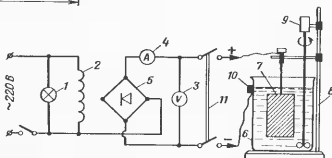


Рис. 3.6. Установка для электроосаждения:

1 — сигнальная лампочка; 2 — автотрансформатор; 3 — вольтметр; 4 — амперметр; 5 — выпрямитель; 6 — ванна; 7 — образец; 8 — катод; 9 — механическая мешалка; 10 — зажимы; 11 — переключатель

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм подвергают механической обработке с последующим обезжириванием и фосфатированием фосфатирующим концентратом КФ-1, как описано в варианте 3 работы № 37.

Приготовление и корректировка рабочего раствора грунтовки В-КФ-093. Для приготовления рабочего

раствора ванны электроосаждения используется обессоленная вода с рН 6–7 и удельной электропроводностью $2 \cdot 10^{-3}$ См/м (в настоящей лабораторной работе можно использовать дистиллированную воду). В качестве нейтрализатора применяют триэтиламин.

Количество лакокрасочного материала X_1 (г) рассчитывают по формуле

$$X_1 = a \cdot 100/b,$$

где a и b – концентрации пленкообразователя соответственно в рабочем растворе и исходной грунтовке, %.

Количество триэтиламина X_2 (г) рассчитывают по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot \rho/10,$$

где ρ – плотность триэтиламина ($\rho = 0,728$, г/см³).

Количество дистиллированной воды X_3 (г) составит:

$$X_3 = 100 - (X_1 + X_2).$$

Все компоненты при приготовлении рабочего раствора вводят при перемешивании в течение 30–40 мин; температура – $20 \pm 2^\circ \text{C}$.

В процессе электроосаждения по мере "выработки" ванны с грунтовкой уменьшается концентрация пленкообразующих веществ и изменяется рН (происходит защелачивание). Корректировку показателей раствора – рН и содержание основного вещества (сухого остатка) – следует проводить методом компенсации с помощью кислых паст.

Пример расчета. При "выработке" рабочего раствора и снижении его концентрации с 12 до 9 % необходимо ввести кислую пасту в количестве X (г):

$$X = \frac{3 \cdot 100}{64} = 4,9,$$

где 3 – разность между концентрацией рабочего раствора (12 %) и выработанного раствора (9 %); 64 – концентрация пленкообразующих веществ в исходной грунтовке, %.

Для рассчитанного количества кислой пасты необходимо ввести нейтрализатор (триэтиламина) в 2 раза меньше.

Ход определения. В ванну 6 (см. рис. 3.5) вводят приготовленный рабочий раствор грунтовки В-КФ-093 в количестве 100 г из расчета $X_1 + X_2 + X_3 = 100$ г. Затем в раствор погружают стальную пластину (образец) 7, которая служит анодом (к ней подведен один из полюсов источника постоянного тока). При этом корпус ванны служит противоположным по знаку электродом – катодом. Под воздействием постоянного электрического поля в водном растворе грунтовки В-КФ-093 происходит перенос ионов пленкообразующего в направлении приложенного поля (к окрашиваемой пластине). Вначале грунтовка осаждается на острых краях пластины, плотность заряда на которых высока. По мере увеличения осажденного слоя грунтовки на пластине происходит

перераспределение силовых линий поля, и пленка покрывает пластину равномерно по всей поверхности.

Электроосаждение грунтовок В-КФ-093 проводится при следующем режиме: напряжение осаждения — 240–380 В; продолжительность осаждения — 2 мин; концентрация грунтовок в рабочем растворе $12 \pm 1\%$; рН 7,1; температура 20–25 °С.

При проведении работы контролируются следующие параметры.

1. Концентрация рабочего раствора определяется по методике, приведенной в работе № 29. Навеску грунтовок доводят до постоянной массы при 180 °С.

2. Рассеивающая способность грунтовок определяется по методике фирмы "Фиат". В полый параллелепипед размером 31X1,0X1,0 см помещают по диагонали измерительную линейку длиной 32 и шириной 1,0 см (см. рис. 3.6). Линейка, погруженная в ванну с рабочим раствором, служит анодом, а стенка ванны — катодом. Рассеивающая способность оценивается длиной закрашенной части линейки h (см) либо может быть рассчитана по формуле

$$h^2 = SU/(H\rho\rho_1),$$

где S — площадь поперечного сечения параллелепипеда, см²; U — напряжение, В; H — длина параллелепипеда, см; ρ — удельное объемное электрическое сопротивление грунтовок в ванне, Ом·см; ρ_1 — плотность тока в конце осаждения, А/см².

3. Условный выход по току Θ определяется следующим образом. Металлическую пластину, предварительно взвешенную, окрашивают грунтовкой В-КФ-093 в ванне электроосаждения в режиме постоянной плотности тока при 20–50 А/м² в течение 2 мин. После отверждения грунтовок при 180 °С в течение 30 мин определяют весовым методом массу пленки на образце и условный выход по току Θ по формуле

$$\Theta = m/(It),$$

где m — масса отвержденной пленки, г; I — сила тока, А; t — продолжительность осаждения, с.

4. Удельная электропроводность κ слоя раствора высотой 1 см и поперечным сечением 1 см², зависящая от числа свободных зарядов (ионов) и их подвижности, определяется методом компенсации. Удельная электропроводность κ связана с ионной проводимостью λ соотношением:

$$\lambda = \kappa \cdot 1000/c,$$

где c — концентрация раствора, г-экв/л.

Расчет. В журнал записывают все подготовительные операции: подготовку пластин перед окрашиванием; приготовление рабочего раствора грунтовок В-КФ-093, включая расчетные данные — количества грунтовок, нейтрализатора и дистиллированной воды. Затем записывают весь

ход процесса нанесения водоразбавляемой грунтовки на лабораторной установке электроосаждения, включая контроль параметров, обуславливающих получение качественного покрытия: концентрацию рабочего раствора, рассеивающую способность, условный выход по току, удельную электропроводность.

РАБОТА № 43. НАНЕСЕНИЕ ПОРОШКОВЫХ КРАСОК В КИПЯЩЕМ СЛОЕ

Метод основан на создании кипящего слоя порошка, который свободно обволакивает помещенную в него металлическую пластину, нагретую на несколько градусов выше температуры плавления порошковой краски. Частицы порошка, соприкасаясь с горячей пластиной, плавятся и слипаются, образуя на поверхности образца монолитное лакокрасочное покрытие [7, с. 150–155].

Материалы, приборы

Порошковая поливинилбутиральная краска П-ВЛ-212 [1, с. 134–137]

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

Ванночка из огнеупорного стекла с отверстием для подачи воздуха, снабженная измерительной линейкой

Подготовка к испытанию. Пластины из стали Ст 3 площадью 25–50 см² и толщиной 2–3 мм обрабатывают механическим способом и обезжиривают, как описано в работе 37 (вариант 1).

Ход определения. В ванночку насыпают порошковую краску П-ВЛ-212 слоем 80–100 мм и погружают в нее на 30 с нагретую в электрическом шкафу до 275 °С пластину. Подачу воздуха в ванну регулируют до тех пор, пока порошковая краска не перейдет в псевдооживленное состояние, т.е. пока не произойдет взаимодействие между порошком (твердая фаза) и воздухом (газовая фаза) по принципу взвешивания частиц твердой фазы в потоке газа [8, с. 227–235]. Псевдооживленное состояние порошковой краски контролируется коэффициентом псевдооживления, который должен быть не менее 0,3. Затем пластину извлекают из порошковой краски и помещают в сушильный шкаф, где выдерживают 5 мин при 230–250 °С. После этого пластину с нанесенным слоем порошковой краски вновь погружают в ванну с порошковой краской для нанесения второго слоя. Через 30 с пластину извлекают из порошка и отверждают при 230–250 °С в течение 5 мин. После выдержки окрашенной пластины при комнатной температуре в течение 2 ч определяют толщину покрытия, которая должна составлять 250–350 мкм, прибором ИТП-1 (см. работу № 45).

Коэффициент псевдооживления η определяют по формуле

$$\eta = h_1/h_2,$$

где h_1 — высота слоя порошковой краски в "кипящем" слое, мм; h_2 — высота слоя свободно насыпанной краски, мм (h_1 и h_2 измеряются линейкой, прикрепленной к ванночке).

Расчет. Результаты работы записываются в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Краска	Подготовка поверхности пластины				Способ нанесения	Высота слоя порошка, мм	Число слоев	Толщина, мкм		Коэффициент псевдоожожения, мм/мм
		способ механической очистки	режим обезжиривания						первого слоя пленки		
			состав раствора, %	концентрация раствора, г/л	температура, °С					продолжительность, мин	

РАБОТА № 44. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕФЕКТОВ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ, ОБРАЗОВАВШИХСЯ В ПРОЦЕССЕ НАНЕСЕНИЯ МАТЕРИАЛА

Материалы, приборы

Эмаль ПФ-187

Сольвент

Вискозиметр ВЗ-246

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Профилограф-профилометр (модель 201)

Электрический лабораторный сушильный шкаф (см. рис. 1.18)

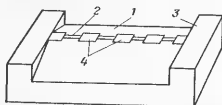


Рис. 3.7. Прибор Н-1 для определения натекообразования:

1 — плоскость; 2 — рабочая площадка; 3 — планка; 4 — канавки

Прибор Н-1 (рис. 3.7) представляет собой брусок прямоугольной формы из инструментальной стали. Длинные стороны бруска усечены плоскостями 1 под углом 25° и образуют рабочую площадку 2 длиной 54 и шириной 3 мм. Площадка ограничена с двух сторон и по ширине бруска двумя полосами 3 размером 10x25 мм. На рабочей площадке имеются канавки 4 глубиной 50, 75, 100, 125 и 150 мкм и шириной 6 мм. Расстояние между канавками — 6 мм.

Вариант 1. Определение индекса натекообразования

Подготовка к испытанию. Эмаль ПФ-187 фильтруют через сито с сеткой № 0085, а затем разбавляют сольвентом до рабочей вязкости 50 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм.

Ход определения. Навеску 1,5–2 г эмали ПФ-187 наносят наливом на мелованную бумагу размером 120x90 мм (со стороны, равной

120 мм) слоем шириной 4—6 мм. На этот слой эмали накладывают прибор Н-1 (см. рис. 3.7) канавками вниз. Прижав рукой прибор, перемещают его вдоль бумаги. При этом эмаль распределяется пятью параллельными полосами шириной 6 мм, с толщиной сырого слоя 50, 75, 100, 125 и 150 мкм. Бумагу с нанесенными полосами подвешивают таким образом, чтобы полосы эмали были горизонтальны, а внизу находилась полоса, образующая слой толщиной 150 мкм, и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин.

Расчет. За меру индекса натекообразования принимается толщина (мкм) пленки той полосы, на которой не образуется натеков.

Вариант 2. Определение высоты шагрени лакокрасочного покрытия

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм готовят, как описано в работе № 37 (вариант 1). Эмаль ПФ-187 фильтруют через сито с сеткой № 0085, разбавляют сольвентом до рабочей вязкости 25—30 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм. Затем эмаль наносят на две металлические пластины пневматическим распылением с помощью краскораспылителя КРУ-1 (см. работу № 41) и сушат при 90 °С в течение 30 мин. Толщина пленки должна быть равна 25—30 мкм. Перед испытанием образец выдерживается 2 ч при комнатной температуре.

Ход определения. Пластину с покрытием (образец) помещают на столик 2 профилометра-профилографа (см. рис. 2.5) и на поверхности покрытия устанавливают датчик 3, перемещая мотопривод 4 с датчиком по стойке 1 в вертикальном направлении. Для этого ослабляют маховиком 8 стопор, крепящий каретку с мотоприводом на вертикальной стойке 5, вращая маховик 9, устанавливают датчик на поверхности покрытия и застопоривают каретку на стойке маховиком 8. Вращают маховик до тех пор, пока стрелка контрольного прибора 11 не окажется на участке нижнего прямоугольника (при этом тумблер 12 должен находиться в положении "Выход усилителя"). Поворотом переключателя 7 устанавливают скорость трассирования датчика равной 10 мм/мин. Вращением переключателя 16 записывающего прибора устанавливают скорость перемещения бумаги равной 80 мм/мин. Затем переключатель 13 устанавливают в положение "ЗП" (записывающий прибор) и включают переключатель 17 записывающего устройства в положение "Включено". Отведя рычаг вправо до упора, приводят датчик в движение и снимают профилограмму поверхности покрытия.

Запись профилограммы проводят при максимальной длине хода датчика 40 мм; увеличение в вертикальном направлении — 2000—4000, в горизонтальном — 4.

Расчет. Шагрень характеризуется высотой h и основанием l неровностей лакокрасочного покрытия по профилограмме каждого участка, снятого с покрытия. По профилограмме каждого из пяти участков

Таблица 3.1

Высота неровностей, мкм	Основание неровностей, мм	Вид шатрени	Балл
—	—	Отсутствует	5
$< 2,0$	$3,5-2$	Едва заметная	4
$< 1,2$	$> 3,5$	То же	4
$2,0-1,2$	$3,5-2,0$	Незначительная	3
$1,7-1,0$	$< 2,0$	"	3
$< 1,0$	$> 3,5$	"	3
$3,0-2,0$	$3,5-2,0$	"	3
$3,0-1,7$	$< 2,0$	Значительная	2
$2,0-1,0$	$> 3,5$	"	2
$> 3,0$	$> 3,5$	"	2
$> 3,0$	$3,5-2$	Сильная	1
$> 2,0$	$< 2,0$	"	1

покрытия для пяти максимальных выступов определяют среднюю высоту h (мкм) и среднюю величину основания l (мм):

$$h = \frac{h_1 + h_2 + h_3 + h_4 + h_5}{5};$$

$$l = \frac{l_1 + l_2 + l_3 + l_4 + l_5}{5},$$

где h_1-h_5 — высота неровностей покрытия в пяти точках, мкм; l_1-l_5 — основание неровностей покрытия в пяти точках, мм.

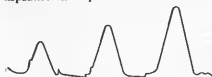


Рис. 3.8. Профилограмма покрытия

Расхождение между средними значениями h и l не должно превышать 3%. Оценка шатрени лакокрасочных покрытий производится по пятибалльной системе в соответствии с данными, приведенными в табл. 3.1.

В журнале приводят профилограмму испытуемого покрытия. В качестве примера на рис. 3.8 дана профилограмма покрытия алкидно-меламиновой эмали МЛ-12 при вертикальном увеличении 4000 и горизонтальном — 2 [9, с. 55].

РАБОТА № 45. ПОЛУЧЕНИЕ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПЛЕНОК, СНЯТЫХ С ПОДЛОЖКИ (СВОБОДНЫХ ПЛЕНОК)

Метод получения свободных пленок заключается в отделении отвержденной пленки от подложки — полиэтилентерефталата, алюминиевой фольги, стеклянной пластины, фторопласта.

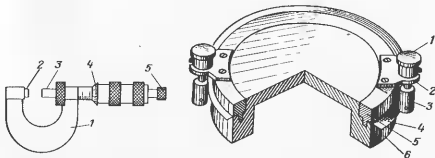


Рис. 3.9. Микрометр МК-0,25:

1 — скоба; 2 — измерительная плоскость; 3 — микрометрический винт; 4 — барабан со шкалой; 5 — трещотка

Рис. 3.10. Приспособление для получения свободных пленок на гибкой подложке: 1 — болт; 2 — ушко; 3 — серьга; 4 — полиэтилентерефталатная пленка; 5 — кольцо; 6 — корпус

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1225 [9, с. 83–85]

Сольвент

Ацетон

Этанол

Полиэтилентерефталатная пленка

Пластина из фторопласта

Пластина из алюминиевой фольги

Кисть № 16–20

Микрометр МК-0,25 (рис. 3.9) состоит из скобы 1, на одном конце которой укреплена измерительная плоскость 2, а на другом — втулка, в которой движется микрометрический винт 3; конец винта служит второй измерительной плоскостью; трещотка 5 соединена с микрометрическим винтом; барабан 4 имеет шкалу с делениями (цена деления 0,01 мм)

Краскораспылитель КРУ-1 (см. рис. 3.4)

Вискозиметр ВЗ-246

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Приспособление для получения свободных пленок (рис. 3.10), изготовленное из нержавеющей стали; состоит из корпуса, кольца 5 с внутренним диаметром 120 мм, которое при помощи откидных болтов 1, серьги 3 и ушка 2 крепится к корпусу

Вариант 1. Получение свободной пленки на полиэтилентерефталатной подложке

Подготовка к испытанию. Полиэтилентерефталатную пленку протирают тканью, смоченной ацетоном, и помещают ее на корпус 6 приспособления (см. рис. 3.10); сверху накладывают кольцо 5 и закрепляют его откидными болтами 1, плотно прижав пленку к поверхности корпуса. Эмаль МЛ-1225 фильтруют через два слоя ваты с марлей, разбавляют сольвентом до рабочей вязкости 20–22 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом

4 мм. Для этого в стакан отвешивают 100 г эмали в исходном состоянии, а в другой стакан — 100 г сольвента. Затем в эмаль добавляют сольвент до тех пор, пока вязкость эмали не станет равной 20–22 с. Остаток сольвента вновь взвесить.

Количество сольвента X (%), требуемое для разбавления эмали МЛ-1225, рассчитывают по формуле

$$X = m_1 \cdot 100/m_2,$$

где m_1 — масса навески эмали, г; m_2 — масса сольвента, израсходованного на разбавление эмали до получения рабочей вязкости 20–22 с, г.

Ход определения. Эмаль МЛ-1225 наносят на полиэтилентерефталатную подложку пневматическим распылителем с помощью краскораспылителя КРУ-1 (см. работу № 41) так, чтобы по краям подложки не было натеков. После нанесения эмали приспособление устанавливают в горизонтальное положение и помещают в сушильный шкаф. Отверждение пленки эмалей МЛ-1225 проводят при 80 °С в течение 30 мин. После высыхания пленки и выдержки образца при комнатной температуре в течение 2 ч полиэтилентерефталатную пленку с лакокрасочным покрытием вынимают из приспособления и нарезают на полосы требуемых размеров. При помощи скальпеля или лезвия бритвы отделяют полиэтилентерефталатную подложку от лакокрасочной пленки на расстоянии 5 мм от ее края. Затем кладут полосу на горизонтальную поверхность лакокрасочной пленки вниз и, придерживая покрытие рукой, отделяют подложку от пленки эмали МЛ-1225. Толщину полученной свободной пленки измеряют микрометром МК-0,25, как указано в работе № 45.

Расчет. В журнал записывают все операции по подготовке подложки из полиэтилентерефталатной пленки, подготовке эмали МЛ-1225 к нанесению и получению свободной пленки. При измерении толщины пленки за результат принимают среднее арифметическое значение из трех измерений, проведенных на разных участках пленки.

Вариант 2. Получение свободной пленки на подложке из фторопласта

Подготовка к испытанию. Пластины из фторопласта тщательно обрабатывают шлифовальной шкуркой зернистостью 4 и обезжиривают, протерев тканью, смоченной ацетоном. Эмаль МЛ-1225 готовят к нанесению, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Эмаль МЛ-1225 наносят на подложку из фторопласта и высушивают по режиму, приведенному в варианте 1 настоящей работы. Высушенную пленку при помощи скальпеля или лезвия бритвы отделяют от подложки и нарезают на полоски требуемых размеров. Толщину свободной пленки измеряют микрометром МК-0,25 (см. работу № 45).

Расчет. Результаты работы оформляют аналогично тому, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Вариант 3. Получение свободной пленки на стеклянной подложке

Подготовка к испытанию. Стеклянные пластины готовят так же, как указано в работе № 40. Подготовку, нанесение и сушку эмали МЛ-1225 см. вариант 1 настоящей работы.

Ход определения — см. вариант 2 настоящей работы.

Расчет — см. вариант 1 настоящей работы.

Вариант 4. Получение свободной пленки на алюминиевой фольге

Подготовка к испытанию. Пластины из алюминиевой фольги разглаживают и натягивают на стеклянные пластины размером 120X90X1,4 мм. Затем фольгу обезжиривают, протерев тканью, смоченной ацетоном. Подготовку, нанесение и сушку эмали — см. вариант 1 настоящей работы.

Ход определения — см. вариант 2 настоящей работы.

Расчет — см. вариант 1 настоящей работы.

РАБОТА № 46. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1196 [10, с. 157–159]

Сольвент

Вискозиметр ВЗ-246

Раскраспылитель КРУ-1

Микрометр МК-0,25 (см. рис. 3.9)

Толщиномер ТЛКП (рис. 3.11) снабжен головкой индикатора 1 с ценой деления 0,002 мм. Для измерения толщины покрытия служит приспособление, которое состоит из планки 3 и двух опорных ножек 4, размер которых по длине на 1,5 мм меньше размера щупа 5 индикатора. Опорные ножки имеют гладкие хорошо отшлифованные сферические поверхности, точно совпадающие с профилем шарика щупа.

Прибор ИТП-1 (рис. 3.12) — пружинный динамометр, в эбонитовом корпусе которого 4 заключен магнит 2, соединенный через алюминиевую трубку 3 с пружиной 5, а через ползун 8 — со шкалой 11.

Прибор МИ-20Н (рис. 3.13). Основными частями прибора являются электронный блок 1 и преобразователь 2. На панели электронного блока расположены: стрелочный измеритель 3 со шкалой, градуированной в микрометрах; переключатель 9 "Поддиапазон" для контроля питания и выбора соответствующего диапазона измерения толщины покрытия от 0 до 3000 мкм; лампа 10 "БРАК" для сигнализации о выходе измеряемой толщины покрытия; тумблер 7 ("Сеть") для включения прибора; ручки потенциометров 4–6; преобразователь 2 состоит из блока генератора и соединен с электронным блоком гибким кабелем, имеющим на конце штепсельный разъем.

Электрический лабораторный сушильный шкаф

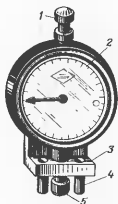


Рис. 3.11

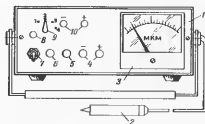


Рис. 3.13

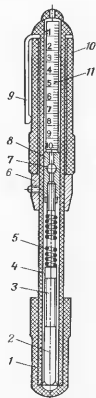


Рис. 3.12

Рис. 3.11. Толщиномер ТЛКП:

1 - головка индикатора; 2 - шкала; 3 - планка; 4 - опорные ножки; 5 - щуп

Рис. 3.12. Прибор ИТП-1:

1 - колпачок; 2 - магнит; 3 - алюминиевая трубка; 4 - эбонитовый корпус; 5 - пружина; 6 - втулка; 7 - штифт; 8 - ползун; 9 - защелка; 10 - муфта; 11 - шкала

Рис. 3.13. Схема прибора МТ-20Н:

1 - электронный блок; 2 - преобразователь; 3 - стрелочный измеритель; 4-6 - ручки потенциометров для регулирования (соответственно "Допуск"; "Чувст."; "Устан 0"); 7 - тумблер 7 ("Сеть"); 8 - ручка устройства "Контроль питания"; 9 - переключатель "Поддиапазон"; 10 - контрольная лампа "Брак"

Вариант 1. Определение толщины покрытия микрометрическим методом

По этому методу толщину лакокрасочного покрытия определяют микрометром путем нарушения целостности пленки.

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,2 мм готовят, как указано в работе № 37 (вариант 1).

Эмаль МЛ-1196 фильтруют через сито с сеткой № 02 и разбавляют сольвентом до достижения рабочей вязкости 18–22 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм.

Ход определения. Эмаль наносят на металлические пластинки методом пневматического распыления с помощью краскораспылителя КРУ-1 (см. работу № 41) и сушат в сушильном шкафу при $100 \pm 2^\circ \text{C}$ в течение 1 ч. После охлаждения образца при комнатной температуре в течение 2 ч измеряют толщину пленки микрометром МК-0,25. Для этого на испытуемом покрытии выбирают участки, подлежащие измерению (диаметром 5–6 мм) и очерчивают их со стороны подложки мягким графитовым карандашом. Окрашенную пластину помещают между измерительными плоскостями микрометра и вращением трещотки по часовой стрелке приводят отмеченные участки пластины в соприкосновение с измерительными плоскостями. Момент соприкосновения определяется по характерному звуку трещотки. По сумме показаний линейной шкалы и шкалы барабана определяют общую толщину пластины с покрытием (мкм). Затем с измеренного участка лезвием бритвы или растворителем снимают лакокрасочную пленку и измеряют в этом месте толщину пластины (мкм). Подобные измерения производят на 5–10 участках покрытия.

Расчет. Толщину покрытия t (мкм или мм) определяют по разности двух показаний:

$$t = d - h,$$

где d — толщина пленки с подложкой, мкм; h — толщина подложки, мм.

За результат измерения принимают среднее арифметическое из 5–6 определений.

Среднюю абсолютную δ и относительную погрешность измерения A (%) вычисляют по формулам

$$\delta = \frac{1}{n} \sum_i (\bar{t}_n - t_i) = \frac{(\bar{t} - t_1) + (\bar{t} - t_2) + \dots + (\bar{t} - t_n)}{n};$$

$$A = \delta / \bar{t} \cdot 100,$$

где $(\bar{t}_n - t_i)$ — абсолютная разность толщин.

Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№	Метод измерения	Положка	Лакокрасочный материал	Единичные значения t_i	Среднее арифметическое $\bar{t} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_i$	Абсолютная разность $(\bar{t} - t_i)$	Сумма абсолютных величин разности $\sum_{i=1}^n (\bar{t} - t_i)$	Абсолютная погрешность $\delta = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{t} - t_i)$	Относительная погрешность $A = \delta/\bar{t}$

Вариант 2. Определение толщины покрытия индикаторным толщиномером

Подготовка к испытанию. Стеклопластины размером 120×90×1,4 мм протирают тканью, смоченной ацетоном. Подготовка эмали МЛ-1225, нанесение с помощью краскораспылителя и отверждение пленки проводят так, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. На выбранных участках покрытия проводят две перпендикулярные линии и устанавливают толщиномер таким образом, чтобы опорные ножки находились на одной линии, а центр оси шупа совпадал с точкой пересечения линий. Вращая обод циферблата, устанавливают ноль шкалы против стрелки и закрепляют циферблат неподвижно. Затем толщиномер убирают и в точке пересечения линий на участке диаметром не менее 3 мм снимают лезвием бритвы или растворителем лакокрасочную пленку. Затем прибор устанавливают в прежнее положение. Толщину лакокрасочной пленки определяют по отклонению стрелки от нуля. Измерение повторяют 5–6 раз.

Расчет. За результат измерения принимают среднее арифметическое из шести измерений. Полученные данные записывают в журнал в виде таблицы, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

Вариант 3. Определение толщины покрытия магнитным толщиномером

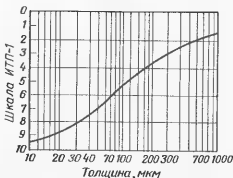
Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150×70×1,0 мм очищают наждачной шкуркой и протирают тканью, смоченной ацетоном. Эмаль МЛ-1225 подготавливают, разбавляют до рабочей вязкости, наносят с помощью краскораспылителя КРУ-1 и отверждают, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Перед измерением толщины покрытия с прибора ИТП-1 (см. рис. 3.12) снимают колпачок 1 и устанавливают прибор на покрытие так, чтобы магнит 2 соприкасался с пленкой. Затем, медленно вращая муфту 10, поднимают ползун 8 со шкалой 11 до момента

Рис. 3.14. Номограмма толщиномера ИТП-1

отрыва магнита 2 от поверхности покрытия. По шкале 11 отсчитывают величину удлинения пружины. Проводят 5–6 определений в разных точках одного и того же образца.

Расчет. При помощи номограммы (рис. 3.14) полученные показания шкалы переводят в значения толщины покрытия (мкм). За результат измерения принимают среднее арифметическое из 5–6 определений. Полученные данные записывают в журнал в виде таблицы (см. вариант 1 настоящей работы).



Вариант 4. Определение толщины покрытия с помощью электрического прибора МТ-20Н

Сущность метода определения толщины лакокрасочных покрытий с помощью прибора МТ-20Н заключается в регистрации в преобразователе ЭДС, возникающей вследствие изменения магнитного сопротивления в цепи; преобразователь — стальная подложка, на которую нанесено покрытие. За толщину покрытия принимают показания стрелочного измерителя, фиксирующего расстояние от рабочего торца преобразователя до подложки.

Подготовка к испытанию. Образцы покрытий эмалью готовят, как указано в варианте 1 настоящей работы. Подготовка прибора к работе производится следующим образом. Заземляют корпус прибора через гнездо заземления, расположенное на левой боковой стенке прибора. Затем подключают преобразователь к разъему, расположенному на правой стенке прибора, и устанавливают тумблер включения сетевого питания 7 в нижнее положение, а переключатель 9 в положение 8 "Контр. питания". Включив вилку в сеть с напряжением 220 В и частотой 50 Гц, устанавливают тумблер включения сетевого питания в положение "Сеть"; при этом загорается сигнальная лампочка и прибор готов к работе. Перед проведением испытаний прибор следует прогреть в течение 30 с.

Ход определения. Щуп прибора помещают на испытуемое лакокрасочное покрытие. Затем устанавливают переключатель 9 в положение, соответствующее предполагаемой максимальной толщине покрытия. Вращением ручки потенциометра 6 (сначала резко, а затем плавно) устанавливают стрелку измерителя на шкале на "0", а вращением ручки потенциометра 5 (сначала резко, а затем плавно) устанавливают стрелку измерителя на значение, соответствующее выбранной толщине покры-

тия. После проведения этих операций измеряют толщину испытуемого покрытия, значение которой фиксируется стрелкой измерителя на шкале прибора. Проводят три определения толщины покрытия в трех разных местах его поверхности. В журнал записывают значение толщины покрытия, вычисленное среднее арифметическое из трех измерений.

РАБОТА № 47. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ КОМПЛЕКСНЫХ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ

Образцы комплексных покрытий готовят для испытания противокоррозионных и атмосферостойких свойств покрытий по ускоренным методам.

Материалы, реактивы, приборы

Грунтовка ФЛ-03К
Грунтовка В-КФ-093
Триэтиламин
Дистиллированная вода
Грунт-шпатлевка ЭП-0010
Эмаль МЛ-197
Эмаль МЛ-1110
Эмаль ПФ-115
Ксилол
Сольвент

Приборы и оборудование — см. работы: № 37 (вариант 3); 26; 41 (вариант 1); 42, 46 (вариант 3).

Вариант 1. Получение образцов комплексных покрытий на основе грунтовки В-КФ-093 и эмали МЛ-197

Подготовка к испытанию и проведение работы. 1. Подготовка пластин. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм в количестве не менее 6 штук обрабатывают механическим способом с последующим обезжириванием и фосфатированием (см. вариант 3 работы № 37).

2. Нанесение грунтовки В-КФ-093. Приготовление и корректировку рабочего раствора грунтовки В-КФ-093; контроль концентрации рабочего раствора; удельный выход по току; определение удельной теплопроводности раствора грунтовки; определение рассеивающей способности грунтовки и нанесение ее методом электроосаждения провести, как указано в работе № 42. Грунтовку отверждают при 180 °С в течение 30 мин. Покрытие с высушенным слоем грунтовки перед нанесением последующих слоев эмали МЛ-197 должно быть выдержано при комнатной температуре не менее 2 ч.

3. Нанесение эмали МЛ-197. Эмаль МЛ-197 разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 36—40 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм и наносят на пластины, окрашенные грунтовкой В-КФ-093 с обеих сторон методом пневматического распыления с помощью краскораспылителя КРУ-1 (см. вариант 1 работы № 41). Эмаль наносят в 2

слоя; каждый слой отверждают при 100–110 °С в течение 30 мин. После выдержки образцов в течение 2 ч при комнатной температуре заделывают края пластин липкой лентой на расстоянии не менее 10 мм либо грунтовой шпатлевкой ЭП-0010 путем окунания пластин в раствор грунтовой шпатлевки, помещенной в стеклянную ванночку.

Расчет. Ход определения операций по подготовке пластин к нанесению лакокрасочных материалов: механическая очистка, режим обезжиривания, приготовление фосфатирующего раствора и контроль его качества, режим фосфатирования и контроль качества фосфатной пленки — записывают в таблицу, форма составления которой приведена в варианте 3 работы № 37.

При оформлении данных по нанесению грунтовки В-КФ-093 записывают последовательно все подготовительные операции: приготовление рабочего раствора грунтовки, включая расчет количества грунтовки, нейтрализатора и дистиллированной воды, а также весь ход процесса нанесения грунтовки на лабораторной установке электроосаждения (см. работу № 42).

Результаты работы по нанесению эмали МЛ-197 записывают в таблицу, составленную по следующей форме:

№ пла- сти- ны	Получение комплексного покрытия эмалью МЛ-197						Толщина, мкм	Блеск, %
	вяз- кость, с	метод нане- сения	режим сушки					
			1-го слоя		2-го слоя			
			темпе- ратура, °С	продол- житель- ность, мин	темпе- ратура, °С	продол- житель- ность, мин		

Вариант 2. Получение образцов комплексных покрытий на основе грунтовки В-КФ-093 и эмали МЛ-1110

Подготовка к испытанию и проведение работы. 1. Подготовку пластин (не менее 6 шт.) проводят, как указано в варианте 1 настоящей работы.

2. Нанесение грунтовки КФ-093 методом электроосаждения и отверждение пленки производят, как приведено в варианте 1 настоящей работы.

3. Нанесение эмали МЛ-1110. Эмаль МЛ-1110 разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 25–30 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм и наносят на пластины, окрашенные грунтовкой В-КФ-093 с обеих сторон методом пневматического распыления с помощью крас-

кораспылителя КРУ-1 (см. работу № 41, вариант 1). Эмаль наносят в 2 слоя, отверждая каждый слой при 130 °С в течение 30 мин. Затем заделывают края пластин таким способом, как описано в варианте 1 настоящей работы. Перед испытанием образцов измеряют блеск покрытия (см. работу № 60, вариант 1) и определяют толщину пленки комплексного покрытия (см. работу № 46, вариант 3).

Расчет. Результаты работы по подготовке пластин перед окрашиванием, нанесению грунтовки В-КФ-093 и эмали МЛ-1110 записывают в журнал, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Вариант 3. Получение образцов комплексных покрытий на основе грунтовки ФЛ-03К и эмали ПФ-115

Подготовка к испытанию и проведение работы. 1. Подготовку пластин перед окрашиванием (не менее 6 шт.) проводят, как указано в варианте 1 настоящей работы.

2. Нанесение грунтовки ФЛ-03К проводится следующим образом. Грунтовку ФЛ-03К разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 24–25 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм и наносят в 2 слоя на обе стороны зафосфатированной пластины с помощью краскораспылителя КРУ-1. Сушку каждого слоя грунтовки проводят при 100–105 °С в течение 35 мин, толщина пленки при этом должна составлять 20–25 мкм.

3. Нанесение эмали ПФ-115. Разбавляют эмаль сольвентом до рабочей вязкости 24–26 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм и наносят с помощью краскораспылителя КРУ-1 на загрунтованные пластины с обеих сторон в один слой. Отверждение эмали ПФ-115 проводится следующим образом. Первый слой сушат при комнатной температуре в течение 24 ч, второй слой — при 110 °С в течение 35 мин. Затем заделывают края пластин липкой лентой или грунт-шпатлевкой ЭП-0010, как указано в варианте 1 настоящей работы. Перед испытанием образцов измеряют блеск покрытия (см. работу № 60, вариант 1) и толщину покрытия (см. работу № 46, вариант 3).

ГЛАВА 4

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ОТВЕРЖДЕНИЯ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

РАБОТА № 48. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ И СТЕПЕНИ ВЫСЫХАНИЯ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Метод основан на способности лакокрасочных покрытий в зависимости от степени отверждения удерживать на своей поверхности стеклянные шарики или бумагу при заданной нагрузке и заключается в определении

времени, в течение которого жидкий лакокрасочный слой превращается в пленку с требуемой степенью высыхания.

Оценка степени высыхания производится по семибалльной шкале; характеристика степеней высыхания представлена ниже:

Степень высыхания	Характеристика поверхности покрытия после испытания
1	Стеклянные шарики, свободно насыпанные на поверхность покрытия, полностью удаляются с нее мягкой волосяной кистью; при этом поверхность покрытия не повреждается
2	Бумага не прилипает к покрытию и не оставляет следа после снятия нагрузки 0,2 Н
3	То же, после снятия нагрузки 2,0 Н
4	Бумага не прилипает к покрытию после снятия нагрузки 20 Н; при этом на покрытии виден след от нагрузки
5	Бумага не прилипает к покрытию и не оставляет следа после снятия нагрузки 20 Н
6	Бумага не прилипает к покрытию, но оставляет след от нагрузки 200 Н после ее снятия
7	Бумага не прилипает к поверхности и не оставляет след после снятия нагрузки 200 Н

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль ПФ-1126

Сиккатив НФ

Сольвент

Стеклянные шарики (типа МСБ-6) диаметром 100–350 мкм

Бумага типографская № 1А

Пластины из резины толщиной 4–5 мм и твердостью (по Шору А) 35 ± 5 усл.

ед.

Силикагель или любой другой осушающий агент (цеолит, пентаоксид фосфора и т.д.)

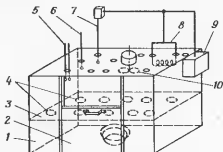


Рис. 4.1. Шкаф для сушки покрытий при комнатной температуре:

1 – корпус; 2 – дверца; 3 – полка; 4 – отверстия; 5 – психрометр; 6 – контрольный термометр; 7 – контактный термометр; 8 – нагревательный элемент; 9 – реле для регулировки температуры; 10 – вентилятор

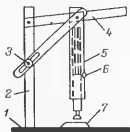


Рис. 4.2. Приспособление для создания нагрузки:

1 – основание; 2 – стойка; 3 – установочный винт; 4 – рычаг; 5 – гильза с винтовой пружиной; 6 – контрольная отметка; 7 – образец

Краскораспылитель КРУ-1

Толщиномер

Вискозиметр ВЗ-246

Шкаф для сушки образцов на воздухе (рис. 4.1). В шкафу поддерживается заданная температура с помощью нагревательного элемента 8, контактного термометра 7 и реле 9 для регулирования температуры, контролируемой термометром 6. На дне шкафа устанавливается емкость, содержащая воду либо силикагель для обеспечения в шкафу относительной влажности воздуха $65 \pm 5\%$. Влажность контролируется психрометром 5, а вентилятор 10 обеспечивает равномерное распределение воздуха заданной температуры и влажности.

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Приспособление (рис. 4.2) для создания нагрузок от 20 до 200 Н при помощи гильзы с винтовой пружиной 5

Технические весы типа Т-1

Секундомер с ценой деления 2 с

Вариант 1. Определение продолжительности и степени высыхания эмали ПФ-1126, отверждающейся при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$

Подготовка к испытанию. Нанесение эмали на стеклянные пластины. Стеклянные пластины размером $120 \times 90 \times 1,2$ мм протирают тканью, смоченной ацетоном, и сухой чистой тканью. В эмаль ПФ-1126 вводят сиккатив НФ в соотношении (по массе): на 100 ч. — 4 ч. сиккатива, перемешивают и добавляют сольвент до рабочей вязкости эмали 15–26 с по ВЗ-246 (в количестве не более 30–40 % от массы эмали). Затем эмаль фильтруют через сито с сеткой № 0125. Подготовленную эмаль наносят на стеклянные пластинки краскораспылителем КРУ-1 в один слой.

Нарезают диски из бумаги диаметром 26, а диски из резины — 22 мм. Стеклянные микрошарики отвешивают в количестве 0,5 г в стеклянный стакан.

Ход определения. 1. Определение продолжительности высыхания до степени 1. Окрашенные пластины помещают в горизонтальном положении в шкаф (см. рис. 4.1) и включают секундомер. Пластины выдерживают до тех пор, пока при легком прикосновении пальцем к слою лакокрасочного материала не исчезнет липкость эмали. После этого на горизонтально расположенную пластину из стеклянного стакана насыпать микрошарики с высоты 10–13 см таким образом, чтобы они образовали на поверхности пленки равномерный слой. Через 60 ± 2 с окрашенную пластину наклоняют под углом 20° и осторожно сметают микрошарики мягкой волосистой кистью. Если шарики легко удаляются и при осмотре невооруженным глазом не обнаруживается повреждений, покрытие достигло степени высыхания 1. При помощи секундомера фиксируют время от момента нанесения покрытия до достижения степени высыхания 1. Определяют толщину покрытия индикаторным толщиномером типа ТЛКП (см. работу № 31). Затем приступают к определению продолжительности сле-

дующих степеней высыхания, для чего пластину вновь располагают горизонтально покрытием вверх.

2. **Определение продолжительности высыхания** до степеней высыхания 2–7. На участок покрытия, отстоящий на 1–2 см от края пластины, накладывают бумажный, а на него — резиновый диск. На середину последнего устанавливают гирию массой 20 г и выдерживают в течение 60 ± 2 с. Затем снимают гирию и резиновый диск, а пластину свободно бросают ребром на деревянную доску с высоты 2–3 см. Если при этом бумажный диск отпадает, покрытие достигло степени высыхания 2, и можно приступить к определению третьей степени высыхания, которое проводят аналогичным образом, но с применением гири массой 200 г. При достижении степени высыхания 3 после удаления бумажного диска на покрытие не должно оставаться следа.

При определении степеней высыхания 4–7 следует использовать рычажное приспособление (см. рис. 4.2). Для определения степеней высыхания 4 и 5 пластину 4 устанавливают покрытием вверх и помещают на нее бумажный, а сверху — резиновый диск. Осторожно опуская стержень 5 на диски, нагружают покрытие. Через 60 ± 2 с рычагом поднимают стойку, снимают резиновый диск с образца и проводят те же операции, что и при определении степени высыхания 2. Аналогично проводят испытания на определение высыхания до степеней 6 и 7, помещая на рычаг приспособления груз.

После достижения покрытием соответствующей степени отверждения фиксируют время, в течение которого покрытие достигнуто той или иной степени высыхания.

Расчет. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение определений на трех параллельных пластинках. Степень высыхания считается достигнутой, если из трех параллельных определений два соответствуют характеристике данной степени высыхания.

Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№ п/п	Покрытие	Метод нанесения	Толщина покрытия, мкм	Режим формирования пленки		Степень высыхания	Средняя степень высыхания (из трех параллельных определений)
				температура, °С	продолжительность, мин		

Вариант 2. Определение степени высыхания эмали ПФ-1126 при повышенной температуре

Подготовка к испытанию. Три стеклянные пластины подготавливают и наносят на них эмаль, как указано в варианте 1 настоящей работы. После нанесения первого слоя образец выдерживают при комнатной темпера-

туре 5–7 мин, а затем наносят второй слой эмали. Затем окрашенные пластины в горизонтальном положении помещают в электрический сушильный шкаф (см. рис. 1.18) и выдерживают при 80 °С в течение 1 ч. После этого образцы выпимают из сушильного шкафа и охлаждают при комнатной температуре 1–2 ч.

Ход определения. Определяют высыхание покрытия до степени 3, как описано в варианте 1.

Расчет. В журнал записывают результаты испытаний в виде таблицы, составленной по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

РАБОТА № 49. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ОТВЕРЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ ЛАКОВ И ЭМАЛЕЙ ПО СОДЕРЖАНИЮ В НИХ ГЕЛЬ-ЗОЛЬ-ФРАКЦИИ

Метод основан на способности растворимой части пленки (золь-фракция) вымываться растворителем и заключается в количественном определении золь-фракции, не связанной в полимерную сетку (гель-фракция).

Материалы, приборы, оборудование

Лак МЛ-21

Эмаль МЛ-158

Ксилол

Толуол

Ацетон

Силикагель (или любой другой осушитель)

Экстрактор Сокслета (рис. 4.3)

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Толщиномер ТЛКП

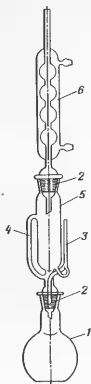


Рис. 4.3. Экстрактор Сокслета

1 – перегонная колба; 2 – шлиф; 3 – сливное устройство; 4 – соединительная трубка; 5 – экстракционный сосуд; 6 – обратный холодильник

Вариант 1. Определение содержания гель-золь-фракции в пленке лака МЛ-21

Подготовка к испытанию. Лак МЛ-21 разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 22–26 с по ВЗ-246 (с соплом 4 мм) и получают из него "свободную" пленку (см. работу № 45, вариант 2).

Приготовление патронов. Полоску фильтровальной бумаги размером 30×80 мм складывают длинной стороной пополам и сшивают боковые стороны белыми нитками. Маркируют четыре патрона простым карандашом. Навеску пленки (около 1 г) берут на аналитических весах и помещают в патрон, после чего нитками прошивают ту сторону патрона, через которую вносил навеску пленки, и патрон снова взвешивают.

В колбу экстрактора на $\frac{2}{3}$ объема заливают ацетон.

Запрещается брать пленку или патрон руками во избежание увеличения погрешности опыта, поэтому все операции с патронами и пленкой необходимо проводить в резиновых перчатках или при помощи пинцета.

Ход определения. Колбу экстрактора (см. рис. 4.3) помещают в водяную баню и постепенно нагревают до 56°C . Пары ацетона из перегонной колбы поступают в широкую соединительную трубку 4, термоизолированную асбестовым шнуром, а оттуда — в обратный холодильник изолированную асбестовым шнуром, а оттуда — в обратный холодильник 6. После конденсации паров ацетона в обратном холодильнике растворитель попадает в экстракционный сосуд, где находится патрон с пленкой. Когда экстракционный сосуд заполнится до сливного устройства 3, экстракт вновь сливается в перегонную колбу, и процесс автоматически многократно повторяется.

Через 6 ч выключают баню, вынимают экстрактор из банн и охлаждают его. После этого извлекают патроны из экстракционного сосуда и помещают на 30 мин в термостат при 60°C , а затем — в эксикатор с силикагелем. После охлаждения в эксикаторе взвешивают патроны на аналитических весах, снова помещают на 15 мин в термостат, а затем повторяют все операции до достижения постоянной массы патронов.

Патроны с навеской пленки вновь помещают в экстракционный сосуд и повторно определяют содержание гель-золь-фракции в системе описанным выше способом.

Извлечение растворимой части считается полным, если при периодическом взвешивании патрона получают одинаковые результаты.

Расчет. Содержание золь-фракции Z_1 (%) в лаковых пленках вычисляют по формуле

$$Z_1 = m_1 - m_2/m,$$

где m_1 — масса патрона с навеской до экстракции, г; m_2 — масса патрона с навеской пленки после экстракции в течение n часов, г; m — навеска лаковой пленки, г.

Содержание гель-фракции Z_2 определяют по разности между 100 % и величиной Z_1 .

Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№ образца	Покрытие	Режим формирования пленки			Навеска пленки, г	Масса патрона с навеской, г				Содержание фракций, %	
		температура, °С	продолжительность, мин	толщина пленки, мкм		исходная	после экстракции в течение различного времени, сут			Z ₁	Z ₂
							τ ₁	τ ₂	τ _n		

Вариант 2. Определения содержания гель-золь-фракции в пленке эмали МЛ-158

Подготовка к испытанию. Эмаль МЛ-158 разбавляют толуолом до рабочей вязкости 20–24 с по ВЗ-246 (соплом 4 мм), фильтруют через сито с сеткой № 009 и получают "свободные" пленки по тому же способу, как описано в варианте 2 работы № 45.

Патроны подготавливают по способу, описанному в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Испытания проводятся так же, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Расчет. Содержание гель-золь-фракции пленок эмалей X (%) определяют с учетом содержания пленкообразующего вещества (пигментная часть пленки не участвует в процессе экстрагирования) по формуле

$$X = m_1 - m_2/A \cdot 100,$$

где A – содержание пленкообразующего вещества в навеске пленки эмали ($A = a \cdot A_0/100$; здесь a – навеска пленки эмали, г; A_0 – содержание пленкообразующего вещества в эмали согласно рецептуре в пересчете на сухое вещество, %). Для пленок эмалей МЛ-158 $A = 55$ %.

Результаты испытаний записать в рабочий журнал в виде таблицы, представленной в варианте 1 настоящей работы.

РАБОТА № 50. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ВЫСЫХАНИЯ ПОКРЫТИЙ ПО ТВЕРДОСТИ

Метод основан на возрастании скорости затухания амплитуды качания маятника с уменьшением степени отверждения покрытий.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1196 [10, с. 157–159]

Сольвент

Ацетон

Маятниковый прибор 2124 ТМЛ, схема которого приведена на рис. 4.4 а. Прибор снабжен двумя маятниками: типа А (по Кёнигу) (рис. 4.4, а) и типа Б (по

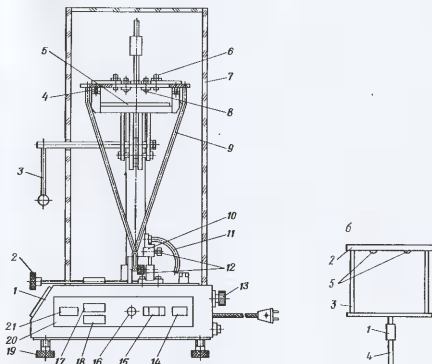


Рис. 4.4. Схема маятникового прибора 2124 ТМЛ:

а – типа А (по Кеннгу); *б* – типа Б (по Персозу);
а: 1 – основание; 2 – рукоятка; 3 – ручка; 4 – арретир; 5 – стол; 6 – упор; 7 – футляр; 8 – опорные шарики; 9 – маятник; 10 – гнездо кронштейна; 11 – тростик; 12 – винты; 13 – предохранитель; 14 – кнопка "Сброс"; 15 – цифровое табло; 16 – сигнальная лампочка; 17 – кнопка; 18 – кнопка "12°"; 19 – опора; 20 – панель управления; 21 – кнопка "Сеть";
б: 1 – противовес; 2 – поперечина; 3 – рамка маятника; 4 – стрелка маятника; 5 – опорные шарики

Персозу) (рис. 4.4, б), отличающиеся диаметром опорных шариков, расстоянием между центрами опор и средним периодом колебаний маятника [9, с. 88]

Краскораспылитель КРУ-1

Секундомер с ценой деления 0,2 с

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Вариант 1. Определение твердости покрытия эмалью МЛ-1196 на маятниковом приборе 2124 ТМЛ (тип А)

Подготовка к испытанию. Эмаль МЛ-1196 разбавляют сольвентом до рабочей вязкости 18–22 с по ВЗ-246 (соплом 4 мм), фильтруют через сито с сеткой № 02 и наносят краскораспылителем КРУ-1 на три

стеклянные пластины размером 120X90X1,4 мм, предварительно протертые тканью, смоченной ацетоном, и насухо протертые чистой и сухой тканью. Отверждение пленки проводят в электрическом сушильном шкафу при 100 °С в течение 30 мин. Толщина высохшей пленки должна составлять 30—35 мкм.

Определение "стеклянного числа" на маятнике 2124 ТМЛ типа А.

"Стеклоанное число" — продолжительность колебания маятника (с) с амплитудой колебания от 6 до 3° определяется следующим образом. Шаровые упоры 6 (см. рис. 4.4) маятника протирают тканью, смоченной ацетоном, и чистой сухой тканью. Сняв ручку 3 и футляр 7, устанавливая маятник 9 на арретире 4 прибора.

Контрольную пластину из полированного силикатного стекла (ГОСТ 8688—77) протирают тканью, смоченной ацетоном, вытирают чистой сухой тканью и устанавливают через дверцу на столе 5. Закрывают дверцу, включают на панели управления 20 кнопку 17 с обозначением "1,4 с". Тросик 11 устанавливают в гнездо кронштейна 10 против отметки "6°". Затем ручкой 3 поднимают стол 5 вместе со стеклянной пластинкой и маятником 9 до тех пор, пока стеклянная пластина не соприкоснется с упорами 6. При этом маятник займет исходное вертикальное положение. После этого ослабляют винт 12 на задней стенке шкалы и с помощью отвертки, прилагаемой к прибору, устанавливают маятник на "нуль" шкалы. При этом на панели управления 20 должна загореться сигнальная лампочка 16. После этого ручкой 3 отключают маятник вправо в наклонное положение, фиксируемое нажатием кнопки тросика 11. Опустив ручку вниз, нажимают кнопку "Сброс" 14. На цифровом табло 15 должна загореться надпись "000". Затем отпускают кнопку тросика, и маятник начнет затухать, а на цифровом табло 15 будет фиксироваться число колебаний маятника. Через некоторое время прекращают отсчет колебаний маятника и фиксируют число колебаний. Затем с помощью ручки 3 опускают стоп 5 и передвигают стеклянную пластинку таким образом, чтобы она соприкоснулась с упорами в другом месте, поверхности покрытия и проводится еще одно испытание. Испытание повторяют 3 раза. Затем вычисляют среднее значение числа колебаний маятника на контрольной стеклянной пластине умножением получаемого числа колебаний на период колебаний маятника, равный 1,4 с.

Продолжительность уменьшения амплитуды колебаний на стеклянной пластине в диапазоне отклонения маятника, равном 6—3°, должна составлять 250 ± 10 с.

Ход определения. Твердость покрытия эмалей МЛ-1196 проводится как и при определении "стеклянного числа", лишь с тем отличием, что вместо контрольной стеклянной пластины на стол 26 устанавливают образец с покрытием таким образом, чтобы покрытие соприкоснулось с упором 27. Далее проводят все операции, описанные выше.

Расчет. Относительную твердость покрытия H вычисляют по формуле

$$H = \tau_1 / \tau = T \cdot n_1 / (T \cdot n) = n_1 / n,$$

где τ — продолжительность затухания маятника на контрольной стеклянной пластине, с; τ_1 — продолжительность затухания колебаний маятника на испытуемом покрытии, с; T — период колебания маятника, с; n — число колебаний маятника на контрольной стеклянной пластине; n_1 — число колебаний маятника на испытуемом покрытии.

Все операции при определении твердости покрытия на приборе 2124 ТМЛ (тип А) записывают в рабочий журнал.

Вариант 2. Определение твердости покрытия эмалью МЛ-1196 на маятниковом приборе 2124 ТМЛ (тип Б)

Подготовка к испытанию. Подготовка пластин, эмали и получение покрытия производится, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Определение "стеклянного числа" — продолжительности колебания маятника (с) с амплитудой колебания от 12 до 4° определяется так же, как на маятнике типа А. Отличие заключается лишь в расчете среднего значения числа колебаний маятника на контрольной стеклянной пластине, так как полученное число колебаний умножается на период колебаний маятника 1,0 с.

Твердость покрытия при амплитуде колебания маятника (тип Б) на стеклянной пластине от 12 до 4° должна составлять не менее 420 усл. ед.

Ход определения. Твердость покрытия на маятнике типа Б определяется, как на маятнике типа А (см. вариант 1 настоящей работы).

Расчет. Относительная твердость H вычисляется по формуле, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

РАБОТА № 51. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ВЫСЫХАНИЯ ПОКРЫТИЙ ПО МИКРОТВЕРДОСТИ

Метод основан на способности покрытия при увеличении степени отверждения повышать сопротивление внедряющемуся в пленку механическому телу и заключается в измерении диаметра отпечатка, образующегося на покрытии при вдавливании в него алмазной четырехгранной призмы (индентора).

Материалы, приборы, оборудование

Алкидно-меламиновая эмаль МЛ-1125

Сольвент

Ацетон

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Толщиномер индикаторный типа ТЛКП

Прибор ПМТ-3 (рис. 4-5). Прибор представляет собой специальный микроскоп, сопряженный с устройством для вдавливания индентора в лакокрасочное покрытие под нагрузкой от 0,02 до 2 Н. Прибор состоит из монокулярного микро-

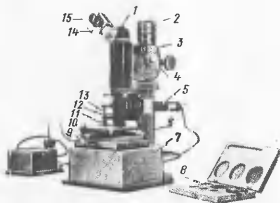


Рис. 4.5. Прибор ПМТ-3:

1 — монокулярный микроскоп; 2 — стойка; 3 — винт для грубой наводки; 4, 6 — винты для тонкой наводки; 5 — осветитель; 7 — станина; 8 — разновес; 9 — ручка для поворота предметного столика; 10 — предметный столик; 11 — индентор; 12 — винт для опускания индентора; 13 — подвижный стержень; 14 — микрометрическая насадка; 15 — объектив

скопа 1 с осветителем 5 и микрометрической насадкой 14, позволяющей измерять размеры диагонали отпечатка, получаемого при вдавливании в пленку индентора 11 под нагрузкой разновесов 8, размещаемых на подвижном стержне 13. Фокусировка изображения достигается поворотом винтов для грубой наводки 12 и для более тонкой наводки 6. Оптическая система смонтирована на стойке, укрепленной на массивном столике, в верхней части которого помещен предметный столик 10, поворачиваемый ручками 9 вокруг своей оси на 180° . Винтами 4, 6 осуществляется передвижение столика в горизонтальной плоскости.

Подготовка к испытанию. Эмаль МЛ-1125 разбавляют сольвентом до рабочей вязкости 20—22 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм, фильтруют через сито с сеткой № 02 и наносят в один слой краскораспылителем на стеклянную пластину размером $120 \times 90 \times 1,4$ мм, предварительно протертую тканью, смоченной ацетоном. Окрашенную пластину сушат в электрическом шкафу при 85°C в течение 20 мин.

Ход определения. Пластины с высушенным покрытием помещают на предметный столик 2 прибора покрытием вверх и фокусируют объектив микроскопа 8 на поверхность лакокрасочной пленки. Для проведения испытаний выбирают участок без посторонних включений и дефектов. Поворотом столика вокруг оси на 180° располагают этот участок под индентором 5, на котором установлен груз.

Нагрузку подбирают экспериментально таким образом, чтобы длина диагонали получаемого отпечатка не превышала полуторной толщины образца (оптимальный размер диагонали отпечатка 30—40 мкм).

Индентор с грузом при помощи винта плавно (в течение 10 с) опускают строго перпендикулярно на покрытие и выдерживают в течение

15 с. Затем индентор плавно и медленно возвращают в исходное положение. Поворотом ручки 3 предметного столика против часовой стрелки до упора пластину с покрытием возвращают в исходное положение (при этом отпечаток окажется под объективом микроскопа). Измеряют диагональ отпечатка с помощью микрометрической насадки 14. На испытуемом образце делают не менее трех параллельных измерений. Расстояние между центрами отпечатков и расстояние отпечатков от краев пластинки должно быть не меньше удвоенной диагонали отпечатка.

Расчет. Микротвердость H (Н/мм^2) рассчитывают по формуле $H = 1,8P/d^2$,

где P — нагрузка на индентор, Н; d — среднее арифметическое трех диагоналей, мм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех измерений на трех параллельных образцах.

Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№ образца	Покрытие	Режим формирования покрытия			Нагрузка на индентор, Н	Размер отпечатка (по диагонали), мм	Твердость, Н/мм^2
		температура, °С	продолжительность, мин	толщина, мкм			

ГЛАВА 5

ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

РАБОТА № 52. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПЛЕНОК ПРИ РАСТЯЖЕНИИ

Механические свойства пленок определяются измерением предела прочности при растяжении, относительным удлинением при разрыве и модулем упругости.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-158 [9, с. 150–152]

Ксилол

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Малогабаритная горизонтальная разрывная машина (рис. 5.1) [11, с. 162]

Подготовка к испытанию. Эмаль МЛ-158 разбавляют ксилолом до вязкости 28–30 с по ВЗ-246 (соплом 4 мм).

Получение свободных пленок из эмали МЛ-158 — см. работу № 45 (вариант 2).

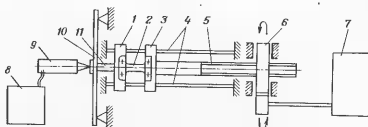


Рис. 5.1. Малогабаритная горизонтальная разрывная машина:
1, 3 — зажимы; 2 — испытываемая пленка; 4 — направляющие; 5 — винт; 6 — гайка; 7 — редуктор; 8 — потенциометр БВ-662; 9 — датчик; 10 — динамометр; 11 — стержень

Нанесение эмали осуществляют пневматическим распылением с помощью краскораспылителя КРУ-1.

Отверждение эмали МЛ-158 проводят по ступенчатому режиму при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 30 мин, а затем при $130 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 60 мин. Толщина однослойного покрытия должна составлять 20–30 мкм.

Вариант 1. Определение предела прочности пленки при растяжении

Метод заключается в определении максимального напряжения, которое выдерживает пленка, не разрушаясь.

Ход определения. Свободную пленку 2 размером 30×10 мм заправляют в зажимы 1 и 3 разрывной машины (см. рис. 5.1). Зажим 1 связан с динамометрической пластиной 10, а подвижный зажим 3 с винтом 5 приводится в движение гайкой 6, частота вращения которой задается стержнем 11. При растяжении пленки со скоростью 25 мм/мин динамометрическая пластинка прогибается. Величина прогиба динамометра фиксируется индуктивным датчиком и записывается потенциометром. На ленте потенциометра записывается разрывная диаграмма в координатах: разрывное усилие P — удлинение Δl .

Расчет. Предел прочности σ_p (Па) измеряется отношением разрывной нагрузки P к первоначальной площади поперечного сечения образца (пленки) S_0 :

$$\sigma_p = P/S_0.$$

Полученные данные записывают в виде таблицы

№	Материал	Число измерений n	Толщина пленки t , мкм	Площадь поперечного сечения S_0 , см ²	Разрывная нагрузка P , Н	Предел прочности σ_p , Па	Среднее арифметическое предела прочности σ_0 , Па	Относительная погрешность $A\sigma$, %	Стандартная погрешность оценки $S\sigma$, %

Вариант 2. Определение относительного удлинения пленки при разрыве

Метод основан на способности пленки изменять первоначальную длину вплоть до разрыва при растяжении под действием внешних сил.

Ход определения — см. вариант 1 настоящей работы.

Расчет. Относительное удлинение пленки ϵ_p выражают в процентах от первоначальной длины рабочей части образца (пленки), принятой за 100 %:

$$\epsilon_p = \Delta l / l \cdot 100 = l - l_0 / l_0,$$

где Δl — удлинение пленки, мм; l — длина рабочей части пленки в момент разрыва, мм; l_0 — первоначальная длина рабочей части пленки, мм.

Полученные данные записывают в журнал в виде таблицы:

Число измерений n	Начальная длина рабочей участка l_0 , мм	Длина пленки при разрыве l_p , мм	Удлинение при разрыве $l_p - l_0$, мм	Относительное удлинение ϵ_p , %	Среднее арифметическое относительного удлинения $\epsilon_p = \frac{1}{n} \sum \epsilon_{pi}$	Относительная погрешность A_{ϵ} , %	Стандартная погрешность оценки S_{ϵ} , %

Вариант 3. Определение модуля упругости пленки при растяжении

Модуль упругости пленки, характеризующий степень жесткости материала, определяется отношением нормального напряжения к соответствующему относительному удлинению в пределах пропорциональности. Модуль упругости E рассчитывают на основании закона Гука:

$$E = \sigma / \epsilon,$$

где ϵ — относительное удлинение при напряжении растяжения σ .

Ход определения — см. варианты 1 и 2 настоящей работы.

Расчет. Строят деформационную кривую, отпожив на оси ординат текущее значение напряжения σ_i , предел пропорциональности $\sigma_{пп}$, предел вынужденной эластичности $\sigma_{вэ}$, а на оси абсцисс — деформацию ϵ .

Текущее напряжение σ_i определяют по формуле

$$\sigma_i = P_i / S_0,$$

где S_0 — начальная площадь поперечного сечения рабочей части пленки, см².

Текущее значение деформации ϵ_i , соответствующее σ_i , рассчитывают по формуле

$$\epsilon_i = \Delta l_i / l_0,$$

где Δl_i — удлинение в данный момент при σ_i , мм; l_0 — исходная длина рабочей части пленки, мм.

Модуль упругости вычисляют по тангенсу угла наклона первоначального прямолинейного графика деформационной кривой.

Полученные результаты записывают в журнал в виде таблицы:

Число измерений n	σ_i	ϵ_i	Модуль E_i	Среднее арифметическое модуля $E = \frac{1}{n} \sum E_i$	Относительная погрешность $A_E, \%$	Стандартная погрешность $S_E, \%$

РАБОТА № 53. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ ПАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ ИЗГИБЕ

Метод основан на определении относительного удлинения покрытия при изгибе вокруг металлических стержней разного диаметра или на коническом стержне с непрерывно возрастающим радиусом изгиба.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль ПФ-1126 [9, с. 94–96]

Сиккатив НФ

Сольвент

Бензин

Краскораспылитель КРУ-1

Лупа (4X)

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Шкала гибкости ШГ (рис. 5.2) состоит из 12 стальных стержней, девять из

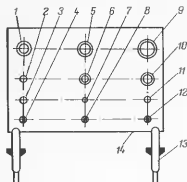


Рис. 5.2. Шкала гибкости:

1–12 — стержни; 13 — струбина; 14 — панель

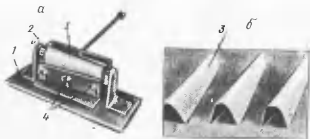


Рис. 5.3. Приспособление для определения прочности пленки при изгибе на конусе: *а* — общий вид; *б* — образец после испытания; 1 — основание; 2 — конус; 3 — покрытие; 4 — регулировочные винты

которых неподвижно установлены на панели прибора, а три стержня (верхний ряд) являются съемными. Четыре стержня имеют плоскую форму с диаметрами закругления в верхней части 1, 2, 3 и 4 мм; 8 стержней имеют цилиндрическую форму с диаметрами 5, 6, 8, 10, 12, 15, 16 и 20 мм. Стержни 1, 5 и 9 могут быть заменены съемными стержнями диаметром 25, 30, 35, 40, 45 и 55 мм.

Конический стержень (рис. 5.3) представляет собой усеченный стальной конус 2 высотой 209,2 мм и диаметрами оснований 38 мм и 3,2 мм, укрепленный на массивной металлической станине 1. Станина жестко крепится на столе. У боковой поверхности стержня находится зажимная пластина с тремя барашковыми винтами 4. На верхней части зажимной пластины имеется шкала от 0 до 203,2 мм с ценой деления 12,7 мм. К оси конуса прикреплена загибочная скоба с ручным рычагом и держателем.

Микрометр МК-0,25

Толщиномер ИТП-1

Вискозиметр ВЗ-246

Секундомер

Вариант 1. Определение прочности покрытия при изгибе на шкале гибкости ШГ

Подготовка к испытанию. Подготовка пластин. Металлические пластины из черной жести размером 100×20×0,3 мм очищают вручную от окалины и ржавчины наждачной шкуркой. После этого обезжиривают промывкой в бензине 2–3 раза и протирают насухо чистой сухой тканью. Замеряют толщину пластины микрометром МК-0,25 (см. работу № 46).

Разбавление эмали. В эмаль ПФ-1126 добавляют сиккатив НФ в соотношении (по массе): 100 ч. эмали на 4 ч. сиккатива и перемешивают. Затем эмаль разбавляют сольвентом в количестве не более 30–40 % от массы эмали до получения рабочей вязкости 15–16 с по ВЗ-246 (соплом 4 мм) и фильтруют через сито с сеткой № 0125.

Нанесение эмали краскораспылителем КРУ-1 на металлические пластины производят сразу же после подготовки пластин к испытанию. Эмаль наносят в один слой и сушат в электрическом шкафу при

$80 \pm 2^\circ \text{C}$ в течение 1 ч. Толщину покрытий замеряют толщиномером ИТП-1 (см. работу № 46).

Ход определения. На стержень наибольшего диаметра кладут окрашенную пластинку пленкой вверх, плотно прижимая ее к стержню. Пластику плавно изгибают вокруг стержня на 180° в течение 1–2 с. С помощью лупы (4X) осматривают покрытие в месте изгиба на наличие трещин и отслаивания, принимая во внимание дефекты, отстоящие от края на 3–5 мм. Если покрытие не разрушено (нет отслаивания, трещин), стержень следует изгибать последовательно — от стержня большего диаметра к стержню меньшего диаметра.

Расчет. За показатель прочности пленки при изгибе принимают величину минимального диаметра стержня (мм), на котором лакокрасочное покрытие осталось неповрежденным. Оценку проводят по трем определениям на одном и том же стержне. При этом должны совпадать результаты хотя бы двух определений. В случае расхождения результатов испытание повторяют. Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№	Лакокрасочный материал	Минимальный диаметр, мм	Эластичность, %

Эластичность покрытия (относительное удлинение наружного слоя лакокрасочной пленки $\mathcal{E}$ (%)) вычисляют по формуле

$$\mathcal{E} = \frac{h + 2l}{2h' + h} \cdot 100,$$

где h — толщина подложки; h' — толщина покрытия; радиус стержня, вокруг которого изгибается покрытие.

Вариант 2. Определение прочности покрытия при изгибе на коническом стержне

Подготовка к испытанию — см. вариант 1 настоящей работы.

Ход определения. Загибочную скобу конического стержня (см. рис. 5.2) устанавливают в горизонтальном положении. Образец помещают между конусом и держателем таким образом, чтобы окрашенная сторона была обращена к держателю. Пластику придвигают вплотную к зажимной скобе; между покрытием и держателем вставляют два листа крафт-бумаги, на обе стороны которой предварительно наносят тальк. Пластику вместе с прокладкой закрепляют зажимной пластиной при помощи вин-

тов, равномерно поворачивая рычаг на 180° в течение 15 с. При этом пластина изгибается с непрерывно меняющимся радиусом изгиба — от 1,6 до 19 мм. После этого удаляют бумагу, осматривают образец при помощи лупы и отмечают по шкале точку, до которой распространилась трещина.

На шкале прибора измеряют расстояние от наибольшего диаметра основания конуса до точки, от которой распространилась трещина.

Расчет. Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

Покрытие	Режим отверждения		Толщина пленки, мкм	Показание линейной шкалы прибора, мкм
	температура, $^\circ\text{C}$	продолжительность, ч		

РАБОТА № 54. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛАСТИЧНОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ПРИБОРЕ "ПРЕСС ЭРИКСЕНА"

Метод заключается в измерении глубины погружения (вытяжки) в окрашенную металлическую пластину до разрушения лакокрасочного покрытия, фиксируемого визуально или с помощью электроизмерительного устройства на приборе "Пресс Эрикссена", а также определения концентрации микротрещин в зависимости от глубины вытяжки по изменению электросопротивления испытуемого образца.

Материалы, реактивы, приборы, оборудование

Эмаль ПФ-1126

Сиккатив ИФ

Сольвент

Хлорид кальция, 20 %-ный раствор

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Толщиномер ИТП-1

Прибор "Пресс Эрикссена" (рис. 5.4) состоит из матрицы, прижимной плиты, пуансона с радиусом закругления 10 мм, устройства для подачи пуансона, микроскопа и часового индикатора для измерения вытяжки с точностью до 0,3 мм.

Вершина пуансона 5 расположена в плоскости поверхности прижимной плиты 4 и центрично к матрице 1. Поверхности матрицы и прижимной плиты плоскопараллельны. Прибор снабжен электрометрическим измерительным устройством, позволяющим обнаружить нарушение целостности покрытия в виде микротрещин при вытяжке и определить увеличение трещин в зависимости от глубины вытяжки. Прибор типа "Пресс Эрикссена" укреплен на монтажном столике. Над матричным держателем расположен микроскоп наблюдения с кольцевым осветителем. К корпусу прибора присоединено электролитическое измерительное устройство.

Электролитическое измерительное устройство (рис. 5.5)

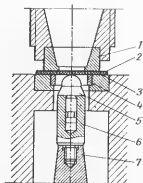


Рис. 5.4. Прибор "Пресс Эрикссена":

1 — матрица; 2 — лакокрасочная пленка; 3 — металлическая пластинка; 4 — прижимная плита; 5 — пуансон; 6 — стержень; 7 — поршневой шток

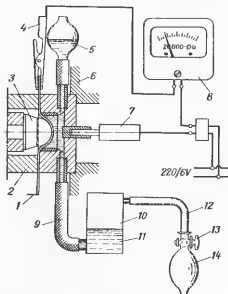


Рис. 5.5. Схема электролитического измерительного устройства:

1 — образец; 2 — прижимная плита; 3 — пуансон; 4 — пружинный контактный зажим; 5 — стеклянная колба с электролитом; 6 — матричный держатель; 7 — однополюсная штепсельная вилка с пружинящим контактом; 8 — омметр; 9 — шланг для подачи электролита; 10 — емкость для электролита; 11 — электролит; 12 — шланг; 13 — вентиль для удаления воздуха; 14 — резиновая груша

Вариант 1. Определение эластичности покрытия на приборе "Пресс Эрикссена" по глубине прогиба подложки

Подготовка к испытанию. Пластины из стали 08кп размером 150×70×1,0 мм готовят, как указано в работе № 37 (вариант 1).

Эмаль ПФ-1126 готовят и наносят на металлические пластины аналогично тому, как указано в работе № 53 (вариант 1).

Ход определения. Микроскоп поворачивают вверх и вставляют образец в щель между матрицей и прижимной плитой таким образом, чтобы окрашенная сторона была обращена к отверстию матричного держателя. Путем вращения матричного держателя при помощи рукояток прижимают образец к поверхности прижимной плиты, в плоскости которой находится вершина пуансона. После включения главного рубильника и перекидного выключателя освещается кольцевой осветитель микроскопа. Затем микроскоп поворачивают вниз и фокусируют на освещенную окрашенную поверхность пластины. Рычаг выключателя, расположенного на правой боковой стороне прибора, поворачивают в положение "Рабочий ход".

Нажимом кнопки включают мотор поршневого двигателя и вращением поворотной кнопки клапана количественного регулирования

(находящейся на передней панели стола) устанавливают скорость вытяжки 0,2 мм/с. В процессе вытяжки наблюдают в микроскоп за лакокрасочной пленкой. При появлении первых трещин на покрытии, фиксируемых микроскопом, нажатием кнопки прекращают вытяжку и отмечают показания часового индикатора.

Переводом рычага рубильника назад в положение "Обратный ход" и нажмем кнопочного включателя возвращают пуансон в исходное положение. Поворачивают микроскоп вверх, вращением против часовой стрелки вывинчивают матричный держатель и извлекают испытуемую металлическую пластину.

Одну и ту же пластину вытягивают дважды; при этом расстояние между центрами вытяжки должно быть не менее 50 мм. Определение проводят не менее, чем на двух пластинах.

Расчет. За показатель эластичности принимают глубину прогиба (мм) подложки, при которой начинается разрушение покрытия. Глубину прогиба вычисляют умножением показания часового индикатора на скорость движения пуансона (0,2 мм/с).

За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех параллельных определений; при этом расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5 мм.

Результаты испытаний записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№ образца	Покрытие	Режим отверждения		Толщина пленки, мкм	Глубина вытяжки, мм	Дефекты поверхности пленки
		температура, °С	продолжительность, ч			

Вариант 2. Определение эластичности покрытия на приборе "Пресс Эриксона" с помощью электролитического измерительного устройства

Подготовка к испытанию. Пластины из стали 08кп размером 150×70×0,1 мм подготавливают как указано в работе № 37 (вариант 1).

Эмаль ПФ-1126 приготавливают, наносят на металлические пластины и сушат, как указано в работе № 50 (вариант 1).

Ход определения. Устанавливают омметр в нулевое положение. Для этого неокрашенную металлическую пластину вставляют в прорезь между прижимной плитой 2 и матричным держателем 6 (см. рис. 5.5). Поворотом по часовой стрелке рукоятки матричного держателя закрепляют пластину в приборе. Затем конец шланга 9 надевают на нижний муфштук емкости для электролита 10, а штепсельную вилку с пружиной контактом 7 вставляют в поперечный брус ячейки. Присоединяют прижимной зажим к неокрашенной металлической пластине. Вентиль для удаления воздуха 13 закрывают и перекачивают раствор электролита при помощи резиновой груши 14 до тех пор, пока жидкость не заполнит половину емкости стеклянной колбы 5.

При включении перекидного выключателя стрелка омметра должна находиться на нуле. В противном случае с помощью потенциометра устанавливают омметр на нуль. Затем открывают вентиль и сливают электролит в емкость. После этого открывают матричный держатель, удаляют неокрашенную металлическую пластину и устанавливают испытуемый образец, повторяя перечисленные выше операции.

Затем, как описано в варианте 1, нажимают кнопочный выключатель и вдавливают пуансон в металлическую пластину. При возникновении в процессе вытяжки микроскопических сквозных трещин стрелка омметра покажет первое минимальное отклонение. По часовому индикатору вычисляют глубину вытяжки, при которой обнаруживаются сквозные микротрещины. Эту величину вытяжки принимают за предел эластичности покрытия. При последующей вытяжке от 0,1 до 0,5 мм фиксируют показания омметра.

Расчет. Результаты измерений оформляют в виде графика, откладывая на оси абсцисс глубину вытяжки (показания часового индикатора), а по оси ординат — показания омметра.

Резкое возрастание кривых свидетельствует о том, что получена хрупкая лакокрасочная пленка с плохой адгезией; плавное возрастание — о получении эластичной пленки с хорошей адгезией.

РАБОТА № 55. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ УДАРЕ

Метод основан на мгновенной деформации образца (металлической пластины с покрытием) при свободном падении на него груза.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1225

Сольвент

Аналитические весы (точн. взв. 0,0001 г)

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический сушильный шкаф

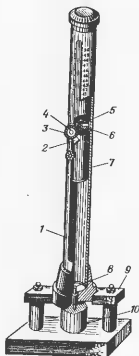
Прибор У-1А (рис. 5.6) состоит из станины, в которую запрессована наковальня 10 с внутренним диаметром 15 мм; двух стоек 2, скрепленных траверсой 11; бойка 10 с шариком диаметром 8 мм; направляющей трубы 3 для отчета высоты установки груза массой 1 кг 9, имеющей шкалу от 0 до 50 см (с точностью до 1 см).

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150×70×0,1 мм подготавливают как указано в работе № 37 (вариант 1).

Эмаль МЛ-1225 фильтруют, разбавляют сольвентом до рабочей вязкости 20–22 с по ВЗ-246 (соплом 4 мм), как указано в работе № 51.

Расчет. Прочность пленки при ударе выражают произведением величины груза (Н) на максимальную высоту (см), с которой падает груз, не вызывая механических разрушений пленки. За результат испытания

Рис. 5.6. Прибор У-1А для определения прочности пленки при ударе: 1 — направляющая трубка; 2 — указательная стрелка; 3 — стопорный винт; 4 — кнопка; 5 — стопор; 6 — корпус приспособления для удерживания и сбрасывания груза; 7 — свободно падающий груз; 8 — боек с шариком; 9 — траверса; 10 — наковальня



принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, отклонения величины которых от среднего арифметического не должны превышать 2 см.

Результаты испытания записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№	Лакокрасочный материал	Режим отверждения		Толщина пленки, мкм	Масса груза P , Н	Число измерений n	Высота подъема груза, h_i	Среднее арифметическое высоты подъема груза $\bar{h} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n h_i$	Прочность пленки при ударе $P\bar{h}$, Н · м	Наблюдаемые дефекты
		температура, °С	продолжительность, мин							

РАБОТА № 56. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод основан на определении массы кварцевого песка, требуемого для разрушения покрытия до подложки, на которой оно нанесено, при падении на покрытие струи кварцевого песка.

Материалы, реактивы, приборы, оборудование

Лак ВЛ-51 [10, с. 78–80]

Ацетон

Растворитель Р-7 — циклогексанон и этанол в соотношении 1:1 [9, с. 230–232]

Кварцевый природный песок (ГОСТ 6139–78)

Микрометр М-0,25

Вискозиметр ВЗ-246

Технические весы (точн. взв. 0,1 г)

Электрический сушильный шкаф

Прибор для определения износостойкости покрытий (рис. 5.7) состоит из трубки 2 (длина 500 мм, внутренний диаметр 5–8 мм), укрепленной в штативе 1. За матовым стеклом площадки 4 находится осветитель с мощностью 25 Вт. Ось трубки проходит через центр матового стекла.

Подготовка к испытанию. Стеклянные пластины размером 120X90X2 мм подготавливают, как указано в работе №40. Взвешивают четыре порции кварцевого песка по 50 г. Лак ВЛ-51 фильтруют через двойной слой марли и ваты и добавляют растворитель Р-7 до получения рабочей вязкости 14–14,5 с по вискозиметру ВЗ-246 (соплом 4 мм). Лак наносят на стеклянную пластину наливом (см. работу № 45), помещают в шкаф для сушки образцов на воздухе (см. рис. 4.1) и выдерживают вначале в горизонтальном положении в течение 50 с, а затем под углом 45° в течение 20 мин. После этого образец помещают в сушильный шкаф, нагретый до 120 °С, и сушат при 180 °С в течение 30 мин. Подъем температуры от 120 до 180 °С осуществляется за 15 мин. После высушивания лака образец выдерживают перед испыта-

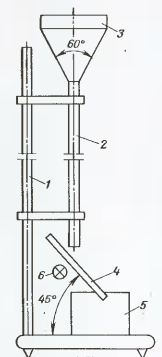


Рис. 5.7. Схема прибора для определения износостойкости покрытий:

1 — штатив; 2 — направляющая трубка; 3 — воронка; 4 — площадка для испытуемого образца; 5 — резервуар для песка; 6 — осветитель

нием при комнатной температуре 2–4 ч и измеряют толщину полученной пленки микрометром М-0,25 (см. работу № 45).

Ход определения. Образец с пленкой лака ВЛ-51 закрепляют на площадке 4. Затем в воронку 3 насыпают кварцевый песок (порциями по 50 г) и фиксируют момент разрушения пленки лака до стеклянной подложки.

Расчет. За износостойкость покрытия X (Н/м) принимают количество кварцевого песка (г), израсходованного на разрушение пленки заданной толщины до подложки:

$$X = m/h,$$

где m — масса израсходованного песка, г; h — толщина пленки, мкм.

Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Покрытие	Толщина пленки, мкм	Масса песка, г	Износостойкость, Н/м	Оценка состояния поверхности пленки после испытания (визуально)

РАБОТА № 57. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЯХ КОНСОЛЬНЫМ МЕТОДОМ

Метод основан на измерении отклонения от первоначального положения свободного конца консолию закрепленной упругой металлической пластины с лакокрасочным покрытием под влиянием внутренних напряжений, возникающих в покрытии.

Материалы, реактивы, приборы, оборудование

Эмаль ПФ-115

Сольвент

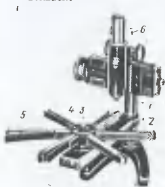


Рис. 5.8. Прибор для измерения внутренних напряжений в покрытиях при комнатной температуре:

1 — стойка микроскопа; 2 — кронштейн; 3 — шпиль; 4 — втулка; 5 — образцы (консоли); 6 — микроскоп

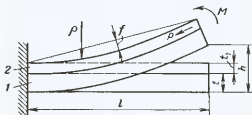


Рис. 5.9. Образец для определения внутренних напряжений:

1 — пластина-подложка; 2 — покрытие; l — длина; t — толщина; f — радиус кривизны; P — прогиб; h_1 — отклонение конца пластины подложки; t_1 — толщина покрытия; M — изгибающий момент

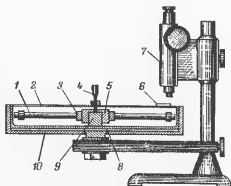


Рис. 5.10. Прибор для определения внутренних напряжений в покрытиях при повышенных температурах:

1 — пластина-подложка; 2 — съемная крышка; 3 — держатель; 4 — ручка для вращения втулки; 5 — втулка; 6 — смотровое окно; 7 — микроскоп; 8 — металлическая коробка; 9 — шип; 10 — теплоизоляционный кожух

Уайт-спирит

Вискозиметр ВЗ-246

Прибор для измерения внутренних напряжений в покрытиях при комнатной температуре (рис. 5.8). На стойке 1 оптического микроскопа 6 укреплен кронштейн 2 с шипом 3, на который одевается втулка 4. Шесть образцов 5 закрепляются во втулке винтами.

Образец-консоль (рис. 5.9) состоит из пластины — подложки 1, на которую нанесено лакокрасочное покрытие 2; пластины основания 1.

Прибор для определения внутренних напряжений в покрытиях при повышенных температурах (рис. 5.10); основной частью прибора является втулка 5 с держателем 3, в которых закрепляются образцы подложки с покрытием 1; шип 9, находящийся в металлической коробке 8; теплоизолирующий кожух 10 со съемной крышкой. На дне кожуха в зазоре вмонтирована нагревательная спираль.

Вариант 1. Определение внутренних напряжений в покрытии эмалью ПФ-115 в процессе отверждения при комнатной температуре

Подготовка к испытанию. Перед нанесением эмали пластину-подложку шлифуют абразивной шкуркой и обезжиривают уайт-спиритом. Затем измеряют толщину подложки микрометром в трех местах по длине пластины (см. работу № 46). Параллельно готовят 6 подложек.

Эмаль ПФ-115 разбавляют сольвентом до вязкости 30 с по ВЗ-246 (согласно 4 мм), как указано в работе № 26.

Эмаль ПФ-115 наносят на пластины-подложки мягкой хворьковой кисточкой таким образом, чтобы не образовывались потеки по краям и эмаль не стекала на обратную сторону.

Ход определения. Пластины-консоли, окрашенные эмалью ПФ-115, помещают на подставку и все шесть образцов закрепляют на втулке (см. рис. 5.7) винтами. Возникающие в покрытии внутренние напряжения вызывают прогиб подложки, который фиксируется оптическим микроскопом по изменению отклонения консоли Δh . В процессе отверждения проводят измерения через 2, 6, 8, 24 и 120 ч. После этого измеряют длину пленки 1, суммарную толщину подложки и пленки $(t + \Delta t)$ в тех же трех точках по длине образца, в которых измерялась толщина

подложки до нанесения эмали и вычисляют толщину пленки Δt как среднее арифметическое из трех измерений вдоль длины консоли. Определение Δh параллельно проводят на шести консолях.

Расчет. Внутренние напряжения $\sigma_{\text{вн}}$ (МПа) вычисляют по формуле:

$$\sigma_{\text{вн}} = \frac{\Delta h E t^3}{3 l^2 (1 + \Delta t) \Delta t},$$

где Δh — отклонение пластины от первоначального положения, см (при этом $\Delta h = h_1 - h_0$); E — модуль упругости подложки, МПа (для стали $E = 1,96 \cdot 10^5$ МПа).

За величину внутренних напряжений принимают $\sigma_{\text{вн}}$, рассчитанное по величине Δh , измеренной после выдержки образцов при комнатной температуре в течение 120 ч.

Полученные результаты оформляют в виде графика, откладывая по оси абсцисс продолжительность высыхания пленки τ (ч), а по оси ординат — величину внутренних напряжений $\sigma_{\text{вн}}$ (Па).

Вариант 2. Определение внутренних напряжений в покрытии эмалью ПФ-115 в процессе отверждения при 100 °С

Подготовка к испытанию. Подготовка пластин-подложек и нанесение на них эмали производится так же, как в варианте 1 настоящей работы. Параллельно готовят 6 образцов.

Ход определения. Образцы-консоли 5 через съемную крышку 2 теплоизоляционного кожуха 10 (см. рис. 5.10) надевают на шип 9, который размещен в металлической коробке 8 в теплоизоляционном кожухе 10. Крышку закрывают и включают обогрев, который осуществляется за счет нагревательной спирали, расположенной на дне кожуха. Отверждение покрытия проводится при 100 °С. Заданная температура контролируется прибором ЭПП-09. В процессе отверждения измеряют Δh с помощью микроскопа 7 через смотровое окно 6, расположенное в крышке кожуха. Измерение Δh пластины производится при 100 °С через 10, 15, 20 и 35 мин. Затем обогрев прекращают и после выдержки образцов при комнатной температуре в течение 2 ч вновь производят измерение Δh . Определение Δh производится на шести образцах. Перед установкой последующего образца ручкой 4 поворачивают втулку для измерения Δh .

Измерение длины пленки l и суммарной толщины подложки и пленки $(l + \Delta t)$ производится после выдержки образцов при комнатной температуре в течение 2 ч и замера Δh в тех же трех точках по длине образца, в которых измерялась толщина подложки до нанесения эмали.

Расчет. Внутренние напряжения $\sigma_{\text{вн}}$ (МПа) рассчитывают по формуле, приведенной в варианте 1 настоящей работы. За окончательный результат $\sigma_{\text{вн}}$ принимается значение $\sigma_{\text{вн,т}}$, рассчитанное по Δh после отверждения покрытия при 100 °С в течение 35 мин и выдержки образцов при комнатной температуре в течение 2 ч.

Полученные результаты оформляют в виде графика, откладывая по оси абсцисс температуру отверждения пленки ($^{\circ}\text{C}$), а по оси ординат — величину внутренних напряжений $\sigma_{\text{внт}}$ (Па).

РАБОТА № 58. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АДГЕЗИОННОЙ ПРОЧНОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Методы определения адгезионной прочности лакокрасочных покрытий основаны на механическом разрушении соединения на границе покрытие — подложка.

Материалы, реактивы, приборы

Эмаль ПФ-115

Эмаль МЛ-158

Сольвент

Ацетон

Ксилол

Уайт-спирит

Микрометр М-0,25

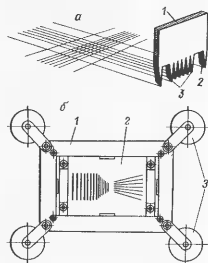


Рис. 5.11. Устройства для нанесения надрезов:

a — механическая гребенка; *б* — приспособление АД-1;

a: 1 — опорная планка; 2 — опорный резец-лезвие; 3 — рабочие резцы-лезвия

б: 1 — рамка для установки трафарета; 2 — трафарет; 3 — вакуумные присоски

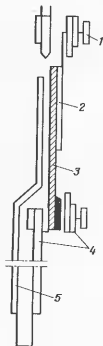


Рис. 5.12. Приспособление для определения адгезии.

1 — верхний зажим; 2 — фольга; 3 — испытуемая пленка; 4 — нижний зажим; 5 — направляющая планка

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Устройства для нанесения решетчатых или параллельных надрезов (рис. 5.11, а, б)

Приспособление к зажимам разрывной машины (рис. 5.12)

Вариант 1. Определение адгезионной прочности покрытия методом решетчатых надрезов

Метод заключается в оценке степени прилипания лакокрасочной пленки к подложке по числу ичек, отпавших от подложки при нарезании пленки.

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,2 мм шлифуют абразивной шкуркой, протирают тканью, смоченной уайт-спиритом; затем протирают насухо и снова — тканью, смоченной ацетатом.

Окрашивание пластины методом пневматического распыления с помощью краскораспылителя КРУ-1 и высушивание эмали ПФ-115 производится, как описано в варианте 3 работы № 47.

Ход определения. На поверхности покрытия эмалью ПФ-115 устройствами, приведенными на рис. 5.11 (а, б) или лезвием бритвы по линейке делают не менее пяти параллельных надрезов до подложки на расстоянии 1 мм друг от друга (для покрытий толщиной до 60 мкм)*. Столько же аналогичных надрезов делают перпендикулярно первым. На покрытии образуется решетка из квадратов одинакового размера. После нанесения квадратов очищают пленку от отслоившихся кусочков пленки.

Расчет. Адгезию оценивают по состоянию надрезов на покрытии и выражают в баллах (по четырехбалльной системе) в соответствии со шкалой, приведенной ниже:

	Балл
Края надрезов должны быть гладкими, кусочков отслоившихся покрытий не наблюдается	1
Незначительное отслаивание покрытий в виде точек вдоль линий надрезов или в местах их пересечения	2
Отслаивание покрытий вдоль линий надрезов или полос (до 35 % поверхности с каждой решетки)	3
Полное или частичное отслаивание покрытий полосами или квадратами вдоль линий надрезов (более 35 % поверхности с каждой решетки)	4

За результат принимается среднее значение балла, полученного при испытании не менее двух образцов и на трех участках поверхности каждого образца.

*Для покрытий толщиной более 60 мкм надрезы делают на расстоянии 2 мм друг от друга.

Вариант 2. Определение адгезионной прочности покрытия методом параллельных надрезов

Метод заключается в оценке степени прилипания лакокрасочной пленки к подложке по числу отслоившихся полос пленки при отрыве от подложки с помощью липкой ленты. Методика используется в обязательном порядке для покрытий, получивших балл 1 при испытании адгезионной прочности по методу решетчатых надрезов.

Подготовка к испытанию. Подготовка пластин, эмали МЛ-158 к нанесению, окрашивание пластины и высушивание эмали проводится так же, как в работе № 52 и в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. На поверхности покрытия эмалью МЛ-158 устройствами, приведенными на рис. 5.11 (*а* и *б*) или лезвием бритвы по линейке делают не менее пяти параллельных надрезов до подложки на расстоянии 1 мм друг от друга. Перпендикулярно сделанным надрезам накладывают на покрытие полоску полиэтиленовой липкой ленты размером 100X10 мм, оставляя один конец полоски неприклеенным. Быстрым движением руки под прямым углом отрывают ленту от покрытия.

Расчет. Адгезионную прочность покрытия эмалью МЛ-158 оценивают по состоянию надрезов после снятия липкой ленты и выражают в баллах по следующей шкале:

	Балл
Края надрезов гладкие	1
Незначительное отслаивание покрытий по ширине полосы и вдоль надреза (не более 0,5 мм)	2
Отслаивание покрытий целыми полосами	3

За результат принимают среднее значение балла, полученного при параллельном испытании не менее 2 параллельных образцов на трех участках поверхности каждого образца.

Вариант 3. Определение адгезионной прочности покрытия методом отслаивания

Метод заключается в измерении усилия, необходимого для отслаивания гибкой подложки от лакокрасочной пленки, армированной стеклянной тканью.

Подготовка к испытанию. Фольгу натягивают на стеклянную пластину размером 120X90X1,4 мм, выравнивают и обезжиривают ацетоном. Стеклянную ткань также обезжиривают ацетоном, сушат и накладывают на фольгу, плотно прижимая к ней.

Эмаль МЛ-158 разбавляют ксилолом до вязкости 28—30 с по ВЗ-246 (сошло 4 мм). Затем на подготовленную подложку (фольга + стеклоткань) наносят эмаль МЛ-158 пневматическим распылением с помощью краскораспылителя КРУ-1 и сушат по режиму, приведенному в работе № 52. После этого образец (фольга + стеклоткань + лакокрасочная пленка) снимают со стеклянной пластины, измеряют его толщину микромет-

ром М-0,25 (см. работу № 46) не менее, чем на трех участках поверхности. Толщина образца должна составлять 120–200 мкм. Затем образец нарезают на полосы размером 30×40 мм.

Ход определения. Отслаивают фольгу от пленки со стеклотканью по длине 35 мм и отгибают на 180°. После этого закрепляют полоску в зажимы приспособления (см. рис. 5.12) таким образом, чтобы пленка со стеклотканью была зажата в нижнем зажиме 4, а фольга — в верхнем зажиме 1. Часть нерасслоенного образца должна быть плотно прижата к направляющей планке 5. Приспособление (см. рис. 5.12) используется для сохранения постоянного угла расслаивания. Скорость движения зажима приспособления составляет 6,5–7 мм/мин. В процессе испытания регистрируется усилие, которое необходимо для отслаивания фольги от пленки.

Расчет. Адгезия оценивается усилием P (Н/м), которое затрачивается на отслаивание от фольги пленки длиной 30 мм и шириной 10 мм. За результат испытаний принимают среднее арифметическое из 10 определений. Расхождение результатов параллельных определений не должно превышать 10 %.

Среднюю δ и абсолютную A погрешность измерения вычисляют по формулам:

$$\delta = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i = \frac{(\bar{P} - P_1) + (\bar{P} - P_2) \dots + (\bar{P} - P_n)}{n}; \quad A = \delta / \bar{P} \cdot 100;$$

где $(\bar{P} - P_i)$ — абсолютная разность.

Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы:

№ измерения	Усилие отслаивания P_i , Н/м	Среднее арифметическое значение $\bar{P} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i$	Абсолютная погрешность $\delta = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (P - P_i), \%$	Относительная погрешность $A = \delta / \bar{P} \cdot 100, \%$

ГЛАВА 6

ДЕКОРАТИВНЫЕ СВОЙСТВА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

РАБОТА № 59. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Материалы, приборы

Эмаль МЛ-1224МЭ темно-желтого цвета [10, с. 164–166]

Ксилол

Краскораспылитель КРУ-1

Вискозиметр ВЗ-246

Таблица 6.1

Цвет	Группа	Номер
Красный	1	1—99
Оранжевый	2	100—199
Желтый	3	200—299
Зеленый	4	300—399
Синий	5	400—499

Цвет	Группа	Номер
Серый, белый,	6	500—599
Черный		800—899
Коричневый	7	600—699
Защитный	8	700—799
Прочие	9	900—999

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Шкаф для сушки образцов на воздухе

Картотека цветов

Картотека, выпускаемая по ТУ 6-10-1449—74, характеризует цвета покрытий на основе эмалей и красок набором карточек, в которых имеются по две окраски (гляцевая и матовая) одного и того же цвета, сделанные на пленке ацетата целлюлозы. Картотека состоит из 9 групп карточек (табл. 6.1) с окрасками разных цветов. Каждой группе соответствует свой цвет, обозначенный условным номером, в котором приведены колориметрические характеристики цвета, определенные при освещении источником С: λ , ρ и P (см. работу № 15).

Вариант 1. Определение цвета покрытий по картотеке цветов

Метод заключается в сравнении цвета испытуемого покрытия с эталоном картотеки цветов.

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм подвергают механической очистке и обезжириванию по способу, приведенному в работе № 37 (вариант 1).

Эмаль МЛ-1214МЭ фильтруют через слой марли с ватой и разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 20—24 с по вискозиметру ВЗ-246 с соплом 4 мм (см. работу № 26). Эмаль наносят на подложку пневматическим распылением с помощью краскораспылителя КРУ-1 в 2 слоя по технологии "мокрый по мокрому".

После нанесения первого слоя выдерживают образец при комнатной температуре в течение 5 мин, а затем наносят второй слой эмали по первому "мокрому" слою и помещают выкрашенные пластины в шкаф для сушки образцов на воздухе, где их выдерживают в течение 20 мин. После этого помещают образцы в сушильный шкаф, сушат при 130 °С в течение 30 мин, и вновь помещают в шкаф для сушки на воздухе на 3 ч.

Ход определения. Полученное покрытие из эмали МЛ-1214МЭ темно-желтого цвета сравнивают по цвету с эталонами картотеки цветов группы 3 (номер 200—299). Сравнение проводят при дневном освещении у окна, расположенного на север.

Расчет. Записывают в журнал номер эталона, который по цвету соот-

ветствует испытываемому образцу. Результаты испытаний вносят в таблицу:

№ пластины	Лакокрасочный материал	Вязкость, с		Способ нанесения	Режим формирования		Цвет по эталону	Описание цвета (визуально)
		исходная	рабочая		температура, °C	продолжительность, мин	группа номер	

Вариант 2. Определение цвета покрытий визуально по пятибалльной системе

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм подвергают механической очистке и обезжиривают по способу, приведенному в варианте 1 работы № 37.

Эмаль МЛ-1214МЭ фильтруют, разбавляют ксилолом до рабочей вязкости с помощью краскораспылителя КРУ-1 в 2 слоя по технологии "мокрый по мокрому" и отверждают покрытие, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Подготовленные образцы покрытий испытывают в камере искусственной погоды по методике, имитирующей тропический климат (см. работу № 83) в течение 5 циклов.

Ход определения. Визуально определяют цвет исходного покрытия эмалью МЛ-1214МЭ темно-желтого цвета. Покрытие осматривают при дневном освещении у окна, выходящего на север.

Затем определяют цвет покрытия эмалью МЛ-1214МЭ темно-желтого цвета после испытания образцов по циклу, имитирующему тропический климат (см. работу № 83). После проведения испытаний в течение 5 циклов до начала осмотра покрытия образцы должны быть выдержаны при комнатной температуре 2 ч. Покрытия также осматривают при дневном свете у окна, выходящего на север. Цвет при визуальном осмотре оценивают по пятибалльной системе:

Баллы	Цвет
1	Без изменения
2	Незначительное посветление или потемнение
3	Появление различных оттенков, отличающихся от основного цвета
4	Цвет покрытия резко отличается от основного
5	Цвет покрытия полностью отличается от исходного цвета

За эталон принимают цвет исходного покрытия (до испытания), оцениваемый баллом 1.

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Лакокрасочный материал	Вязкость, с		Технология получения покрытия				Цвет, баллы	Оценка цвета (визуально)
		исходная	рабочая	метод нанесения	число слоев	режим сушки			
						температура, °С	продолжительность, мин		

РАБОТА № 60. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЛЕСКА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1214МЭ темно-желтого цвета

Ксилол

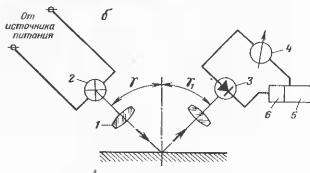
Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Фотоэлектрический блескомер ФБ-2 (рис. 6.1, а, б) состоит из измерительной головки, блока питания с шунтирующими потенциометрами и измерителя (амперметра М-95). Измерительная головка прибора включает корпус с размещением



а Рис. 6.1. Внешний вид (а) и схема (б) фотоэлектрического блескомера ФБ-2: 1 – оптическая система; 2 – осветитель; 3 – фотоприемник; 4 – измеритель; 5 – усилитель; 6 – приспособление для настройки электрической схемы



в нем под углом 90° держателями-тубусами для осветителя (СУ-75) и фотоэлемента. Световой поток осветителя собирается линзой и падает на покрытие под углом 45° . Отраженные от поверхности покрытия лучи фокусируются через диафрагму на селеновый фотоэлемент с помощью системы линз. Фотоэлемент, помещенный в боковой тубус, предназначен для замера блеска рассеянного света. Постоянное напряжение, подаваемое на осветитель, поддерживается трансформатором с ферромагнитным стабилизатором, вмонтированным в футляр прибора. Измерительным устройством в приборе является амперметр М-95 с пределом измерения 1–10 мкА.

Шкаф для сушки образцов на воздухе

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Гидростат Г-4

Вариант 1. Определения блеска покрытий с помощью фотоэлектрического блескомера ФБ-2

Метод основан на измерении фототока, возникающего под действием пучка света, падающего на поверхность покрытия под углом 45° и отраженного от нее.

Подготовка к испытанию. Стекланные пластины размером $120 \times 90 \times 1,2$ мм подготавливают как указано в работе № 40. Эмаль МЛ-1214МЭ фильтруют, разбавляют ксилолом до рабочей вязкости, наносят методом пневматического распыления в 2 слоя по технологии "мокрый по мокрому" и сушат по режиму, приведенному в работе № 59.

Проведение испытаний. Головку прибора ФБ-2 устанавливают на увеолевое стекло (эталон, прилагающийся к прибору) таким образом, чтобы свет падал на стекло и стрелка (световой указатель) амперметра находилась против деления 65. Затем головку прибора устанавливают на покрытие эмалью МЛ-1214МЭ и фиксируют, на сколько делений отклонится световой указатель амперметра. Полученная цифра соответствует показателю блеска испытуемого покрытия.

Расчет. В журнал записывают все операции подготовки пластин и эмали к нанесению, режим нанесения. Результаты испытаний оформляют в виде таблицы:

№ пластины	Лакокрасочный материал	Вязкость, с		Способ нанесения	Режим сушки				Блеск покрытия	Оценка состояния поверхности покрытия (визуально)
		исходная	рабочая		1-го слоя		2-го слоя			
					температура, °С	продолжительность, мин	температура, °С	продолжительность, мин		

Вариант 2. Определение блеска покрытий визуальным методом

Подготовка к испытанию — см. вариант 1 настоящей работы

Ход определения. Блеск покрытия определяют визуально путем осмотра покрытия при дневном свете у окна, расположенного на север. Блеск оценивают значениями: сильный, значительный, средний, слабый.

Расчет. В журнал записывают технологию подготовки подложки и эмали к нанесению; метод и технологию нанесения; режим сушки покрытия; визуальный осмотр покрытия и словесное описание блеска.

Вариант 3. Определение блеска после испытания покрытия

Подготовка к испытанию — см. вариант 1 настоящей работы.

Ход определения. Блеск покрытия эмалью МЛ-1214МЭ в исходном состоянии B_1 измеряют на приборе ФБ-2, как описано в варианте 1 настоящей работы и визуальным методом (см. вариант 2). Затем образцы помещают в гидростат Г-4 (см. работу № 69), работающему в автоматическом режиме: температура $40 \pm 2^\circ \text{C}$, относительная влажность воздуха $98 \pm 2\%$.

В гидростате образцы выдерживают в течение 72 ч. После пребывания образцов при комнатной температуре в течение 2 ч измеряют блеск покрытия B_2 на блескомере ФБ-2 и визуально. При визуальной оценке блеск оценивается по следующей пятибалльной системе:

Балл	Блеск	B , %
1	Без изменения	0–20
2	Незначительное изменение	20–40
3	Значительное изменение	40–60
4	Сильное изменение	60–80
5	Очень сильное изменение (почти полная потеря блеска)	80

Оформление результатов

Расчет. В журнал записывают технологию подготовки подложки, способ и режим нанесения эмали МЛ-1214МЭ, режим формирования покрытия; исходную величину блеска покрытия B_1 , замеренную на приборе ФБ-2 и определенную визуально по пятибалльной системе.

Рассчитывают потерю блеска покрытия B_{Π} после испытания образца в гидростате Г-4. При расчете B_{Π} значение исходного блеска B_1 принимается за 100 %, а величина блеска B_2 , полученная после испытания покрытия, выражается в процентах от исходной величины B_1 :

$$B_{\Pi} = (B_1 - B_2) / B_1 \cdot 100,$$

где B_{Π} — потеря блеска, %.

В журнал записывают значение B_1 (%), оценку B_{Π} в баллах и состояние покрытия до и после испытаний.

РАБОТА № 61. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ МЕЛЕНИЯ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод заключается в получении с покрытия отпечатков под нагрузкой при наложении на покрытие эмульсии фотобумаги, предварительно проявленной, закрепленной и высушенной, а затем смоченной водой.

Материалы, приборы

Эмаль МЛ-1214МЭ темно-желтого цвета

Ксилол

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Прибор ПМ-1 (рис. 6.2)

Электрический лабораторный сушильный шкаф

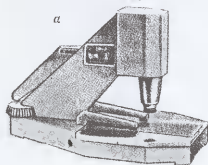
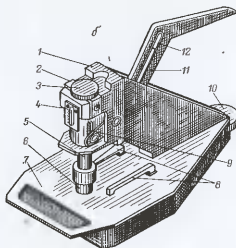


Рис. 6.2. Общий вид (а) и схема (б) прибора ПМ-1:

1 — кожух; 2 — скоба; 3 — регулировочный винт; 4 — шкала; 5 — шток; 6 — пуансон; 7 — рабочий столик; 8 — зажим; 9 — пружина; 10 — колесо для регулировки зажимов; 11 — рукоятка; 12 — фиксатор рукоятки



Вариант 1. Определение степени меления на приборе ПМ-1

Подготовка к испытанию Пластины из листовой стали 08 кп обрабатывают и обезжиривают, как указано в варианте 1 работы № 37. Эмаль МЛ-1214МЭ фильтруют, разбавляют ксилолом до рабочей вязкости, наносят на пластины методом пневматического распыления в 2 слоя по технологии "мокрый по мокрому" и сушат. Покрывают эмалью МЛ-1214МЭ получают, как описано в работе № 59.

После выдержки приготовленных покрытий при комнатной температуре в течение 2 ч их испытывают в камере искусственной погоды по методике, имитирующей тропический климат (см. работу № 83). После пяти циклов испытания и выдержки образцов при комнатной температуре в течение 2 ч определяют степень меления покрытия.

Подготовка фотобумаги марки "Унибром". Глянцевая, тонкая, белая, контрастная бумага № 3-5 проявляется и закрепляется (ГОСТ 10752-64), высушивается и нарезается на полосы длиной 70 и шириной 25 мм. Для светлых тонов лакокрасочных материалов используется черная фотобумага, для темных — белая. Полоса фотобумаги перед испытанием на показатель "меление покрытия" погружается в ванночку с водой и выдерживается в ней 5 мин, после чего подсушивается фильтровальной бумагой до исчезновения капель воды.

Ход определения. Образец с покрытием накрывают полимерной пленкой, имеющей отверстие 22-25 мм, помещают на рабочий столик 7 прибора ПМ-1 (см. рис. 6.2) таким образом, чтобы отверстие на пленке совпадало с местом падения пуансона 6; затем образец фиксируется на рабочем столике зажимами 8. Приготовленную полосу фотобумаги эмульсией помещают на покрытие и снимают рукоятку 11 с фиксатора 12. При этом резиновый пуансон диаметром 200 мм автоматически под давлением, соответствующим нагрузке 200 Н в течение 5 с придавливает бумагу к покрытию, и на бумаге образуется отпечаток с мелящего слоя покрытия. Затем пуансон поднимают и передвигают полосу фотобумаги, чтобы получить следующий отпечаток на новом участке бумаги. Испытание продолжают до тех пор, пока на фотобумаге не исчезнет видимый контур отпечатка. Испытание проводится на трех участках покрытия.

Степень меления оценивается по пятибалльной системе по числу отпечатков:

Балл	Число отпечатков
1	0
2	≤ 2
3	> 2-5
4	> 5-8
5	> 8

Расчет. Результаты испытаний записывают в таблицу

№ опыта	Покрытие	Технология получения покрытия				Методика ускоренных испытаний покрытий (старение)	Продолжительность испытаний, ч	Число отпечатков	Меление, баллы
		метод нанесения	число слоев	режим сушки					
				температура, °C	продолжительность, мин				

Вариант 2. Определение степени меления визуальным методом

Подготовка к испытанию. Подготовка пластин и эмали; получение по-
крытий и испытание их по ускоренному методу проводятся так же, как
описано в варианте 1 настоящей работы.

Степень меления определяют после пяти циклов испытаний и выдер-
жки образцов в течение 2 ч при комнатной температуре.

Ход определения. Покрытые после испытания по методике, имити-
рующей условия тропического климата (см. работу № 83) протирают
тканью (черной — для покрытий светлых тонов и белой — для покрытий
темных тонов) на определенном участке пластины, осматривают ткань
с мелящим слоем и описывают состояние отпечатка на ткани по пяти-
балльной системе:

Балл	Описание отпечатка
1	Меление отсутствует (ткань чистая)
2	Слабое меление (едва заметные следы мелящего слоя)
3	Значительное меление (на ткани виден отпечаток мелящего слоя покрытия)
4	Сильное меление (на ткани отчетливо виден отпе- чаток мелящего слоя)
5	Очень сильное меление (на ткани большое число от- печатков мелящего слоя даже при легком касании ткани о покрытие)

Расчет. Полученные результаты записывают в виде таблицы, состав-
ленной по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы, дополнив
таблицу графой: "Состояние покрытия и отпечатка на ткани, определен-
ное визуально".

РАБОТА № 62. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ К ГРЯЗЕУДЕРЖАНИЮ

Метод основан на способности лакокрасочных покрытий удерживать
атмосферную пыль и грязь в зависимости от шероховатости поверхности
и заключается в искусственном загрязнении покрытий, смывании загряз-
нений и измерении коэффициентов яркости до и после испытаний.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1214МЭ

Ксилол

Уайт-спирит

Кварцевый песок

Микрослюда

Охра

Железный порошок марки ПЖ

Антрацит марки АРШ

Технический углерод

Автол

Эмульгатор ОП-7, 10 %-ный раствор

Блескомер ФБ-2

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Шкаф для сушки образцов на воздухе

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Камера для искусственного загрязнения покрытий (рис. 6.3)

Установка для смывания загрязнений (рис. 6.4)

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм обрабатывают механическим способом и обезжиривают, как указано в работе № 37 (вариант 1).

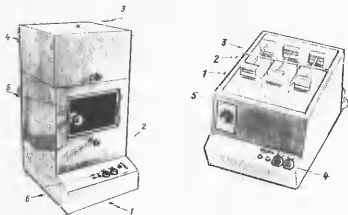


Рис. 6.3. Камера для загрязнения покрытий:

1 — основание; 2 — корпус; 3 — отверстие; 4 — крышка; 5 — смотровое окно; 6 — пульт управления

Рис. 6.4. Общий вид установки для смывания загрязнений с покрытий:

1 — корпус; 2 — щетка; 3 — столик; 4 — пульт управления; 5 — реле времени

Эмаль МЛ-1214МЭ фильтруют, разбавляют ксилолом до рабочей вязкости, наносят на пластины с помощью краскораспылителя КРУ-1 в 2 слоя по технологии "мокрый по мокрому" и высушивают. Все операции по подготовке эмали к нанесению и получение покрытий проводят, как описано в работе № 59.

Приготовление загрязняющего порошка. Готовят смесь следующего состава [% (масс.)]:

Кварцевый песок	25
Микрослюда	25
Охра	20
Железный порошок	26
Антрацит	2
Технический углерод	2

После тщательного смешения компонентов в фарфоровом стакане полученный порошок сушат в сушильном шкафу при 105–110 °С до постоянной массы.

Готовят смесь автола с уайт-спиритом в соотношении 1:1 (по массе).

Ход определения. Измеряют коэффициент яркости покрытия на фотоэлектрическом блескомере ФБ-2 (см. работу № 60). Образцы лакокрасочных покрытий погружают в стеклянную ванночку, наполненную смесью автола с уайт-спиритом и выдерживают в смеси 30 с, а потом на воздухе при комнатной температуре в течение 30 мин. После этого образцы помещают в камеру для искусственного загрязнения (см. рис. 6.3). В течение 10 с образцы через отверстие 3 в крышке 4 обливают холодной водой из расчета расхода воды 2 л/мин. Затем включают вентилятор, вмонтированный в камеру, вставляют в отверстие крышки воронку, через которую небольшими порциями подают порошок в течение 2–3 мин. Через 5 мин после подачи всей смеси выключают вентилятор, оставив образцы в камере еще на 24 ч. После выдержки покрытий в камере их вновь в течение 10 с обливают водой (расход воды 2 л/мин). Затем образцы вынимают из камеры и сушат в сушильном шкафу при 80 °С в течение 1 ч. После этого пластины с покрытием помещают на стол 3 приспособления (см. рис. 6.4) покрытием вверх. На каждый образец наносят 5 г раствора ОП-7 и очищают щетками 2, представляющими собой резиновые губки. После 50 оборотов щеток, совершающих возвратно-поступательное движение, выключают установку и вынимают образцы. Затем испытываемые покрытия промывают водой, насухо протирают фильтровальной бумагой и измеряют коэффициент яркости покрытия на приборе ФБ-2. На каждом образце делают пять замеров на разных участках поверхности покрытия.

Расчет. Показатель грязеудержания Γ (%) рассчитывают по формуле

$$\Gamma = \frac{r_1 - r_2}{r_1} \cdot 100,$$

где r_1 и r_2 — коэффициент яркости соответственно до и после испытания.

Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Лакокрасочный материал	Вязкость, с		Технология получения покрытия				Коэффициент яркости		Показатель грязеудержания, Г, %
		исходная	рабочая	метод нанесения	число слоев	режим сушки		до испытания, r_1	после испытания, r_2	
						температура, °С	продолжительность, мин			

РАБОТА № 63. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕКОРАТИВНОГО ВИДА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ПО ОБОБЩЕННОЙ ОЦЕНКЕ СОСТОЯНИЯ ПОКРЫТИЙ

Метод заключается в определении показателей цвета (C), блеска (B), меления (M), грязеудержания (G), оцениваемых по пятибалльной системе, и составлении обобщенной оценки состояния покрытия с учетом баллов, получаемых по изменению параметров C , B , M , G в процессе испытаний покрытия по ускоренным методикам.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1214МЭ темно-желтого цвета

Ксилол

Аналитические весы (точн. взв. 0,001 г)

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Шкаф для сушки образцов на воздухе

Прибор ФБ-2

Прибор ПМ-1

Камера искусственного загрязнения покрытий

Установка для смывания загрязнения

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08 кп размером 150X70X1,0 мм подвергают механической очистке и обезжириванию по методу, приведенному в варианте 1 работы № 37.

Эмаль МЛ-1214МЭ фильтруют, разбавляют ксилолом до рабочей вязкости, наносят с помощью краскораспылителя КРУ-1 в 2 слоя по технологии "мокрым по мокрому" и высушивают. Все перечисленные выше операции проводят, как указано в варианте 1 работы № 59. Испытывают покрытие по ускоренной методике, имитирующей тропический климат в течение 5 циклов (см. работу № 83).

Ход определения.

1. Определяют цвет покрытия эмалью МЛ-1214МЭ, как приведено в работе № 59; оценивают в баллах.

2. Определяют блеск покрытия эмалью МЛ-1214МЭ, как приведено в работе № 60. Блеск B оценивают в баллах.

Таблица 6.2

Параметр	АД, баллы				
	1	2	3	4	5
Изменение цвета	Ц1	Ц2	Ц3	Ц4	Ц5
Изменение блеска	Б1	Б2	Б3	Б4	Б5
Степень меления	М1	М1	М2	М3	М4, М5
Грязеудержание	Г1	Г1	Г2	Г3, Г4	Г5

3. Определяют степень меления покрытия эмалью МЛ-1214МЭ, как описано в работе № 61. Степень меления М оценивают в баллах.

4. Определяют степень грязеудержания на покрытии эмалью МЛ-1214МЭ, как описано в работе № 62. Грязеудержание оценивают в баллах.

5. Составляют обобщенную оценку декоративных свойств покрытий (АД) по пятибалльной системе с учетом баллов, полученных по изменению в процессе испытаний параметров Ц, Б, М, Г (табл. 6.2).

Расчет. Обобщенную количественную оценку изменения декоративных свойств покрытий (АД) рассчитывают по формуле:

$$АД = X \cdot aЦ + XaБ + XaМ + XaГ,$$

где X — коэффициент весомости параметров Б, Ц, М и Г равный 0,25; $aЦ, aБ, aМ, aГ$ — относительные оценки изменения параметров цвета, блеска, меления и грязеудержания.

Значения X и a установлены экспертным путем [9, с. 217–220] и составляют: $X = 0,25$, величина a в зависимости от балла соответствует следующим значениям:

Балл	1	2	3	4	5
a	1	0,7	0,5	0,1	0

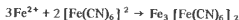
ГЛАВА 7

ПРОТИВОКОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

РАБОТА № 64. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Вариант 1. Определение пористости покрытий химическим методом

Метод заключается в определении сплошности пленки, полученной на стальной подложке, по образованию турбулеванной сини в результате реакции гексациано-(III) феррата калия (красной кровяной соли) с ионами двухвалентного железа по реакции (при pH 7):



Материалы, реактивы, приборы

Лак ВЛ-51

Растворитель Р-7 — смесь циклогексана и этанола в соотношении 1:1 (по массе)

Хлорид натрия

Гексацианоферрат (III) калия

Кислота серная, 25 %-ный раствор

Дистиллированная вода

Вискозиметр ВЗ-246

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Подготовка к испытанию. Металлические стержни (см. работу № 41) подвергают механической очистке и обезжиривают, как описано в варианте 1 работы № 37.

Лак ВЛ-51 разбавляют растворителем Р-7 до рабочей вязкости 14,5–16,5 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 4 мм) и наносят на стержни методом окунания, как описано в работе № 41. Сушку лака на стержнях проводят ступенчато по следующему режиму: при комнатной температуре — 10 мин; в сушильном шкафу при подъеме температуры от 100 до 180 °С — 10 мин, а затем при 180 °С — 30 мин. Перед испытанием покрытие лаком ВЛ-51 выдерживают при комнатной температуре в течение 2 ч.

Для приготовления рабочего раствора гексацианоферрата (III) калия берут навески 20 г хлорида натрия и 7,6 г гексацианоферрата (III) калия и растворяют в 1 л дистиллированной воды.

Проведение испытаний.

Ход определения. Стержень, покрытый лаком ВЛ-51, завертывают в фильтровальную бумагу, предварительно смоченную рабочим раствором, и выдерживают при комнатной температуре в течение 5 и 15 мин. Параллельно испытывают 6 образцов.

При наличии в лаковой пленке пор на фильтровальной бумаге образуются синие точки или пятна турбулевой сини.

Расчет. В журнал записывают результаты визуального осмотра фильтровальной бумаги и подсчета пор по окрашенным точкам. Пористость оценивают по пятибалльной системе:

Балл	Число пор
1	Отсутствуют
2	≤ 10
3	10 – 100
4	> 100
5	Заметны невооруженным глазом

Вариант 2. Определение пористости покрытий электрохимическим методом

Метод заключается в вытеснении ионами железа металла из соли при пропускании раствора сульфата меди к подложке через поры в покрытии.

Подготовка к испытанию. Очистку и обезжиривание стержней, под-

готовку лака ВЛ-51, его нанесение и высушивание проводят так же, как описано в варианте 1 настоящей работы.

Для приготовления рабочего раствора навеску 5 г сульфата меди растворяют в 100 мл дистиллированной воды и добавляют разбавленный раствор серной кислоты до pH 3.

Ход определения. Стержень, покрытый лаком ВЛ-51, погружают на $\frac{2}{3}$ высоты в стакан, заполненный рабочим раствором, и выдерживают в электролите 3 ч. Затем образец тщательно промывают в дистиллированной воде и сушат между листами фильтровальной бумаги на воздухе в течение 10 мин.

Покрытие рассматривают под лупой (4X) и подсчитывают число пор по точкам внедрения красной меди. Если на пленке имеется бо́льшее число пор, достаточно подсчитать число пор на поверхности площадью 9 и 16 см². Параллельно испытывают не менее 3 образцов.

Расчет. Пористость Π (см⁻²) рассчитывают по формуле:

$$\Pi = n/S,$$

где n — число пор; S — площадь поверхности покрытия.

Результаты испытаний записывают в виде таблицы:

№ образца	Лако-красочный материал	Вязкость, с		Технология получения покрытия				Пористость		Форма и концентрация пор на покрытии (визуальная оценка)
		исходная	рабочая	метод нанесения	число слоев	режим сушки		число пор на 1 см²	баллы (см. вариант 1 работы)	
						температура, °С	продолжительность, мин			

РАБОТА № 65. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОПОРИСТОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПЛЕНОК АДсорбЦИОННЫМ МЕТОДОМ

Метод основан на поглощении лакокрасочной пленкой низкомолекулярного вещества, не набухающего в полимере, по количеству которого рассчитывают радиус и суммарный объем пор [12, с. 99].

Материалы, приборы

Эмаль В-ПЭ-1179

Метанол

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Аналитические весы (точн. взв. 0,0002 г)

Адсорбционная вакуумная установка с пружинными весами (рис. 7.1), изготовленная из стекла типа "молибден" марки ЗС-5.

Катетометр КМ-8 (рис. 7.2).

Подготовка к испытанию. Приготовление "свободной пленки" производят по методике, описанной в работе № 45 (вариант 1), а подготов-

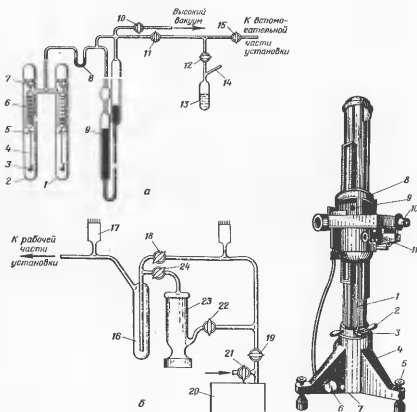


Рис. 7.1. Схема вакуумной адсорбционной установки с кварцевыми весами:
а — рабочая часть; *б* — вспомогательная часть:

1, 2 — адсорбционные гильзы; 3 — чашка; 4 — стеклянная нить; 5 — указатель;
 6 — спираль; 7 — вкладыш; 8 — ловушка; 9 — U-образный манометр; 10–12, 15,
 18, 19, 21, 22, 24 — краны; 13 — ампула с адсорбентом; 14 — отросток для введения
 адсорбата; 16 — ловушка; 17 — лампа; 20 — форвакуумный насос; 23 — диффузи-
 онный масляный насос

Рис. 7.2. Катанометр КМ-8:

1 — колонка; 2 — рукоятка; 3 — уровень; 4 — тренога; 5, 7, 9 — винты; 6 — изме-
 рительная каретка; 10 — отсчетный микроскоп; 11 — микрометрический винт

ку эмали В-ПЭ-1179, нанесение ее и отверждение — по методике, описан-
 ной в работе № 47.

Выбор спирали для пружинных весов и ее калибровка осуществляется
 следующим образом. Для изготовления спирали используют плавненный

прозрачный кварц с нулевым коэффициентом расширения. Деформация спирали должна соответствовать закону Гука. Калибровку спирали проводят путем подвешивания к спирали чашки с крючком из тонкой стеклянной нити, который служит указателем весом (f_0). Затем на чашку помещают гирьку массой 0,5 г и определяют новое положение весов (f). Разность между отсчетами будет соответствовать растяжению спирали от нагрузки. Чувствительность спирали φ рассчитывают по формуле

$$\varphi = Q/(f - f_0),$$

где Q — нагрузка, вызывающая удлинение спирали.

Чувствительность спирали должна составлять 0,007–0,008 г/мм. Расхождение при измерении чувствительности спирали не должно превышать 0,2–0,8 %.

Ход определения. Чашку 3 взвешивают на пружинных весах 6 (см. рис. 7.1). Для этого катетометром (см. рис. 7.2) определяют положение указателя весов 5. Затем весы вынимают из гильзы и взвешивают чашку на аналитических весах. После этого помещают в чашку 0,3–0,5 г пленки, полученной из эмали В-ПЭ-1179, и вновь взвешивают чашку на аналитических весах. Затем чашку с пленкой подвешивают к спирали 6, осторожно помещают весы в гильзу установки и катетометром снова определяют положение указателя 5; при этом вакуумный кран 15 закрывают. Затем в ампулу 13 через боковой отросток 14 заливают метанол, запаивают отросток и закрывают кран 12.

Перед вакуумированием установки и взвешиванием пленки закрывают краны 11, 15, 18, 19, 21, 22 и 24 и помещают ловушку 16 в сосуд Дьюара с жидким азотом. Затем включают форвакуумный насос 20 и открывают краны в следующей последовательности: 19, 18, 15 и 11. По достижении давления 13,3–1,33 Па подключают через краны 22 и 24 диффузионный масляный насос 23 и откачивают воздух до установления остаточного давления $1,3 \cdot 10^{-2}$ – $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па. Затем открывают кран 11, а краны 24, 22, 19 и 18 закрывают и выключают насосы. Кран 21 повертывают в положение "Воздух".

Для определения количества адсорбированных пленкой паров метанола проводится их выпуск при постоянно заданной температуре — 20 ± 2 °С. Для выпуска пара открывают кран 12 ампулы 13. Количество паров контролируют по давлению в U-образном манометре 9. Давление пара при выпуске должно составлять 10 % от давления насыщенного пара. В результате сорбции паров указатель весов смещается по отношению к первоначальному положению. После выпуска пара необходимо следить за установлением равновесия. По достижении равновесия (постоянное положение указателя) при давлении P записывают положение указателя весов. Каждый новый выпуск пара производят после установления равновесия при предыдущем выпуске.

Выпуск паров повторяют до достижения давления насыщенного пара (P_s).

Расчет. Количество адсорбированного вещества a (моль/г) рассчитывают по формуле

$$a = (I_0 - I_n) \varphi / m,$$

где I_0 — расстояние указателя от репера после откачки до начала измерения, мм;
 I_n — расстояние указателя от репера в равновесном состоянии при давлении P , мм;
 m — масса пленки, г; φ — чувствительность спирали.

По десорбционной ветви изотермы рассчитывают суммарный объем пор и их распределение по радиусам.

Суммарный объем пор W_0 в 1 г рассчитывают по уравнению Дубинина:

$$W_0 = a V_m,$$

где V_m — молярный объем адсорбата; a — количество адсорбированного вещества, моль/г.

Объем адсорбата, вычисленный по значениям a , соответствующем предельной величине адсорбции, характеризует суммарный объем пор.

Размер радиуса пор рассчитывают по уравнению Томсона — Кельвина:

$$r = \frac{2\sigma \cdot \bar{V}_m}{RT \ln P_s/P},$$

где r — радиус пор, А; σ — поверхностное натяжение адсорбата; R — газовая постоянная; T — температура, К.

Затем строят дифференциальную кривую распределения пор по их радиусам. Максимальная точка на дифференциальной кривой соответствует эффективному радиусу пор — $r_{эф}$.

РАБОТА № 66. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРОПРОНИЦАЕМОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПЛЕНОК

Метод основан на определении количества водяных паров, прошедших через 1 см² поверхности "свободной" пленки заданной толщины за 24 ч при 20±2 °С.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1126

Сольвент

Стеклянная ампула (рис. 7.3)

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Аналитические весы (точн. взв. 0,0001 г)

Подготовка к испытанию. "Свободные" пленки получают по способу, приведенному в варианте 1 работы № 45. Эмаль МЛ-1126 готовят к нанесению, как указано в работе № 48. Для приготовления замазки смешивают 40 г битума БН-70/30, 20 г канифоли марки К и 20 г церезина.

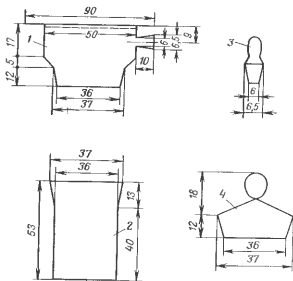


Рис. 7.3. Ампула для определения паропроницаемости в разобранном виде: 1 — чашка; 2 — стакан; 3 — пробка; 4 — крышка

Эксикатор заполняют раствором сульфата натрия, в котором содержится 20–25 % избытка нерастворившейся соли.

В стакан 2 ампулы (см. рис. 7.3) помещают цеолит марки 13Х, предварительно прокаленный при 200°C в течение 6 ч и хранящийся в эксикаторе. Цеолит добавляют в таком количестве, чтобы его уровень находился в стакане на 5 мм ниже шлифованного верхнего края, и сразу же закрывают стакан крышкой 4.

Ход определения. Расплавляют замазку при непрерывном перемешивании и покрывают ею борты чашки 1. Затем на борта чаши помещают "свободную" пленку, плотно прижав ее во избежание получения неровной поверхности.

Стакан вместе с крышкой взвешивают на аналитических весах. Затем снимают крышку со стакана и быстро (примерно за 5 с) вставляют чашку с наклеенной пленкой в стакан. Ампулу помещают в эксикатор ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$, относительная влажность воздуха $95 \pm 2\%$). Через 24 ч ампулу вынимают из эксикатора, быстро разъединяют на части и плотно закрывают стакан крышкой. Закрытый стакан протирают фильтровальной бумагой для удаления скопившейся влаги и помещают в эксикатор, заполненный пятиоксидом фосфора, на 30 мин.

Затем вынимают стакан из эксикатора и взвешивают на аналитических весах.

Расчет. Паропроницаемость испытываемой лакокрасочной пленки P определяют как среднее арифметическое значение результатов трех па-

параллельных определений коэффициента диффузной проницаемости. Для расчета используют следующие формулы:

$$P_i = Q t / S \tau; \quad P = \sum_{n=3} P_i / 3,$$

где P_i — коэффициент диффузной проницаемости; Q — общее количество паров воды, прошедших через пленку, соответствующее суммарному увеличению массы целолита за время испытания; t — толщина пленки; S — эффективная площадь пленки, свободная от замазки; τ — продолжительность испытания; P — паропроницаемость.

Результаты замеров записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№ образца	Лако-красочный материал	Толщина пленки, см	Эффективная площадь пленки, см ²	Масса стакана с крышкой, г		Увеличение массы, г	Коэффициент диффузной проницаемости, г/(см · ч)	Паропроницаемость пленки, г/(см · ч)
				исходная	после испытания			

РАБОТА № 67. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГОПОГЛОЩЕНИЯ ЛАКОКРАСОЧНОЙ ПЛЕНКОЙ НА ПОДЛОЖКЕ

Метод основан на способности пленки на подложке сорбировать воду. Влагопоглощение определяется количеством воды, сорбированной пленкой при заданной температуре, и выражается в процентах или массой сорбированной воды, отнесенной к единице массы пленки.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль ПФ-115

Сольвент

Вискозиметр ВЗ-246

Аналитические весы (точн. взв. 0,0001 г)

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Подготовка к испытанию. Пластины из алюминиевой фольги размером 50X50X0,2 мм (не менее 3) протирают тканью, смоченной ацетоном; в середине верхней части пластины делают отверстие диаметром 3 мм, а в правом верхнем углу ставят номер образца.

Эмаль ПФ-115 разбавляют сольвентом до рабочей вязкости, фильтруют, наносят в один слой (с обеих сторон) на пластинки из алюминиевой фольги с помощью краскораспылителя КРУ-1 и высушивают; все операции проводят, как указано в работе № 47. Окрашенные пластины взвешивают на аналитических весах.

Ход определения. Окрашенные пластины с помощью медного крючка, вдетого в отверстие, подвешивают на стеклянную палочку и полностью погружают в стакан с дистиллированной водой. Температура воды в ванночке должна колебаться в пределах 20 ± 2 °С. После выдержки пластины в воде в течение 24 ч просушивают их с обеих сторон филь-

рональной бумагой, помещают в предварительно взвешенный на аналитических весах бюкс с притертой пробкой и взвешивают. Затем пластины с покрытием эмалью ПФ-115 вновь помещают в стакан с водой и повторяют операции взвешивания через каждые 24 ч до достижения постоянной массы. Общая продолжительность выдержки образцов в воде — не более 120 ч.

Расчет. Влагопоглощение X (%) рассчитывают по формуле

$$X = (B - A) \cdot 100 / (b - a),$$

где A — масса бюкса с пластинкой до испытания, г; B — масса бюкса с пластинкой после выдержки в воде, г; a — масса чистой пластинки, г; b — масса пластинки с пленкой, г.

Результаты замеров записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

№ пластины	Лако-красочный материал	Масса пластинки, г		Масса бюкса с пластинкой (до испытания), г	Масса бюкса с пластинкой (г) после выдержки в течение различного времени, ч					Увеличение массы пластинки (г) после выдержки в течение различного времени, ч					Влагопоглощение при достижении равновесия, %
		без пленки	с пленкой		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	

РАБОТА № 68. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГОПОГЛОЩЕНИЯ ПЛЕНКОЙ, СНЯТОЙ С ПОДЛОЖКИ

Метод заключается в способности пленки сорбировать определенное количество воды при заданной температуре и выражается массой или % сорбированной воды к массе пленки. (См. работу № 67.)

Приборы

Сосуд Дьюара с жидким азотом

Адсорбционная вакуумная установка с пружинными весами (см. рис. 7.1)

Катетометр (см. рис. 7.2)

Остальные материалы и приборы — см. работу № 67

Вариант 1. Определение влагопоглощения "свободной" пленкой в вакуумной установке

Подготовка к испытанию. "Свободную" пленку эмали ПФ-115 получают, как указано в варианте 1 работы № 45; толщина пленки 30–40 мкм.

Выбор спирали для пружинных весов и подготовку адсорбционной вакуумной установки проводят, как описано в работе № 65.

Ход определения. В ампулу 13 (рис. 7.1) через боковой отросток 14 заливают воду и запаивают отросток; при этом кран 12 должен быть закрыт. Вакуумирование установки проводят, как описано в работе № 65. Воздух откачивают при 20 ± 2 °С. После окончания вакуумирования гиль-

зы I с пружинными весами перекрывают кран II и удаляют из воды растворенный в ней воздух. Для этого открывают кран 12 и держат его открытым 2–3 мин, а затем закрывают. Эту операцию повторяют 5–6 раз, после чего кран 12 закрывают. Откачивают воздух из установки до остаточного давления $1,3 \cdot 10^{-2} - 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па. После этого открывают краны 11, 15, 24, 22, 19, 18 и выключают насосы. Поворачивают кран 21 в положение "Воздух".

Измеряют катетометром исходное ("нулевое") положение указателя весов и приступают к определению влагопоглощения в зависимости от давления паров воды над пленкой при постоянной заданной температуре -20 ± 2 °С. Для выпуска пара открывают ампулу (количество паров контролируют по давлению U-образным манометром). Давление водяного пара при каждом выпуске должно составлять 10 % от давления насыщенного пара. В результате сорбции указатель весов смещается по отношению к "нулевому" положению. После выпуска пара необходимо следить за установлением равновесия. По достижении равновесия (постоянное положение указателя) при давлении P записывают положение указателя весов.

Каждый новый выпуск пара производят после установления равновесия при предыдущем выпуске. Выпуск водяных паров повторяют до достижения давления насыщенного пара (P_S).

Расчет. Влагопоглощение X (г/г) рассчитывают по формуле

$$X = (I_n - I_0) \varphi / m,$$

где I_0 — положение указателя весов перед началом измерений; I_n — положение указателя весов в равновесном состоянии; φ — чувствительность спиралей; m — масса пленки.

Погрешность определения не должна превышать 2 %.

Результаты измерения записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

Номер точки	Равновесное давление, Па	Относительное давление P/P_S	Положение указателя весов в равновесном состоянии, мм	Сорбция (влагопоглощение), г/г

Значения P_S , I_0 и φ постоянны во времени проведения всего опыта. На основании данных, приведенных в таблице, строят изотерму сорбции.

Ордината каждой равновесной точки представляет собой влагопоглощение, выраженное в молях или граммах адсорбированного вещества на 1 г пленки, а абсцисса — равновесное относительное давление пара P/P_S (где P_S — давление насыщенного водяного пара при температуре опыта). Погрешность метода не превышает 2 %.

Вариант 2. Определение влагопоглощения "свободной" пленкой при относительной влажности воздуха $95 \pm 2\%$

Подготовка к испытанию. "Свободную" пленку эмали ПФ-115 получают по способу, приведенному в варианте 1 работы № 45. Полученную пленку толщиной 30–40 мкм нарезают на полоски массой 0,3–0,5 г.

Ход определения. На аналитических весах взвешивают бюкс с крышкой, помещают в него полоску пленки (0,3–0,5 г) и вновь взвешивают с той же точностью. Затем помещают бюкс с пленкой в эксикатор, в котором поддерживается относительная влажность воздуха $95 \pm 2\%$. После внесения бюкса с пленкой в эксикатор его закрывают крышкой и выдерживают в нем образец 24 ч при $20 \pm 2^\circ\text{C}$. По истечении 24 ч вынимают бюкс из эксикатора, закрывают его крышкой, взвешивают на аналитических весах и снова помещают в эксикатор. Повторяют взвешивание через каждые 24 ч пребывания образцов в эксикаторе до достижения постоянной массы. Продолжительность испытания не должна превышать 120 ч.

Расчет. Влагопоглощение X (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m_0},$$

где m_2 — масса бюкса с пленкой после выдержки в парах воды, г; m_1 — масса бюкса с пленкой до испытания, г; m_0 — масса пустого бюкса, г.

За величину влагопоглощения принимается средний результат трех измерений, каждый из которых отличается от среднего арифметического значения не более, чем на 10 %.

Результаты определения влагопоглощения записывают в рабочий журнал в виде таблицы:

Лакокрасочный материал	№ бюкса	Масса бюкса, г	Масса бюкса с пленкой до испытания, г	Масса бюкса с пленкой (г) после выдержки		Увеличение массы пленки - после выдержки, г					Влагопоглощение при достижении равновесия, %			
				в течение различного времени, ч										
				1	2	3	4	5	1	2		3	4	5

РАБОТА № 69. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГОСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод заключается в определении устойчивости покрытий к воздействию относительной влажности воздуха $95 \pm 2\%$ при перепаде температур от 40 до $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1196

Ксилол

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Гидростат Г-4 (рис. 7.4) представляет собой герметичную камеру, на дне которой расположена система оботривательных труб и змеевиков, погруженных в воду, наливаемую на дно камеры. Воду добавляют по мере ее испарения в процессе работы камеры. Температура $40 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительная влажность воздуха $95-98^\circ\text{C}$ поддерживаются в камере автоматически. На корпусе камеры имеется прибор, регистрирующий температуру

Блескомер ФБ-2

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали марки 08кп размером $150 \times 70 \times 0,9$ мм готовят, как указано в работе № 37 (вариант 1).

Эмаль МЛ-1196 разбавляют до рабочей вязкости 18–22 с по ВЗ-246 (сопло 4 мм), фильтруют через сито с сеткой № 02 (или № 016), наносят с помощью краскораспылителя КРУ-1 на пластины в один слой и сушат при 100°C в течение 30 мин.

Ход определения. Образцы с покрытием эмалью МЛ-1196 устанавливают на деревянные штативы и помещают в гидростат Г-4, где выдерживают при $40 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха $95 \pm 2\%$ в течение 8 ч. Затем отключают нагрев гидростата и выдерживают образцы в камере дополнительно 16 ч при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ и той же влажности. Продолжительность проведения испытания не должна превышать 120 ч.

Осмотр состояния покрытия проводят через 24, 72 и 120 ч испытаний, фиксируя следующие показатели: блеск покрытия прибором ФБ-2 (см. работу № 60); наличие и размер пузырей (см. работу № 75); растрескивание (см. работу № 76); цвет и внешний вид покрытия (визу-



Рис. 7.4. Гидростат Г-4

ально); коррозию металла. Для определения коррозии на металле пленку площадью 1 см² в двух местах отделяют от Подложки пинцетом или пезвием бритвы и оценивают состояние металла под пленкой.

Расчет. Определения на иаличие пузырей и растрескивания проводят, как описано в работах №№ 75 и 76. Обобщенную оценку антикоррозионной устойчивости покрытия A_3 делают, как приведено в работе № 78.

Результаты испытаний вносят в таблицу:

№ об-раз-ца	Наимено-вание материала	Режим получения покрытия			Фиксируемые показатели				Обобщен-ная оцен-ка состо-яния по-крытия, A_3
		вяз-кость, т, с	темпе-ратура отверж-дения t , °C	продол-жительность от-верж-дения τ , мин	пузы-ри, П	рас-трески-вание, Р	отсла-ивание, С	кор-розия ме-талла, К	

РАБОТА № 70. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДОСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод заключается в погружении покрытия в воду и выдержке в ней в течение заданного времени с последующим определением изменения декоративных и антикоррозионных свойств.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ 1110

Грунтовка ФЛ-03К

Ксилол

Дистиллированная вода

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Толщиномер ИТП-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Прибор ФБ-2

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали марки 08кп размером 150X70X1,0 мм подготавливают, как указано в варианте 1 работы № 37.

Грунтовку ФЛ-03К разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 24—26 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 4 мм), фильтруют через слой марли с ватой, наносят в один слой на обе стороны пластины с помощью краскораспылителя КРУ-1 и высушивают при 105 °C в течение 35 мин. Толщина слоя грунтовки должна составлять 20—25 мкм.

Эмаль МЛ-1110 разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 20—24 с по ВЗ-246 (с соплом 4 мм), фильтруют через сито с сеткой № 009 и наносят в 2 слоя на обе стороны пластины краскораспылителем КРУ-1. Первый слой эмали сушат при 130 °C в течение 15 мин, а второй слой —

при этой же температуре в течение 30 мин. Толщина комплексного покрытия должна составлять 50–60 мкм. Края пластин заделывают липкой лентой.

Подготавливают к испытанию 4 образца, один из которых служит контрольным образцом (эталоном).

Ход определения. Каждую пластину с покрытием погружают на $\frac{2}{3}$ ее длины в отдельный стакан, наполненный дистиллированной водой и выдерживают в воде 240 ч. Осмотр образцов проводят через 24, 72, 120 и 240 ч.

Перед осмотром покрытия просушивают фильтровальной бумагой и выдерживают при комнатной температуре 1–2 ч. Затем визуальным осмотром оценивают состояние поверхности покрытия; измеряют блеск прибором ФБ-2 (см. работу № 60); определяют цвет путем сравнения с эталоном (см. работу № 59); количественно определяют наличие пузырей (см. работу № 75).

Для определения коррозии металла под пленкой после испытания образцов в течение 240 ч пленку ланцетом отделяют от подложки на каждой пластине в двух местах (площадь каждого участка — не менее 1 см²) и отмечают состояние металла.

Расчет. В журнал записывают способ подготовки поверхности металла; подготовку грунтовки ФЛ-03К и эмали МЛ-1110 к нанесению; режим получения покрытия на их основе; оценивают состояние покрытия и количественно оценивают декоративные и антикоррозионные свойства покрытия, как описано в работах №№ 63 и 78.

РАБОТА № 71. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОПЕСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод заключается в воздействии на покрытие в течение заданного времени 3 %-ного раствора хлорида натрия путем погружения образца в раствор, либо соляного тумана, получаемого аэрозольным разбрызгиванием 3- или 5 %-ного раствора хлорида натрия.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1110

Грунтовка ФЛ-03К

Ксилол

Хлорид натрия

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Прибор ФБ-2

Камера соляного тумана (рис. 7.5) представляет собой, метрический шкаф, внутри которого находится резервуар 5, который заполняется 3 %-ным раствором хлорида натрия примерно на 0,1 от общей высоты камеры. Соляной туман образуется форсунками 12. В сатуратор 7 наливается дистиллированная вода, подогреваемая спиралью 11. Камера обогревается с помощью нагревателя 14 до 40 °С, температура поддерживается автоматически терморегулятором.

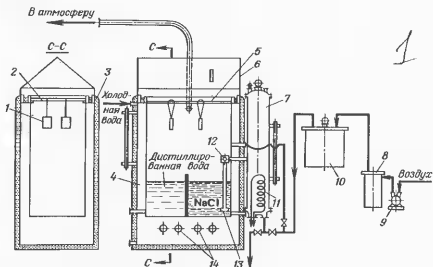


Рис. 7.5. Схема камеры солевого тумана:

1 — образец; 2 — планка для крепления образцов; 3 — изоляция; 4 — рубашка; 5 — резервуар; 6 — крышка; 7 — сатуратор; 8 — маслоотстойник; 9 — компрессор; 10 — ресивер; 11 — спираль; 12 — форсунка; 13 — шланг; 14 — нагреватель.

Вариант 1. Определение солестойкости лакокрасочных покрытий методом погружения

Подготовка к испытанию. Получение покрытий (подготовка пластин; подготовка, нанесение и высушивание грунтовок ФЛ-03К и эмали МЛ-1110) — см. работу № 70.

Ход определения. В 3 стеклянных стакана вместимостью 500 мл, наполненных 3%-ным раствором хлорида натрия, помещают по одной пластине с покрытием (на $\frac{2}{3}$ высоты) и выдерживают в течение 24 ч. В процессе испытаний поддерживается постоянный уровень раствора соли.

Осмотр покрытий с использованием лупы 4(X) производят через 24, 72, 120 и 240 ч испытаний. Перед осмотром образец просушивают фильтровальной бумагой и выдерживают при комнатной температуре 1 ч.

При осмотре образцов оценивают внешний вид покрытия (визуально); измеряют блеск на приборе ФБ-2 в исходном состоянии и при каждом осмотре (см. работу № 60); измеряют цвет по эталону (см. работу № 59); определяют наличие и размер пузырей (см. работу № 75).

Для определения коррозии на металле покрытие ланцетом отделяют от подложки на двух участках каждого образца площадью 1 см^2 и оценивают состояние металла.

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы:

№ пластины	Покрытие	Способ подготовки пластин	Режим нанесения и формирования покрытия						Показатели					Состояние металла	Состояние покрытия	
			грунтовок			эмали			Продолжительность испытаний, ч	блеск, %	цвет, баллы	пузыри				
			вязкость, с	температура, °С	продолжительность, мин	вязкость, с	температура, °С	продолжительность, мин				тип	площадь разрушения, баллы			линейный размер, баллы

Вариант 2. Определение солестойкости якокросячных покрытий в камере солевого тумана

Подготовка к испытанию. Получение покрытий (подготовка пластин; подготовка, нанесение и высушивание грунтовок ФЛ-03К и эмали МЛ-1110) — см. работу № 70.

Ход определения. Перед испытанием верхнюю часть пластины обертывают кордной нитью и подвешивают за нее на планку 2 (см. рис. 7.5); расстояние между пластинами должно быть не менее 20 мм. После установки образцов в камеру солевого тумана выдерживают в ней покрытия 8 ч при $40 \pm 2^\circ\text{C}$, после чего отключают обогрев камеры и выдерживают образцы 16 ч. Один цикл испытаний при перепаде температур от 40 до 20°C составляет 24 ч. Продолжительность испытаний 120 ч, что составляет 5 циклов.

После каждого цикла контролируется плотность солевого тумана следующим образом. На уровне испытуемых образцов помещают два мерных стеклянных цилиндра вместимостью 25 мл, в которые вставлены стеклянные воронки. Один цилиндр помещают близ сопла форсунки, другой — в наиболее отдаленном от сопла месте. В течение 1 ч улавливают соляной раствор в обоих цилиндрах и определяют объем (мл) соляного раствора, уловленного из обоих цилиндров. За 1 ч допускается осаждение от 0,5 до 3 мл соляного раствора (берется среднее значение из двух определений).

Осмотр образцов производят через 24, 72 и 120 ч испытаний.

После изъятия образцов из камеры солевого тумана покрытия просушивают фильтровальной бумагой и выдерживают при комнатной

температуре 1 ч. Затем осматривают покрытия с использованием лупы 4(X); при этом фиксируются: состояние покрытия (визуально); блеск пленки по прибору ФБ-2; цвет в сравнении с эталоном; размер пузырей и состояние металла под покрытием (визуально).

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

РАБОТА № 72. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТОСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод заключается в воздействии на покрытие растворов кислот различной концентрации путем погружения образца, либо длительном или кратковременном воздействии на отдельные участки покрытия.

Материалы, реактивы, приборы

Эмаль ЭП-7100

Полиэтиленполиамин

Кислота серная, 25 %-ный раствор

Вискозиметр ВЗ-246

Электрический сушильный шкаф

Шкаф для сушки образцов на воздухе

Вариант 1. Определение кислотостойкости лакокрасочных покрытий методом погружения

Подготовка к испытанию. Стальные стержни длиной 100 и диаметром 13–15 мм подготавливают, как указано в работе № 40. Эмаль ЭП-7100 перед нанесением смешивают с отвердителем полиэтиленполиамином (ПЭПА) в соотношении 100:3,7 (по массе). Жизнеспособность приготовленной смеси составляет 2 ч.

Эмаль с вязкостью 30–60 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 6 мм) наносят окунанием на стальные стержни по способу, описанному в работе № 40 (вариант 2). Пленки отверждают при $20 \pm 2^\circ \text{C}$ в течение 48 ч в шкафу для сушки образцов на воздухе. Толщина пленки должна составлять не менее 10 мкм. Перед испытанием образцы выдерживают в шкафу в течение 7 сут.

При приготовлении 25 %-ного раствора серной кислоты последнюю приливают малыми порциями в воду.

Ход определения. Окрашенные стержни за крючки подвешивают на стеклянную палочку и погружают на $\frac{2}{3}$ в раствор кислоты, налитой в эксикатор. Между образцами и стенками эксикатора должно быть не менее 10 мм. Эксикатор закрывают крышкой и ставят в электрический шкаф, где выдерживают 8 ч при 60°C . Затем эксикатор с образцами вынимают из шкафа и оставляют на 16 ч при комнатной температуре. После этого образцы вынимают из эксикатора, промывают в проточной воде, просушивают фильтровальной бумагой и определяют состояние покрытия, пользуясь лупой 4(X). При осмотре покрытий фиксируют цвет по эталону; наличие и размер пузырей (см. работу № 75), растрес-

кивание (см. работу № 76), растворение пленки, коррозию металла. Состояние металла определяют после снятия пленки с помощью ланцета.

Расчет. Результаты испытания записывают в журнал в виде таблицы:

№ образца	Покрытие	Способ подготовки поверхности	Режим получения покрытия		Показатель							Состояние				
			вязкость, с	температура, °С	продолжительность, сут	цвет, баллы	тип по эталону	пузыри		трещины			растворение, визуально	металла	покрытия	
								площадь разрушения, баллы	линейный размер, баллы	тип по эталону	длина, баллы	ширина, баллы				

Вариант 2. Определение кислотостойкости лакокрасочных покрытий капельным методом

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 0,8кп размером 150X70X1,0 мм очищают и обезжиривают, как указано в варианте 1 работы 37. Эмаль ЭП-7100 доводят, как указано в варианте 1 настоящей работы, до рабочей вязкости 30–50 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 6 мм) и наносят наливом на пластины (см. вариант 3 работы № 40).

После высушивания эмали при 20 ± 2 °С в течение 48 ч и выдержке при комнатной температуре в течение 7 сут образцы готовы к испытанию.

Ход определения. Пластину кладут на горизонтальную поверхность стола покрытием вверх и наносят на него 10 капель 25 %-ного раствора серной кислоты таким образом, чтобы центры капель отстояли друг от друга и от краев пластины не менее, чем на 20 мм. Кислота должна находиться на поверхности покрытия в течение 1 ч. После этого пластину с покрытием промывают в проточной воде и сушат фильтровальной бумагой. При осмотре с использованием лупы 4(X) фиксируют внешний вид покрытия, цвет по эталону; наличие и размер пузырей, растворение пленки, коррозию под пленкой после снятия ее с подложки.

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы, приведенной в варианте 1 настоящей работы (исключив показатель "Трещины").

РАБОТА № 73. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗОСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод основан на способности лакокрасочных покрытий выдерживать воздействие бензина или других нефтепродуктов, не содержащих ароматических соединений. В методике предусмотрена количественная оценка состояния покрытий для обработки результатов испытаний на ЭВМ.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль В-ПЭ-1179 [10, с. 62–66]

Грунтовка В-КФ-093

Дистиллированная вода

Бензин марки Б-70

Краскораспылитель КРУ-1

Вискозиметр ВЗ-246

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Толщиномер ИТП-1

Блескомер ФБ-2

Установка для нанесения водоразбавляемых материалов методом электроосаждения.

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали марки 08кп размером 150X70X1,0 мм очищают и обезжиривают, как предусмотрено в варианте 1 работы № 37.

Нанесение грунтовки В-КФ-093. Приготовление и корректировка рабочего раствора грунтовки В-КФ-093 и ее нанесение производится, как указано в работе № 47.

Технологические параметры электроосаждения:

Концентрация рабочего раствора, %	15±1
pH	7,1–7,4
Температура, °C	20–25
Напряжение, В	240–380
Продолжительность осаждения, мин	2

После отверждения пленки грунтовки при 180 °C в течение 30 мин (толщина слоя грунтовки 20 мкм) образцы выдерживают при комнатной температуре не менее 30 мин, а затем на них наносят эмаль В-ПЭ-1179 по слою грунтовки.

Эмаль В-ПЭ-1179 разбавляют дистиллированной водой до рабочей вязкости 44–48 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 6 мм). Степень разбавления эмали водой определяют следующим образом. К 100–120 г эмали (точн. взв. 0,01 г) добавляют воду до достижения рабочей вязкости 44–48 с по ВЗ-246. При этом вначале добавляют 20 % (по массе) воды от навески эмали, тщательно перемешивают и определяют вязкость полученного раствора. Затем небольшими порциями добавляют воду и определяют вязкость эмали.

Степень разбавления X (%) вычисляют по формуле

$$X = m_1/m \cdot 100,$$

где m — масса эмали, г; m_1 — масса воды, израсходованной на разбавление эмали до рабочей вязкости.

Затем наносят эмаль В-ПЭ-1179 с помощью краскораспылителя КРУ-1 на обе стороны пластины в 2 слоя по технологии "мокрый по мокрому" с выдержкой 5–7 мин при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ после нанесения первого и второго слоев; затем оба слоя высушивают при $60 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 10 мин и при $130\text{--}135^\circ\text{C}$ в течение 20 мин. Толщина покрытия (со слоем грунтовки), должна составлять 50–55 мкм. Толщину измеряют прибором ИТП-1, как описано в варианте 3 работы № 46.

Края окрашенных пластин заделывают пипкой пентой на расстоянии 5 мм от краев.

Ход определения. Образцы обматывают проволокой вокруг верхней части пластины и подвешивают на стеклянную палочку, которую помещают в верхней части эксикатора, заполненного бензином Б-70. Окрашенные пластинки погружают в бензин на $2/3$ высоты образца с расстоянием между образцами и до стенки эксикатора не менее 10 мм. Затем выдерживают покрытия в бензине в течение 120 ч. Перед осмотром образцов покрытия просушивают фильтровальной бумагой и выдерживают при комнатной температуре 1–2 ч.

Затем оценивают состояние покрытия через 24, 72 и 120 ч, определяя блеск на приборе ФБ-2 (см. работу № 60), цвет — по эталону (см. работу № 59), отслаивание или растворение пленки — визуально.

Расчет. Состояние покрытия после испытания в бензине обозначается буквой Б и определяют по относительным оценкам степени разрушения и весомости каждого вида разрушения.

Относительные оценки декоративных свойств покрытий:

Степень изменения	Относительная оценка блеска a_b и цвета a_c
Цвет не изменился, изменение блеска (до 5 %)	1
Незначительное изменение цвета; незначительное изменение блеска (до 30 %)	0,7
Сильное изменение цвета; сильное изменение блеска (свыше 30 %)	0

Относительные оценки повреждения поверхности покрытия пузырями:

Степень повреждения	Относительная оценка a_n
Без повреждения	1
Пузыри < 50 %	0,3
> 50 %	0

Относительная оценка размеров пузырей:

Размер, мм	Относительная оценка $a_{p.n}$
0	1
< 0,5	0,9
< 1	0,3
< 3	0,1
> 3	0

Относительные оценки повреждения поверхности в результате отслаивания или растворения:

Степень разрушения	Относительная оценка поверхности в результате отслаивания $a_{от}$ или растворения $a_{от.р}$
Отсутствует	1
Наличие повреждения поверхности в результате отслаивания, сморщивания или растворения	0

Состояние покрытия после испытания в бензине (бензостойкость) B определяют по формуле

$$B = 0,1 a_b + 0,1 a_{ц} + 0,2 a_{п} + 0,3 a_{p.n} + 0,3 a_{от.р},$$

где B — бензостойкость; a_b — относительная оценка степени изменения блеска; $a_{ц}$ — относительная оценка степени изменения цвета; $a_{п}$ — относительная оценка по площади пузырей; $a_{p.n}$ — относительная оценка по размерам пузырей; $a_{от.р}$ — относительная оценка повреждения поверхности в результате отслаивания или растворения.

Коэффициенты при относительных оценках a_b , $a_{ц}$, $a_{п}$, $a_{p.n}$, $a_{от.р}$ обозначают весомость каждого вида разрушения.

Оценка состояния покрытия производится в соответствии с данными, приведенными ниже:

Состояние покрытия	Характеристика покрытия
0,9 B	Хорошее
0,7 B	Удовлетворительное
< 0,7 B	Плохое

Результаты осмотра, замеров и расчетов записывают в рабочий журнал. Количественная оценка стойкости покрытия к воздействию бензина выражается продолжительностью испытания (τ) и состоянием покрытия.

РАБОТА № 74. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ К ВОЗДЕЙСТВИЮ ДИОКСИДА СЕРЫ

Метод заключается в выдержке покрытий во влажной среде диоксида серы при $50 \pm 2^\circ \text{C}$.

Материалы, приборы

Эмаль ЭИ-569 [10, с. 480]

Растворитель Р-5

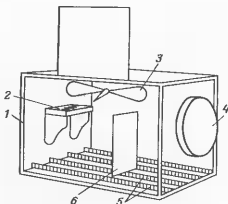


Рис. 7.6. Камера для испытания покрытий в среде диоксида серы: 1 — герметичный шкаф; 2 — фарфоровая колодка; 3 — вентилятор; 4 — люк для загрузки образцов; 5 — штатив для образцов; 6 — образец

Полиэтиленполиамин

Вязкозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Блескомер ФБ-2

Технические весы (точн. взв. 0,01 г)

Камера для испытания покрытий в среде диоксида серы (рис. 7.6)

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали марки 08кп размером 150X70X1,0 мм подготавливают, как указано в варианте 1 работы № 37.

Эмаль ЭП-569 смешивают с полиэтилениполиамином (отвердителем) в соотношении 4,4 г полиэтилениполиамина на 100 г эмали. Полученную смесь тщательно перемешивают и определяют вязкость по ВЗ-246 (соплю 4 мм). Затем эмаль разбавляют растворителем Р-5 до рабочей вязкости 15–18 с по ВЗ-246. Жизнеспособность эмали после введения отвердителя составляет 3 ч.

Эмаль ЭП-569 с вязкостью 15–18 с наносят на пластины с помощью краскораспылителя КРУ-1 в 2 слоя на обе стороны пластины. Первый слой высушивают при комнатной температуре в течение 3 ч, второй слой — в течение 24 ч.

Образцы помещают в шкаф для сушки образцов на воздухе и выдерживают после высушивания перед испытанием еще 120 ч.

Ход определения. Навеску серы (из расчета 60 мг серы на 1 дм³ объема камеры при концентрации диоксида серы, равной 0,15 %) помещают в фарфоровую колодку 2. На дно камеры наливают воду. Окрашенные пластины помещают на деревянный штатив и загружают через люк 4 в камеру. Затем крышку люка герметически закрывают болтами, включают обогрев камеры и сжигают серу. После этого включают вентилятор 3 на 10–15 мин для обеспечения равномерного распределения диоксида серы во всем объеме камеры.

В камере поддерживается температура $50 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительная влажность воздуха 100 %. Испытания проводят в течение 8 ч. Состояние поверхности покрытия оценивают после испытаний визуальным осмот-

ром с использованием лупы 4(X). Для определения коррозии металла под покрытием на каждой пластине с двух участков площадью не менее 1 см² снимают ланцетом пленку с подложки и описывают состояние металла.

Расчет. В журнал записывают: способ подготовки поверхности металла (подложки) и подготовка эмали к нанесению; режим получения покрытия; последовательность проведения испытания. Описывают состояние покрытия: величину блеска пленки — исходной и после испытаний; цвет по эталону после испытаний; расчет количественной оценки декоративных и антикоррозионных свойств покрытия (см. работы № 63 и 78).

РАБОТА № 75. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УСТОЙЧИВОСТИ ПОКРЫТИЙ К ОБРАЗОВАНИЮ ПУЗЫРЕЙ

Метод заключается в определении площади поверхности покрытия (%), разрушенной пузырями, и линейного размера пузырей (диаметра и глубины поражения). Оценка производится по пятибалльной системе с учетом относительной оценки разрушения.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-12

Ксилол

Краскораспылитель КРУ-1

Вискозиметр ВЗ-246

Гидростат Г-4

Подготовка к испытанию. Пластины из стали марки 08кп размером 150X70X1,0 мм очищают и обезжиривают, как указано в работе № 37 (вариант 1).

Подготовка эмали МЛ-12, нанесение пневматическим распылением и высушивание проводится, как указано в работе № 47.

Ход определения. Подготовленные образцы покрытий эмалью МЛ-12 (не менее 3) испытывают в течение 120 ч во влажной камере (гидростате Г-4) по режиму, приведенному в работе № 69.

После испытания покрытий и выдержки образцов при комнатной температуре не менее 2 ч часть пузырей (на одной из испытываемых пластин) надрезают скальпелем или бритвой, осматривают с помощью лупы 4(X) и определяют тип пузыря. В зависимости от содержания жидкости тип пузыря обозначается следующим образом:

Тип пузыря	Характеристика
А	Пузыри, не содержащие жидкости; коррозия под пузырями отсутствует
Б	Пузыри, содержащие жидкость; коррозия под пузырями
В	Пузыри, не содержащие жидкости; коррозия под пузырями
Г	Пузыри, содержащие жидкость; коррозия под пузырями

Таблица 7.1

Оценка разрушения поверхности				Линейный размер пузырей	
балл	степень разрушения, %	относительная оценка, a	балл	диаметр пузыря и глубина поражения покрытия	относительная оценка, a_1
n_1	—	1	n_1	—	1
n_2	< 5	0,8	n_2	< 5 мм, разрушение покрывного слоя	0,7
n_3	5–25	0,4	n_3	0,5–5 мм; разрушение покрывного слоя	0,5
n_4	25–50	0,2	n_4	> 3 мм; разрушение до грунтовочного слоя	0,1
n_5	> 50	0	n_5	3 мм; разрушение до металла	0

Степень разрушения покрытий вследствие образования пузырей оценивают по пятибалльной шкале (табл. 7.1).

Расчет. В журнал записывают характеристику пузырей и их оценку по пятибалльной шкале: прописной буквой (А–Г) и строчными буквами (n_2 – n_5 — n_{2-5}), соответствующими типу пузырей, площади разрушения поверхности и линейным размерам пузырей.

Количественную оценку степени разрушения покрытий от возникновения пузырей Π рассчитывают по формуле

$$\Pi = 0,4a_1 + 0,6a,$$

где a — относительная оценка разрушения поверхности; a_1 — относительная оценка линейного размера пузырей; 0,4 и 0,6 — коэффициенты весомости соответственно линейного размера пузырей и площади разрушения.

Относительные оценки и коэффициенты весомости установлены экспериментальным путем.

Пример: если $\Pi = Bn_2n_3$, то при условии $\Pi = 0,6n_2 + 0,4n_3$, $\Pi = 0,4 \cdot 0,5 + 0,6 \cdot 0,8 = 0,2 + 0,48 = 0,68$, т.е. $\Pi = B 0,68$.

РАБОТА № 76. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ РАСТРЕСКИВАНИЯ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Методика основана на оценке длины, ширины и глубины трещин по пятибалльной системе и определении типов трещин по эталону.

Материалы, приборы

Эмаль МЛ-12

Сольвент

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Камера холода

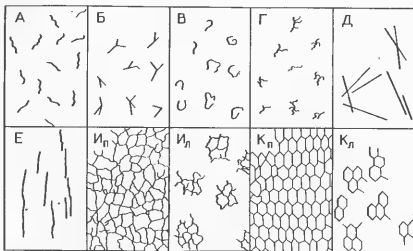


Рис. 7.7. Эталоны характерных видов растрескивания лакокрасочных покрытий (Объяснение см. в тексте.)

Эталоны характерных видов растрескивания лакокрасочных покрытий (рис. 7.7); размер эталонного образца 35x50 мм

Типы трещин на эталонах обозначаются следующим образом:

- А — нерегулярные индивидуальные трещины;
- Б — трещины, напоминающие рисунок "птичьих следов";
- В — "сигмавидные" трещины (замкнутые, встречающиеся);
- Г — нерегулярные разветвленные трещины;
- Д — нерегулярные линейные трещины;
- Е — регулярные линейные трещины;
- И_п, И_л — сетчатые трещины;
- К_п, К_л — ячеистые трещины.

Вариант 1. Определение типа трещин покрытия эмалью МЛ-12

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08кп размером 150x70x1,0 мм подготавливают, как указано в варианте 1 работы № 37.

Эмаль МЛ-12 разбавляют сольвентом до вязкости 24—25с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло диаметром 4 мм) — (см. работу № 26). Затем эмаль фильтруют через слой марли с ватой и наносят на пластины в 2 слоя краскораспылителем КРУ-1 (см. работу № 40). Каждый слой эмали высушивают при 130 °С в течение 35 мин и после 2 ч выдержки высушенных покрытий при комнатной температуре испытывают образцы по методике, имитирующей условия Севера (см. вариант 1 работы № 84) в течение 5 циклов.

Ход определения. После испытания покрытий по методике "Север" образцы выдерживают при комнатной температуре в течение 2 ч и визуально оценивают состояние поверхности покрытия по эталонам типов трещин. Допускается пользоваться при осмотре лупой 4(X).

Расчет. В журнал записывают операции по подготовке пластины и эмали к испытанию; режимы проведения испытания покрытия и результаты осмотра поверхности покрытия после испытаний с фиксированием типа трещин.

Результаты записывают в таблицу

№ пластины	Эмаль	Режим подготовки пластины	Вязкость эмали, с	Режим формирования покрытия		Толщина покрытия, мкм	Осмотр покрытия (визуально)		Тип трещин по эталону
				температура, °С	продолжительность, мин		до испытаний	после испытаний	

Вариант 2. Определение размера трещин покрытия эмалью МЛ-12 по пятибалльной системе

Метод заключается в определении длины, ширины и глубины трещин. Длина трещин определяется путем сравнения размера трещин покрытия с размерами трещин на эталонах и обозначается по пятибалльной шкале

Таблица 7.2

Оценка по длине трещин, баллы	Размер трещин типа А, Б, В, Г, Д, Е, И _д , К _л	Оценка по ширине трещин, баллы	Размер трещин	Оценка по глубине трещин, баллы	Размер трещин
д ₁ д ₂	Отсутствуют Длина трещин (диаметр очага трещин) на эталоне превосходят длину трещин на образце более чем в 2 раза	ш ₁ ш ₂	Отсутствуют Трещины, видимые при увеличении (Х4)	г ₁ г ₂	Отсутствуют Поверхностные трещины, видимые при увеличении (Х4)
д ₃	Длина трещин на эталоне превосходит длину трещин на образце менее чем в 2 раза	ш ₃	Трещины, видимые невооруженным глазом	г ₃	Поверхностные трещины, видимые невооруженным глазом
д ₄	Длина трещин на образце равна длине трещин на эталоне	ш ₄	Трещины до 1 мм	г ₄	Трещины, проникающие до грунтовки
д ₅	Длина трещин на образце превосходит длину трещин на эталоне	ш ₅	Трещины более 1 мм	г ₅	Трещины, проникающие до подложки

Таблица 7.3

Степень растрескивания ($K_B = 0,3$)		Размер трещин по длине ($K_B = 0,2$)		Размер трещин по ширине ($K_B = 0,2$)		Размер трещин по глубине ($K_B = 0,3$)	
баллы	относительная оценка X_1	баллы	относительная оценка X_3	баллы	относительная оценка X_4	баллы	относительная оценка X_2
I	1	d_1	1	$ш_1$	1	$г_1$	1
II	0,9	d_2	0,8	$ш_2$	0,9	$г_2$	0,9
III	0,4	d_3	0,4	$ш_3$	0,7	$г_3$	0,7
IV	0,2	d_4	0,2	$ш_4$	0,3	$г_4$	0,3
V	0	d_5	0	$ш_5$	0	$г_5$	0

буквой "д" с индексом 1–5 (d_1 — трещины отсутствуют). Ширину и глубину трещин определяют визуально по пятибалльной шкале и обозначают соответственно буквами "ш" и "г" с индексами 1–5 ($ш_1$ и $г_1$ — трещины отсутствуют). Характеристики трещин приведены в табл. 7.2.

Подготовка к испытанию. Подготовку пластин, эмали МЛ-12, получение покрытий и их испытание по методике "Север" проводят так же, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. После испытания покрытий по методике "Север" образцы выдерживают 2 ч при комнатной температуре и определяют значения d , $ш$ и $г$, в соответствии с табл. 7.2.

Расчет. В журнал записывают все операции по подготовке пластин, эмали МЛ-12, получению покрытий и определению d , $ш$, $г$ по пятибалльной шкале.

Количественную оценку растрескивания покрытия рассчитывают по формуле

$$P = 0,3 X_1 + 0,2 X_2 + 0,2 X_3 + 0,3 X_4,$$

где X_1 — относительная оценка степени растрескивания; X_2 , X_3 , X_4 — относительные оценки соответственно размера трещин по глубине, длине и ширине; 0,3 и 0,2 — коэффициенты весомости K_B , найденные методом экспертной квалитметрии, значения которых приведены в табл. 7.3.

РАБОТА № 77. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИКОРРОЗИОННЫХ СВОЙСТВ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ЕМКОСТНО-ОМИЧЕСКИМ (ИМПЕДАНСНЫМ) МЕТОДОМ

Импедансный метод основан на представлении о том, что металл с покрытием при погружении в электролит описывается эквивалентной электрической схемой, в которой емкость и сопротивление соединены параллельно. Таким образом, в первый момент соприкосновения с электролитом система может рассматриваться как конденсатор с потерями, в которой металл и электролит являются обкладками, а лакокрасочное покрытие

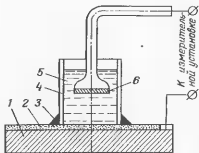


Рис. 7.8. Электролитическая ячейка для измерения емкости и сопротивления металла с лакокрасочным покрытием:

1 — металл; 2 — покрытие; 3 — уплотнительная замазка; 4 — стеклянный стакан; 5 — электролит; 6 — вспомогательный электрод из платинированной платины

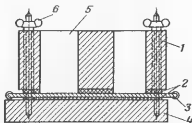


Рис. 7.9. Приспособление для крепления стеклянных стаканов на покрытие:

1 — брусок из органического стекла; 2 — резиновая прокладка; 3 — образец; 4 — подставка из текстолита или органического стекла; 5 — полые стеклянные стаканы; 6 — шпилька

тие — диэлектрической прокладкой. Метод заключается в измерении емкости и сопротивления образца окрашенного металла, погруженного в электролит во времени [13, с. 99–103].

Материалы, приборы

Лак ЭП-524 [6, с. 53–54]

Ацетон

Растворитель № 646

Вязкозиметр ВЗ-246

Шкаф для сушки образцов на воздухе

Мост переменного тока типа Р-571

Электрохимическая ячейка для измерения емкости и сопротивления металла с лакокрасочным покрытием (рис. 7.8)

Приспособление для крепления стеклянных стаканов на окрашенном металле (рис. 7.9).

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали марки 08кп размером 150X70X1,0 мм очищают наждачной шкуркой и обезжиривают, протирая тканью, смоченной ацетоном.

Лак ЭП-524 разбавляют растворителем № 646 до рабочей вязкости 20–25с по вязкозиметру ВЗ-246 (сопло 4 мм), фильтруют через сито с сеткой № 01–015К и наносят на стальные пластины методом налива (см. работу № 37, вариант 2). Высушивание лака, нанесенного на пластины, проводят при $20 \pm 2^\circ \text{C}$ в течение 3 ч, поместив образцы в шкаф для сушки образцов на воздухе. Перед испытанием образцы выдерживают в тех же условиях в течение 24 ч. Затем с одной стороны пластины на 2 см от края удаляют лаковую пленку механическим способом.

Ход определения. Испытуемый образец (металлическую пластину с покрытием) помещают на подставку 4 ячейки (см. рис. 7.9) и зажимают между двумя слоями резины 2 четырьмя шпильками 6.

На образец при помощи уплотнительной замазки наклеивают две стеклянные полые трубки (цилиндры) диаметром 22 и высотой 40 мм, в которые наливают электролит (3 %-ный раствор хлорида натрия). В качестве вспомогательного электрода используют платиновую проволоку. Рабочими поверхностями являются участки поверхности покрытия на дне стеклянных цилиндров, кратные 1 см^2 . Вспомогательный электрод опускают в электролит, залитый в стеклянный цилиндр на $2/3$ его высоты. Подключают ячейку к измерительному мосту Р-571 двумя контактами: вспомогательным электродом и участком образца чистого металла с удаленным покрытием. Измерения проводят через 1 ч после введения электролита в стеклянные цилиндры.

Измерение составляющих импеданса емкости C и сопротивления R проводят на трех частотах — 500, 1000 и 20 000 Гц — после 24, 72, 120 и 240 ч испытаний.

При последовательном соединении в мосте емкости C и сопротивления R полученные результаты пересчитывают по формулам:

$$C = \frac{C_{\text{изм}}}{1 + (2\pi f)^2 C_{\text{изм}}^2 R_{\text{изм}}^2};$$

$$R = \frac{R_{\text{изм}} (1 + 2\pi f)^2 C_{\text{изм}}^2 \cdot R_{\text{изм}}^2}{(2\pi f)^2 C_{\text{изм}}^2 \cdot R_{\text{изм}}^2},$$

где $C_{\text{изм}}$ — измеренные значения емкости при выбранной частоте тока, отнесенные к единице поверхности; f — частота переменного тока; $R_{\text{изм}}$ — измеренные значения сопротивления при выбранной частоте тока, отнесенные к единице поверхности.

Расчет. Антикоррозионные свойства покрытий оценивают по характеру зависимости C и R (составляющих импеданса) от частоты переменного тока.

Для сопоставимости результатов полученные значения R и C следует отнести к единице поверхности. Для этого величину R умножают на площадь и выражают в Ом $\cdot$ см 2 , а величину C делят на площадь и выражают в мкФ/см 2 .

Полученные данные представляют в виде графиков зависимости R и C от f :

1) на оси ординат откладывают значение $\lg R$ (Ом $\cdot$ см 2), на оси абсцисс — $\lg f$ (Гц);

2) на оси ординат откладывают значение C (мкФ/см 2), на оси абсцисс — $\lg f$ (Гц).

В том случае, когда емкость не зависит от частоты тока, а сопротивление обратно пропорционально ей, испытуемое покрытие коррозионно стойко и обладает защитным действием. Если емкость обратно пропорциональна частоте тока, а сопротивление не зависит от нее, покрытие не обладает антикоррозионными свойствами.

**РАБОТА № 78. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИКОРРОЗИОННЫХ СВОЙСТВ
ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ПО ОБОБЩЕННОЙ
ОЦЕНКЕ СОСТОЯНИЯ ПОКРЫТИЙ**

Метод оценки антикоррозионных свойств покрытий (A_3) при испытании в жидких агрессивных средах (воде, кислотах, щелочах, растворах солей, органических соединениях) заключается в определении следующих видов разрушения покрытий: пузырей (П), отслаивания пленки от подложки (С), сморщивания (СМ), растрескивания (Р), растворения пленки (Т), коррозии металла (К) с учетом относительных оценок соответствующих видов разрушения (П, С, СМ, Р, К) и относительной оценки по размеру разрушения (ЛР).

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-197

Ксилол

Краскораспылитель КРУ-1

Вискозиметр ВЗ-246

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Гидростат Г-4

Подготовка к испытанию. Пластины из стали 08кп, размером 150X70X1,0 мм подготавливают, как указано в варианте 1 работы № 37.

Эмаль МЛ-197 разбавляют ксилолом до рабочей вязкости, наносят пневматическим распылением с помощью краскораспылителя КРУ-1 и высушивают, как указано в работе № 47.

Ход определения. Подготовленные образцы покрытий эмалью МЛ-197 испытывают во влажной камере (гидростате Г-4) в течение 120 ч при температуре 40 °С и относительной влажности воздуха 95 ± 2 % (см. работу № 69). Осматривают визуально поверхность покрытия с использованием лупы 4(X). Оценку видов разрушения по площади и размерам разрушения проводят в соответствии с табл. 7.4 и 7.5.

Расчет. Рассчитывают обобщенную оценку антикоррозионных свойств (A_3) покрытий эмалью МЛ-197 по формуле

$$A_3 = XП + XС + XСМ + XР + XТ + XК,$$

где X — коэффициент весомости каждого вида разрушения: П, С, СМ, Р, Т, К.

Таблица 7.4. Оценка по площади разрушения

Балл	Оценка противокоррозионных свойств по площади разрушения покрытия (%) при наличии	
	трещин, отслаивания, растворения, сморщивания, пузырей	коррозии металла
1	0	0
2	< 5	< 1
3	> 5–25	> 1–5
4	> 25–50	> 5–15
5	> 50	> 15

Таблица 7.5. Оценка по размерам разрушения

Балл	Оценка противокоррозионных свойств по размерам разрушения покрытия		
	глубина трещин, отслаивания, растворения	диаметр пузырей, мм, глубина разрушения	диаметр коррозионных разрушений (очагов), мм
1	Без разрушения	—	0
2	Разрушение внешнего слоя, видимое при увеличении в 10 раз	< 0,5; разрушение внешнего слоя	До 0,5
3	Разрушение внешнего слоя, видимое невооруженным глазом	> 0,5—3,0; разрушение внешнего слоя	> 0,5—1,0
4	Разрушение до грунтово-вочного слоя	> 3,0 или разрушение до грунтово-вочного слоя	> 1,0—3,0
5	Разрушение до металла	Разрушение до металла	> 3,0

Величины видов разрушения рассчитывают по формулам:

$$П = 0,6aП + 0,4aЛР; \quad С = 0,6aС + 0,4aЛР;$$

$$СМ = 0,6aСМ + 0,4aЛР; \quad Р = 0,6aР + 0,4aЛР;$$

$$Т = 0,6aТ + 0,4aЛР; \quad К = 0,6aК + 0,4aЛР,$$

где $aП$, $aС$, $aСМ$, $aР$, $aТ$, $aК$ — относительные оценки соответствующих видов разрушения; $aЛР$ — относительная оценка по размеру разрушения.

Значения коэффициентов весомостей и относительной оценки, найденные экспериментальным методом, берут из табл. 7.6 и 7.7.

Таблица 7.6. Коэффициенты весомости

Вид разрушения	Условное обозначение	Коэффициенты весомости (X) видов разрушения в различных средах	
		воде, кислотах, щелочах, растворах солей	органических соединениях
Растворение	Р	0,05	0,1
Растрескивание	Т	0,05	0,1
Отслаивание	С	0,15	0,1
Сморщивание	СМ	0,15	0,35
Пузыри	П	0,20	0,25
Коррозия	К	0,40	0,1

Таблица 7.7. Относительные оценки

Балл	Относительная оценка (a) по изменению защитных свойств покрытия	Относительная оценка (a/ПР) по размеру разрушения
1	1	1
2	0,8	0,7
3	0,4	0,5
4	0,2	0,1
5	0,0	0,0

При отсутствии того или иного вида разрушения покрытий, предусмотренных формулой вычисления A_3 , относительную оценку этих разрушений принимают за единицу.

ГЛАВА 8

АТМОСФЕРОСТОЙКОСТЬ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

РАБОТА № 79. ИСПЫТАНИЕ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ В АППАРАТЕ ИСКУССТВЕННОЙ ПОГОДЫ ИП-1-3 ПО РЕЖИМУ "ЦИКЛ 3-17"

Метод заключается в непрерывном облучении покрытий электродуговыми и ртутно-кварцевыми лампами и периодическом орошении их водой и оценке состояния покрытия после испытания.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МЛ-1110

Грунтовка ФЛ-03К

Ксилол

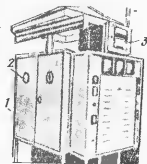
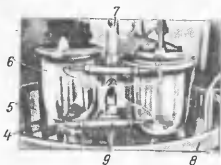
Вискозиметр ВЗ-246

Толщиномер ИТП-1

Аппарат искусственной погоды ИП-1-3 (рис. 8.1) представляет собой камеру 1 (рис. 8.1, а), внутри которой на подставке, вращающейся от мотора, имеется барабан 8 (рис. 8.1, б) с кассетами 4. Образцы 5 в вертикальном положении вставляют в кассеты (рис. 8.2), закрепляют и помещают в пазы барабана таким образом, чтобы лакокрасочное покрытие было обращено внутрь барабана к источникам облучения. Для облучения используют две электродуговые лампы 6, помещенные в колпаки из молибденового жаростойкого стекла типа "Пирекс", и две ртутно-кварцевые лампы 9, находящиеся внутри барабана. Электродуговые лампы расположены вертикально, ртутно-кварцевые — горизонтально. Подъемный механизм 7 позволяет регулировать высоту расположения ламп.

Орошение образцов проводится дистиллированной водой с температурой 30 °С с помощью форсунок, установленных внутри камеры на специальном коллекторе; струю воды направляют на испытуемые образцы под углом 45°. Требуемая влажность воздуха поддерживается за счет воды, залитой в сборник под барабаном.

На крышке барабана смонтирован контрольный щит, на котором расположены два амперметра, вольтметр, терморегулятор и автоматический регистрирующий



2

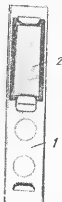


Рис. 8.1. Аппарат искусственной погоды ИП-1-3:

а – внешний вид аппарата; *б* – рабочая часть камеры.

1 – камера; 2 – смотровое окно; 3 – самописец для измерения температуры; 4 – кассета; 5 – образец; 6 – электродуговые лампы; 7 – подъемный механизм; 8 – барабан; 9 – ртутно-кварцевая лампа

Рис. 8.2. Кассета (1) с испытуемым образцом (2)

прибор 3 для контроля и записи температуры внутри камеры. Температура в камере регулируется вентилятором, автоматически включающимся в случае повышения температуры сверх заданной величины.

Подготовка к испытанию. Приготовление комплексных покрытий из грунтовки ФЛ-03К и эмали МЛ-1110 производится как указано в варианте 2 работы № 47.

Аппарат ИП-1-3 включается в сеть переменного тока напряжением 220 В и работает при следующем режиме: напряжение на дуге лампы 130 В; сила тока, потребляемая дугами – 12–15 А; частота вращения барабана – 1 об/мин.

Перед испытанием проверяется поверхностная плотность потока ультрафиолетовой составляющей радиации (см. работу № 80), которая при облучении электродуговыми и ртутно-кварцевыми лампами в аппаратах ИП-1-3 должна составлять 420 Вт/м^2 .

Перед испытанием замерить блеск покрытия прибором ФБ-2, как приведено в варианте 1 работы № 60, и произвести визуальный осмотр состояния покрытия.

Ход определения. Угли (типа "светокопия") вставить в специальные держатели, связанные с соленоидом. В верхний держатель помещают уголь с фитилем стандартной длины, в нижний держатель — два угля без фитиля (длина нижних углей — 130 мм). Колпак перед установкой промывают теплой водой с мылом, сушат и протирают чистой тканью; на дно колпака кладут асбестовый кружок для предохранения его от падающих огарков угля. Колпаки в подвесах должны прилегать герметично. Затем дуговые лампы опускают без перекосов в рабочее положение; расстояние от оси лампы до стенок камеры должно составлять 230—240 мм. Ртутно-кварцевые лампы размещены от стенок барабана на расстоянии 200 мм.

Образцы покрытий, помещенные в кассеты, располагают во внутренней части барабана и включают вентиль подачи воды для охлаждения барабана. Прочищают иглой отверстие в коллекторе узла орошения и подготавливают к пуску вентиль подачи дистиллированной воды для орошения образцов. Подготовив аппарат к работе, плотно закрывают дверцы, открывают вентиль подачи воды и включают аппарат в сеть.

Испытание продолжать в течение 240 ч. Через 24, 72, 120 и 240 ч испытаний и выдержи образцов при комнатной температуре в течение 2 ч осматривают покрытия, фиксируя: внешний вид с использованием лупы 4 (X); блеск (см. вариант 1 работы № 60); наличие пузырей (см. работу № 75), растрескивания (см. работу № 76), меления (см. работу № 62); коррозию металла проверяют после 240 ч испытаний, сняв покрытие с подложки на участке размером не менее 1 см².

Расчет. В журнал записывают результаты осмотра покрытий в процессе и после испытаний и заполняют таблицу:

№ образца	Покрытие	Продолжительность испытания, ч	Цвет по эталону, баллы	Блеск, %	Меление, баллы	Растрескивание, баллы	Отслаивание, баллы	Пузыри, баллы	Коррозия, баллы

Расчеты показателей — наличие пузырей и растрескивания — проводят, как указано в работах №№ 75 и 76.

РАБОТА № 80. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТИ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОЙ РАДИАЦИИ В АППАРАТЕ ИЛ-1-3

Уранил-оксалатный актинометрический метод основан на реакции разложения щавелевой кислоты под действием излучения с длинами волн менее 440 нм в присутствии сенсibilизатора — ураниловых солей.

Реактивы, приборы, оборудование

Уранил-нитрат или уранил-сульфат

Серная кислота

Щавелевая кислота

Перманганат калия

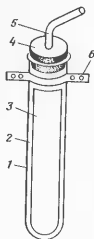
Дистиллированная вода

Мерная пробирка из кварцевого стекла (рис. 8.3). Пробирка 1 закрыта светоотражающей оболочкой 2 из алюминиевой фольги. В оболочке вырезано окно 3 площадью $24,8 \text{ см}^2$ ($110 \times 22,5 \text{ мм}$). Края оболочки плотно прилегают к стеклу пробирки. Верхняя кромка окна находится на уровне мениска налитой жидкости. Пробирка снабжена пробкой 4 с трубкой 5 для отвода газа. В аппарат ИП-1-3 пробирку подвешивают с помощью подвески 6.

Подготовка к испытанию. Приготовление светочувствительного раствора. В затемненной от солнечных лучей комнате в колбу емкостью 1000 мл наливают 20 мл воды и растворяют в ней при перемешивании 40 г щавелевой кислоты. Затем в бюкс, промытый дистиллированной водой, помещают 50 г уранилнитрата или 4,2 г уранилсульфата. Уранил из бюкса высыпают в колбу, после чего его ополаскивают дистиллированной водой, смывая ее в колбу. Добавляют при перемешивании еще 800 мл воды; раствор вновь перемешивают до получения однородной окраски.

Рис. 8.3. Кварцевая пробирка для определения интенсивности ультрафиолетовой радиации:

1 — мерная пробирка; 2 — светоотражательная оболочка; 3 — окно, 4 — пробка, 5 — трубка; 6 — подвеска



Раствор очень чувствителен к свету, поэтому его сразу же нужно смыть в колбу с зачерненной поверхностью.

Приготовление титрованного раствора. Готовят 0,1 н. раствор KMnO_4 и выдерживают его в темноте 7–10 сут до установления постоянного титра по щавелевой кислоте.

Ход определения. В мерную пробирку (см. рис. 8.3) наливают 50 мл светочувствительного раствора. Одновременно подготавливают контрольный опыт; для этого 50 мл светочувствительного раствора помещают в затемненное место. Мерную пробирку со светочувствительным раствором устанавливают во внутренний барабан аппарата искусственной погоды, в котором предстоит определить интенсивность ультрафиолетовой радиации источника света. Пробирку ставят вертикально на таком же расстоянии от источника излучения, на котором находятся испытуемые образцы лакокрасочных покрытий, чтобы во время экспозиции окно полностью находилось перед источником света.

После 1 ч пребывания пробирки в аппарате содержимое мерной пробирки сливают в колбу с притертой пробкой. Пробирку споласкива-

ют дистиллированной водой и сливают в ту же колбу, после чего добавляют 10 мл разбавленной серной кислоты. Колбу с раствором при перемешивании нагревают до 80–85 °С и титруют горячий раствор раствором KMnO_4 до изменения цвета от прибавления одной капли. Если в течение 2 мин окраска раствора не изменится, титрование считать законченным. Те же операции и в той же последовательности проводят с 50 мл необлученного раствора (контрольный опыт).

Расчет. Интенсивность ультрафиолетовой радиации W (Вт/м^2) рассчитывают по формуле

$$W = \frac{1000TK(V_0 - V_1)}{S\tau},$$

где T – титр раствора KMnO_4 (по щавелевой кислоте), $\text{м}^2/\text{мл}$; K – поправка к титру; V_0 – объем раствора KMnO_4 , израсходованного на титрование необлученного раствора, мл; V_1 – объем раствора KMnO_4 , израсходованного на титрование облученного раствора, мл; S – площадь проекции окна; τ – продолжительность экспозиции, см^2 .

Измеренные характеристики записывают в рабочий журнал в виде таблицы

№ п/п	Аппарат	Источник излучений	τ , мин	T , мг/мл	V_0 , мл	V_1 , мл	S , см^2	K

РАБОТА № 81. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УСТОЙЧИВОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ К ВОЗДЕЙСТВИЮ ЗНАКОПЕРЕМЕННЫХ ТЕМПЕРАТУР

Метод основан на циклическом воздействии на покрытие знакопеременных температур и определении показателя растрескивания.

Материалы, приборы, оборудование

Эмаль МС-17

Сиккатив ИФ

Ксилол

Ацетон

Вискозиметр ВЗ-246

Краскораспылитель КРУ-1

Электрический лабораторный сушильный шкаф

Холодильная камера ТКСи-02-80 (рис. 8.4) состоит из трех основных частей: камеры холода 1, пульта управления 2 и машинного отделения 3, в котором расположен каскадный холодильный агрегат. Пульт управления, смонтированный в корпусе камеры, включает панели с приборами для автоматического управления и контроля температуры от +100 до –80 °С. Пульт управления сверху закрыт крышкой 4, которая служит рабочим столом.

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали 08кп размером 150×70×0,9 мм очищают шлифовальной шкуркой и протирают тканью, смоченной ацетоном.

Эмаль МС-17 перед нанесением размешивают и добавляют в нее сик-

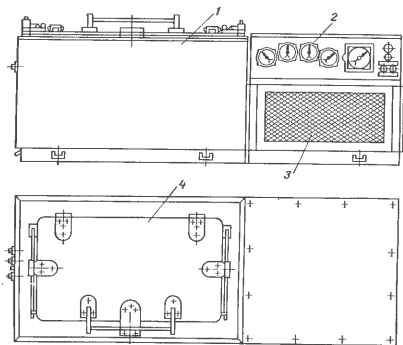


Рис. 8.4. Холодильная установка типа ТКСИ-02-80:

1 — камера; 2 — пульт управления; 3 — холодильное оборудование; 4 — крышка

катив НФ-1 в количестве 1,5–2 % (по массе); затем эмаль тщательно размешивают и разбавляют ксилолом до рабочей вязкости 20 с по вискозиметру ВЗ-246 (сопло 4 мм). Эмаль МС-17 наносят на пластины пневматическим распылением с помощью краскораспылителя КРУ-1 в один слой; полученную пленку отверждают при комнатной температуре около 30 мин.

Ход определения. Образцы покрытий помещают на деревянный штатив и ставят в электрический шкаф, где выдерживают при 60 °С в течение 30 мин. Затем образцы переносят в холодильную камеру и ставят штативы с образцами на полки, расположенные на дне камеры, выдерживая при температуре –40 °С в течение 1 ч, а после этого — 15 мин при комнатной температуре. Один цикл испытаний составляет 1 ч 45 мин; всего проводят 20 циклов испытаний. После 2, 3, 5, 10 и 20 циклов определяют внешний вид (состояние) покрытия, а через 10 и 20 циклов — показатель растрескивания (см. работу № 76).

Расчет. Показатель растрескивания Р определяют по эталону, остальные расчеты — см. работу № 76.

**РАБОТА № 82. ИСПЫТАНИЕ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ
УСКОРЕННЫМИ МЕТОДАМИ, ИМИТИРУЮЩИМИ УМЕРЕННЫЙ
КЛИМАТ**

Ускоренные методы заключаются в циклическом воздействии на покрытие повышенной температуры ($40 \pm 2^\circ\text{C}$) и относительной влажности воздуха $97 \pm 3\%$, солнечной радиации с интенсивностью УФ-части света 420 Вт/м^2 при 60°C , а также соляного тумана — 3%-иго раствора хлорида натрия и диоксида серы концентрацией $5 \pm 0,5 \text{ мг/м}^3$ при $35 \pm 2^\circ\text{C}$. Режимы ускоренных испытаний лакокрасочных покрытий имитируют: открытую сельскую и промышленную атмосферу; сочетание атмосферных условий промышленной и приморской областей; испытание покрытий под навесом и внутри неотапливаемых помещений. Каждый цикл продолжается 24 ч.

Материалы, приборы, оборудование — см. работу № 47 вариант 1 (материалы) и работы № 47, 69, 73, 78—80 (приборы).

**Вариант 1. Испытание покрытий ускоренным методом,
имитирующим открытую сельскую атмосферу**

Образцы (не менее 6) комплексного покрытия грунтовкой ВКФ-093 и эмалью МЛ-197 получают, как указано в варианте 1 работы № 47. После отверждения покрытия образцы перед испытанием выдерживают при комнатной температуре 2 ч. Затем измеряют блеск покрытия на приборе ФБ-2 (см. вариант 1 работы № 60) и определяют толщину пленки прибором ИТП-1 (см. вариант 3 работы № 46).

Подготовка к испытанию. Аппаратуру к испытанию готовят в соответствии с работой № 69 (гидростат Г-4), работой № 79 (аппарат искусственной погоды ИП-1-3), работой № 71 вариант 2 и работой № 73 (камера с диоксидом серы).

Ход определения. Покрытия эмалью МЛ-197 испытывают следующим образом. Шесть пластин с покрытием загружают в гидростат Г-4 (см. работу № 69) и выдерживают при температуре $40 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности $97 \pm 3\%$ в течение 6 ч. Затем обогрев гидростата прекращают и выдерживают образцы при комнатной температуре и относительной влажности $97 \pm 3\%$ в течение 2 ч. После этого образцы переносят в камеру холода, где выдерживают 3 ч при температуре $-45 \pm 3^\circ\text{C}$, а затем 7 ч в аппарате искусственной погоды ИП-1-3 при 60°C и интенсивности световой радиации 420 Вт/м^2 . После этого образцы выдерживают 6 ч при $15-30^\circ\text{C}$ и относительной влажности 80%. Продолжительность перемещения образцов покрытий из одной камеры в другую не должна превышать 5 мин. Испытания продолжаются в течение 240 ч — 10 циклов. Осмотр проводится через 24, 72, 120 и 240 ч. При осмотре покрытий фиксируют: внешний вид покрытия (визуально); изменение блеска на приборе ФБ-2 (см. вариант 1 работы № 60); цвет (см. вариант 2 работы

№ 59); меление (см. вариант 2 работы № 61); наличие пузырей (см. работу № 75) и трещин (см. работу № 76); коррозию металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты испытаний покрытий записывают в журнал в виде таблицы

№ пластины	Покрытие	Продолжительность испытания, циклы	Цвет (визуально)	Блеск, %	Меление, баллы	Пузыри, баллы	Растрескивание, баллы	Коррозия металла, баллы	Внешний вид покрытия (визуально)

Вариант 2. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим открытую промышленную атмосферу

Подготовка к испытанию образцов с покрытием эмалью МЛ-197 и ободурования проводится по варианту 1 настоящей работы.

Ход определения. Испытание образцов покрытий эмалью МЛ-197 проводится по режиму, приведенному в следующей таблице:

Продолжительность испытания, ч	Гидростат Г-4		Камера холода, температура, °С	Аппарат ИП-1-3			Камера с диоксидом серы			Помещение (комнатные условия)	
	температура, °С	относительная влажность, %		температура, °С	относительная влажность, %	поверхностная плотность потока солнечной радиации, Вт/м ²	температура, °С	влажность, %	концентрация SO ₂ , мг/м ³	температура, °С	относительная влажность, %
4	40±2	97±3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2	20±2	97±3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2	—	—	—	—	—	—	40±2	97±3	5±1	—	—
3	—	—	-45±5	—	—	—	—	—	—	—	—
7	—	—	—	60±3	—	420	—	—	—	—	—
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	15-30	80

Последовательность внесения образцов в испытательное оборудование: гидростат Г-4; камера холода; аппарат ИП-1-3; камера для испытания в среде SO_2 ; комнатные условия. Продолжительность перемещения образцов из одной камеры в другую не должна превышать 5 мин; испытания продолжаются 240 ч — 10 циклов (один цикл составляет 24 ч).

При осмотре образцов определяют: внешний вид покрытия — визуально с помощью лупы 4(X); цвет (см. вариант 2 работы № 59); блеск (см. вариант 1 работы № 60); меление (см. вариант 2 работы № 61); наличие пузырей (см. работу № 75) и растрескивания (см. работу № 76); коррозию металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты осмотра состояния покрытий записывают в журнал в виде таблицы, составленной по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

Вариант 3. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим непродолжительное воздействие температуры, влажности и солнечного излучения

Подготовка к испытанию. Подготовку образцов покрытий эмалью МЛ-197 и оборудования проводят по варианту 1 настоящей работы.

Ход определения. Покрытия эмалью МЛ-197 испытывают на 6 образцах; испытание проводят по режиму, приведенному в таблице.

Последовательность перемещения образцов: гидростат Г-4; аппарат искусственной погоды ИП-1-3; комнатные условия. Продолжительность перемещения образцов из одной камеры в другую не должна превышать 5 мин.

Испытания продолжаются 10 циклов (240 ч); каждый цикл составляет 24 ч. Осмотр покрытий проводят через 1, 3, 5 и 10 циклов.

Продолжительность испытаний, ч	Гидростат Г-4		Аппарат ИП-1-3			Помещение (комнатные условия)	
	температура, °C	относительная влажность, %	температура, °C	относительная влажность, %	поверхностная плотность солнечной радиации, Вт/м ²	температура, °C	относительная влажность, %
1	40	100	60	не нормируется	420	—	—
2	20	100	—	—	—	—	—
2	—	—	60	не нормируется	420	—	—
19	—	—	—	—	—	20±2	≤65

Определяют: внешний вид покрытия (визуально); цвет (см. вариант 2 работы № 59); блеск (см. вариант 1 работы № 60); меление (см. вариант 2 работы № 61), наличие пузырей (см. работу № 75) и трещин (см. работу № 76); коррозию металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы, составленной по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

Вариант 4. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия неотапливаемых помещений и под навесом

Подготовка к испытанию Получение образцов покрытий эмалью МЛ-197 и подготовку аппаратуры — см. вариант 1 настоящей работы.

Ход определения. Испытанию подвергают 6 образцов. Испытание проводится следующим образом: образцы помещают в гидростат Г-4 при $40 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха $97 \pm 3\%$ и выдерживают при этих условиях 6 ч; затем обогрев гидростата выключают и образцы выдерживают 2 ч при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности $97 \pm 3\%$. После этого образцы переносят в камеру холода и испытывают в течение 3 ч при $-45 \pm 3^\circ\text{C}$, а затем помещают в термостат и выдерживают при $60 \pm 3^\circ\text{C}$ в течение 7 ч. После выдержки в термостате вынимают образцы и оставляют в помещении при комнатной температуре ($15 - 30^\circ\text{C}$) и относительной влажности не более 80 %.

Перемещение образцов из одной камеры в другую осуществляется за 5 мин. Испытания продолжают 10 циклов (240 ч); один цикл составляет 24 ч.

Покрытия осматривают через 1, 3, 5 и 10 циклов. При этом фиксируют: внешний вид покрытия (визуально); цвет (см. вариант 2 работы № 59); блеск (см. вариант 1 работы № 60); меление (см. вариант 1 работы № 61); наличие пузырей (см. работу № 75) и трещин (см. работу № 76); коррозию металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты испытаний покрытий эмалью МЛ-197 записывают в журнал в виде таблицы, составленной по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

РАБОТА № 83. ИСПЫТАНИЕ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ УСКОРЕННЫМИ МЕТОДАМИ, ИМИТИРУЮЩИМИ ТРОПИЧЕСКИЙ КЛИМАТ

Метод заключается в циклическом воздействии на покрытие повышенной температуры ($55 \pm 2^\circ\text{C}$) и относительной влажности воздуха $97 \pm 3\%$, солнечной радиации с поверхностной плотностью потока 420 Вт/м^2 при 60°C , а также соляного тумана — 3 %-ного раствора хлорида натрия при $35 \pm 2^\circ\text{C}$ и диоксида серы концентрацией $5 \pm 0,5 \text{ мг/м}^3$ при $35 \pm 2^\circ\text{C}$.

Режимы ускоренных испытаний покрытий имитируют: условия

промышленной атмосферы влажного тропического климата и при-морского климата, морского климата, условия закрытых помещений с естественной вентиляцией, палаток, навеса; условия неотапливаемых и невентилируемых помещений; условия отапливаемых и неотапливаемых помещений с принудительной вентиляцией.

Материалы, приборы, оборудование — см. вариант 2 работы № 47 (материалы) и работы №№ 47, 69, 78–80 (приборы и оборудование).

Вариант 1. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия промышленной атмосферы влажного тропического климата

Подготовка к испытанию. Образцы комплексных покрытий грунтовой В-КФ-093 и эмалью МЛ-1110 (не менее 6) получают, как приведено в варианте 2 работы № 47. После отверждения покрытия образцы перед испытанием выдерживают при комнатной температуре 2 ч. Затем определяют толщину покрытия прибором ИТП-1 (см. вариант 3 работы № 46) и замеряют блеск пленки (см. работу № 60).

Подготовку аппаратуры к испытанию осуществляют следующим образом: гидростат Г-4 (см. работу № 69), аппарат искусственной погоды ИП-1-3 (см. работу № 79), камеру солевого тумана (см. вариант 2 работы № 71), камеру для испытания в среде диоксида серы (см. работу № 73).

Ход определения. Испытание комплексного покрытия эмалью МЛ-1110 проводят следующим образом. Шесть образцов загружают в гидростат Г-4, в котором поддерживается температура $55 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительная влажность воздуха $98 \pm 2\%$ и выдерживаются в этих условиях 8 ч. По истечении этого времени отключается обогрев гидростата и образцы выдерживают в нем при $20 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности $98 \pm 2\%$ в течение 2 ч. Затем образцы за время не более 5 мин переносят в аппарат искусственной погоды и испытывают в нем по циклу "3-17" (см. работу № 79) при $60 \pm 2^\circ\text{C}$ и облучении электродуговыми и ртутно-кварцевыми лампами с поверхностной плотностью потока солнечной радиации 420 Вт/м^2 в течение 10 ч. После этого образцы за время не более 5 мин переносят в камеру с диоксидом серы концентрацией SO_2 $5 \pm 0,5 \text{ мг/м}^3$ и выдерживают в ней 2 ч. Затем образцы в течение 2 ч оставляют в комнатных условиях при $15\text{--}30^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха не более 80 %.

Испытание проводят в течение 240 ч, что составляет 10 циклов. Покрытия осматривают через 24, 72, 120 и 240 ч, т.е. через 1, 3, 5 и 10 циклов. При этом фиксируют: внешний вид покрытия (визуально); цвет (см. вариант работы № 59), блеск по прибору ФБ-2 (см. вариант 1 работы № 60); меление (см. вариант 2 работы № 61); наличие лузрей (см. работу № 75) и трещин (см. работу № 76); коррозию металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты испытания покрытий записывают в журнал в виде таблицы

№ пласти- ны	Цвет, баллы					Блеск, %					Меле- ние, бал- лы	Пузы- ри, бал- лы	Растрес- кива- ние, баллы	Внешний вид по- крытия (визу- ально)	
	ис- ход- ный	после испыта- ния, циклы				ис- ход- ный	после испыта- ния, циклы								
		1	3	5	10		1	3	5	10					

Изменение блеска и цвета покрытия представляют в форме графиков: на оси ординат наносят соответственно потерю блеска (%) и изменение цвета (баллы), а на оси абсцисс — продолжительность испытания (циклы).

Вариант 2. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия сочетания промышленной и приморской атмосферы

Подготовка к испытанию образцов покрытий эмалью МЛ-1110 и аппаратуры проводится, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Перед испытанием измеряют блеск покрытия и определяют его цвет.

Ход определения. Испытание образцов покрытий эмалью МЛ-1110 проводят по циклическому режиму, приведенному в таблице. (Последовательность испытаний в различных камерах соответствует графе 1 таблицы.) Перемещение образцов из одного аппарата в другой осуществляется за время не более 5 мин.

Осмотр образцов проводят после 1, 3, 5 и 10 циклов (24, 72, 120 и 240 ч). При этом определяют: внешний вид покрытия (визуально); цвет (см. вариант 2 работы № 59); блеск (см. вариант 1 работы № 60);

Продолжительность испытания, ч	Гидростат Г-4		Аппарат искусственной погоды ИП-1-3		
	температура, °С	относительная влажность, %	температура, °С	влажность, %	поверхностная плотность потока солнечной радиации, Вт/м ²
5	55±2	98±2	—	—	—
3	20±2	98±2	—	—	—
2	—	—	—	—	—
10	—	—	60±2	98±2	420
2	—	—	—	—	—
2	—	—	—	—	—

Продолжительность испытания, ч	Камера солевого тумана			Камера с диоксидом серы			Помещение	
	температура, °C	влажность, %	солевой туман (NaCl), %	температура, °C	влажность, %	содержание SO ₂ , мг/м ³	температура, °C	относительная влажность, %
5	—	—	—	—	—	—	—	—
3	—	—	—	—	—	—	—	—
2	—	—	—	35±2	98±2	5±0,5	—	—
10	—	—	—	—	—	—	—	—
2	35±2	98±2	3	—	—	—	—	—
2	—	—	—	—	—	—	15–30	80

наличие пузырей (см. работу № 75) и трещин (см. работу № 76); коррозию металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты испытаний и осмотра состояния поверхности покрытия записывают в журнал в виде таблицы, составленной по форме, которая приведена в варианте 1 настоящей работы.

Строят графики зависимости изменения блеска и цвета покрытий от продолжительности испытаний: на оси ординат соответственно наносят потерю блеска (%) и изменение цвета (баллы), а на оси абсцисс — продолжительность (в часах или циклах).

Вариант 3. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия морского климата и транспортировку морем

Подготовка к испытанию. Подготовку образцов покрытий эмалью МЛ-1110 и аппаратуру к испытанию проводят, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Испытание образцов покрытий эмалью МЛ-1110 проводят по циклическому режиму, приведенному в таблице

Продолжительность, ч	Гидростат Г-4		Аппарат искусственной погоды ИП-1-3		
	температура, °C	влажность, %	температура, °C	влажность, %	поверхностная плотность потока солнечной радиации, Вт/м ²
5	55±2	98±2	—	—	—
3	20±2	98±2	—	—	—
4	—	—	—	—	—
10	—	—	60±2	98±2	420
2	—	—	—	—	—

Продолжительность, ч	Камера солевого тумана			Термостат	Помещение	
	температура, °C	влажность, %	солевой туман (NaCl), %		температура, °C	относительная влажность, %
5	—	—	—	—	—	—
3	—	—	—	—	—	—
4	35±2	98±2	3	—	—	—
10	—	—	—	—	—	—
2	—	—	—	—	15–30	≤ 80

Последовательность испытаний указана в графе 1. Продолжительность перемещения образцов покрытий из одного аппарата в другой не должна превышать 5 мин.

Испытания покрытий эмалью МЛ-1110 после 1, 3, 5 и 10 циклов проводят аналогично, как приведено в варианте 1 настоящей работы.

Расчет. Результаты испытаний покрытий записывают в журнал в виде таблицы, составленной по форме, описанной в варианте 1 настоящей работы.

Строят графики зависимости блеска и цвета от продолжительности испытаний, откладывая на оси ординат соответственно потерю блеска в процессе испытаний (в %) и цвет в баллах, а на оси абсцисс — продолжительность испытаний (в часах или циклах).

Вариант 4. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия закрытых помещений с естественной вентиляцией, в палатках, под навесом

Подготовка к испытанию образцов покрытий эмалью МЛ-1110 и аппаратуры к испытанию проводится, как указано в варианте 1 настоящей работы. Перед испытанием определяют цвет и блеск покрытия.

Ход определения. Испытания покрытий эмалью МЛ-1110 проводят по режиму, приведенному в таблице:

Продолжительность испытаний, ч	Гидростат Г-4		Термостат	Помещение	
	температура, °C	относительная влажность, %		температура, °C	влажность, %
5	55±2	98±2	—	—	—
2	20±2	98±2	—	—	—
10	—	—	60±2	—	—
2	—	—	—	15–30	≤ 80

Последовательность проведения испытаний: гидростат Г-4, термостат, помещение; перенос образца из аппарата в аппарат должен осуществляться за время не более 5 мин. Осмотр покрытий производят после 1, 3, 5 и 10 циклов (24, 72, 120 и 240 ч). При этом определяют следующие показатели: внешний вид покрытия (визуально); блеск на приборе ФБ-2 (см. вариант 1 работы № 60); цвет (см. вариант 2 работы № 59); наличие пузырей (см. работу № 75); трещин (см. работу № 76) и коррозии металла под пленкой (визуально).

Расчет. Результаты испытаний записывают в журнал в виде таблицы, составленной по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

Строят графики зависимости блеска и цвета покрытий от продолжительности испытаний во времени: на оси ординат откладывают соответственно потерю блеска (в %) и изменение цвета (в баллах), а на оси абсцисс — продолжительность испытаний (в часах или циклах).

Вариант 5. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия неотапливаемых и невентилируемых помещений

Подготовка к испытанию образцов и аппаратуры проводится, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Покрытия эмалью МЛ-1110 испытывают по режиму, приведенному в таблице:

Продолжительность испытаний, ч	Гидростат Г-4		Термостат	Помещение	
	температура, °С	влажность, %	температура, °С	температура, °С	влажность, %
5	55±2	98±2	—	—	—
5	20±2	98±2	—	—	—
10	—	—	60±2	—	—
4	—	—	—	15—30	80

Последовательность испытаний приведена в графе "продолжительность испытания". Перенос образцов из одного аппарата в другой осуществляется за время не более 5 мин. Продолжительность испытаний составляет 240 ч (10 циклов).

Испытания производят после 1, 3, 5 и 10 циклов. При этом определяют следующие показатели: внешний вид покрытия (визуально); блеск по прибору ФБ-2 (см. вариант 1 работы № 60); цвет (см. вариант 2 работы № 59); наличие пузырей (см. работу № 75).

Расчет. Результаты испытания покрытий эмалью МЛ-1110 записывают в журнал в виде таблицы, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

Вариант 6. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим условия отапливаемых и неотапливаемых помещений с принудительной вентиляцией

Подготовка к испытанию образцов покрытий эмалью МЛ-1110 и аппаратуры проводится, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Шесть образцов комплексных покрытий грунтовой В-КФ-093 и эмалью МЛ-1110 испытывают по режиму, приведенному в таблице

Продолжительность испытаний, ч	Гидростат Г-4		Термостат	Помещение	
	температура, °С	влажность, %	температура, °С	температура, °С	влажность, %
5	55±2	98±2	—	—	—
5	20±2	98±2	—	—	—
10	—	—	60±2	—	—
4	—	—	—	15–30	≤ 80

Испытания циклические; каждый цикл составляет 24 ч с последующим воздействием на покрытие приведенных выше факторов. Испытания продолжаются 10 циклов (240 ч). После 1, 3, 5 и 10 циклов образцы испытывают на определение блеска (см. вариант 1 работы № 60); цвета (см. вариант 2 работы № 59); наличие пузырей (см. работу № 75); коррозии металла под пленкой (визуально); кроме того, производится осмотр внешнего вида (состояние) покрытия — визуально с использованием лупы 4(X).

Расчет. Результаты испытаний записывают в таблицу, составленную по форме, приведенной в варианте 1 настоящей работы.

РАБОТА № 84. ИСПЫТАНИЕ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ УСКОРЕННЫМИ МЕТОДАМИ, ИМИТИРУЮЩИМИ УСЛОВИЯ ДАЛЬНЕГО СЕВЕРА

Методы заключаются в циклическом воздействии температуры $40 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха $97 \pm 3\%$, солнечной радиации с поверхностной плотностью потока радиации 420 Вт/м^2 , минусовых температур ($-15 \pm 3^\circ\text{C}$ и -60°C), а также отрицательных температур в сочетании с воздействием пресной и морской воды.

Режимы ускоренных испытаний лакокрасочных покрытий имитируют: атмосферные условия и атмосферные условия без воздействия солнечной радиации (под навесом), резкую смену отрицательных и положительных температур; воздействие отрицательных температур в сочетании с пресной и морской водой.

Материалы, приборы, оборудование — см. работу № 47, вариант 3 (материалы) и работы №№ 47, 69, 73, 78–80 (приборы и оборудование).

Вариант 1. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим атмосферные условия Дальнего Севера

Подготовка к испытанию. Образцы (не менее 6) комплексного покрытия грунтовкой ФЛ-03К и эмалью ПФ-115 получают способом, приведенным в варианте 3 работы № 47. После отверждения покрытия образцы выдерживают перед испытанием при комнатной температуре в течение 2 ч. Затем измеряют блеск покрытия (см. работу № 60) и толщину пленки (см. вариант 3 работы № 46).

Затем подготавливают аппаратуру к испытанию: гидростат Г-4 (см. работу № 69); холодильную камеру (см. работу № 80); аппарат искусственной погоды ИП-1-3 (см. работу № 79).

Ход определения. Испытания покрытий эмалью ПФ-115 проводят следующим образом. Образцы с покрытием (не менее 6) загружают в гидростат Г-4 (см. работу № 69) и выдерживают при $40 \pm 2^\circ \text{C}$ и относительной влажности воздуха $97 \pm 3\%$ в течение 2 ч; после этого выключают обогрев гидростата и выдерживают образцы при $20 \pm 2^\circ \text{C}$ и влажности воздуха $97 \pm 3\%$ еще 2 ч. После этого образцы помещают в холодильную камеру и выдерживают 6 ч при $-30 \pm 3^\circ \text{C}$ и относительной влажности 100 %. Затем образцы помещают на 5 ч в аппарат искусственной погоды ИП-1-3, обеспечивающий поверхностью плотность потока солнечной радиации 420 Вт/м^2 и вновь переносят в камеру холода, выдерживая в ней 3 ч при температуре -60°C . После пребывания покрытий при этой температуре проверяют адгезионную прочность покрытия методом решетчатого надреза (см. работу № 58, вариант 1) непосредственно в камере холода, либо после извлечения образцов из нее. Во втором случае адгезионная прочность покрытия должна быть проверена не позднее, чем через 20–25с после извлечения образцов из холодильной камеры. Затем покрытия в течение 6 ч выдерживают в помещении при $15-30^\circ \text{C}$ и относительной влажности воздуха не более 80 %.

Проводят 10 циклов испытаний (один цикл составляет 24 ч). После 1, 3, 5 и 10 циклов определяют следующие показатели: адгезионную прочность пленки, прочность при ударе (см. работу № 55); цвет покрытия (см. вариант 2 работы № 59); блеск пленки (см. вариант 1 работы № 60); наличие пузырей (см. работу № 75) и трещин (см. работу № 76), коррозии металла под пленкой (визуально); кроме того, оценивают внешний вид (состояние) покрытия — визуально, с использованием лупы 4(Х).

Результаты испытаний записывают в таблицу

Строят графики зависимости блеска, адгезионной прочности и прочности покрытия при ударе от продолжительности испытания, откладывая на оси ординат соответственно блеск (в %); адгезионную прочность (в баллах) и прочность пленки при ударе (в Н · см), а на оси абсцисс — продолжительность испытания (в часах).

№ образца	Покры- тие	Адгезионная прочность, балл				Прочность пленки при ударе, Н · см					
		исходная	после испытания, циклы				исходная	после испытания, циклы			
			1	3	5	10		1	3	5	10

№ образ-ца	Цвет, баллы				Блеск, %				Пузы-ри, бал-лы	Рас-трес-ки-ва-ние , баллы	Внешний вид по-крытия (визу-ально)		
	* исход-ный	после испытания, циклы				исход-ный	после испытания, циклы						
		1	3	5	10		1	3				5	10

Вариант 2. Испытание покрытий ускоренным методом, имитирующим атмосферные условия без воздействия солнечной радиации и осадков (под невесом)

Подготовка к испытанию образцов покрытий эмалью ПФ-115 и аппаратуры производится, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Образцы покрытий (не менее 6) помещают в камеру влажности (гидростат Г-4) и выдерживают 2 ч при $40 \pm 2^\circ \text{C}$ и относительной влажности $97 \pm 3\%$, а затем при выключенном гидростате дополнительно 2 ч при $20 \pm 2^\circ \text{C}$ и относительной влажности $97 \pm 3\%$. Затем образцы переносят в холодильную камеру, где испытывают в течение 6 ч при $-30 \pm 3^\circ \text{C}$. Сразу же после этого образцы переносят в термостат, где их выдерживают 5 ч при 60°C и тотчас подают в холодильную камеру, где их выдерживают 3 ч при температуре $\pm 60^\circ \text{C}$. Затем образцы покрытий в течение 6 ч выдерживают в помещении при $15-30^\circ \text{C}$ и относительной влажности воздуха не более 80 %. Проводят 10 циклов испытаний (один цикл составляет 24 ч).

После 1, 3, 5 и 10 циклов определяют: адгезионную прочность покрытия методом решетчатых надрезов (вариант 1 работы № 58); прочность покрытия при ударе (см. работу № 55); блеск (см. вариант 1 работы № 60); наличие пузырей (см. работу № 75), трещин (см. работу № 76), коррозии (визуально). Кроме того, производится осмотр внешнего вида (состояния) покрытия — визуально, с помощью лупы 4(Х).

Расчет. Результаты испытаний оформляют в виде таблицы (см. вариант 1 настоящей работы).

Строят графики зависимости адгезионной прочности A_p , прочности покрытий при ударе P_y и блеска покрытия B от продолжительности испытаний, откладывая на оси ординат значения A_p (в баллах), P_y (в Н·см) и B (в %), а на оси абсцисс — продолжительность испытания t (в часах).

Вариант 3. Испытание покрытий на воздействие резкой смены отрицательных и положительных температур

Подготовка к испытанию образцов покрытий эмалью ПФ-115 и аппаратуры к испытанию проводят, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. Образцы покрытий помещают в холодильную камеру и выдерживают при температуре -60°C в течение 2 ч, а затем при комнатной температуре ($15-30^\circ\text{C}$) — 2 ч. Продолжительность испытания — 10 циклов (1 цикл — 4 ч). После 1, 3, 5 и 10 циклов определяют следующие показатели: адгезионную прочность покрытия методом решетчатого надреза (см. вариант 1 работы № 58); прочность пленки при ударе на приборе У-1 или У-1А (см. работу № 55) и растрескивание (см. работу № 76); кроме того, оценивают состояние поверхности покрытия — визуально, с использованием лупы 4(X).

Расчет. В журнал записывают состояние поверхности покрытия после 1, 3, 5 и 10 циклов испытаний. Данные, полученные по определению адгезионной прочности A_p (в баллах), прочности пленки при ударе P_n (в Н·см), показателя растрескивания P (в баллах) выражают графически, откладывая на оси ординат соответственно показатели A_p , P_y и P , а на оси абсцисс — продолжительность испытания t (в часах).

Вариант 4. Испытание покрытий на воздействие отрицательных температур и морской воды (или пресной воды)

Подготовка к испытанию образцов покрытий эмалью ПФ-115 и аппаратуры к испытанию проводится, как указано в варианте 1 настоящей работы.

Ход определения. В фарфоровую емкость, заполненную 3 %-ным раствором хлорида натрия, помещают образцы покрытий таким образом, чтобы слой раствора покрывал образцы, а расстояние между образцами и от образца до стенки емкости составляло не менее 10 мм. Емкость с образцами выдерживают при $20 \pm 3^\circ\text{C}$ в течение 16 ч, а затем переиосят в холодильную камеру и испытывают в течение 8 ч при температуре $-15 \pm 3^\circ\text{C}$. Проводят 7 циклов испытаний (1 цикл — 24 ч). После 1, 3, 5 и 7 циклов осматривают внешний вид покрытия и определяют следующие показатели: блеск (см. работу № 60); адгезионную прочность покрытия методом решетчатых надрезов (см. вариант 1 работы № 58); прочность покрытия при ударе (см. работу № 55); нали-

чие растрескивания (см. работу № 76) и пузырей (см. работу № 76), коррозии металла под пленкой (визуально).

Расчет. В журнал записывают внешний вид (состояние) покрытия после 1, 3, 5 и 7 циклов испытания, осматривая поверхность покрытия с помощью лупы 4(X).

Результаты определения блеска B , адгезии A_p , прочности пленки при ударе P_y в зависимости от продолжительности испытаний выражают графически, откладывая на оси ординат B (в %), A_p (в баллах), P_y (в Н · см), а на оси абсцисс — число циклов $T_{ц}$.

Количественную оценку пузырей P рассчитывают, как указано в работе № 75, а показатель растрескивания P — в работе № 76.

РАБОТА № 85. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АТМОСФЕРОСТОЙКОСТИ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ПО ОБОБЩЕННОЙ ОЦЕНКЕ СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПОКРЫТИЙ

При количественной оценке атмосферостойкости покрытий учитываются следующие виды разрушений: блеск (Б); цвет (Ц); грязеудержание (Г); меление (М); пузыри (П); отслаивание пленки от подложки (С); растрескивание (Р); коррозию металла (К). При этом учитывают относительные оценки соответствующих разрушений и относительную оценку по размерам разрушения (JР).

Материалы см. работу № 47, вариант 2.

Приборы и оборудование — см. работы № 46, 47, 59—61, 69, 71, 73, 75, 76, 79.

Подготовка к испытанию. Образцы покрытий из грунтовки В-КФ-093 и эмали МЛ-1110 получают, как описано в варианте 2 работы № 47. Подготавливают 6 образцов комплексных покрытий. После высушивания покрытий образцы перед испытанием выдерживают при комнатной температуре в течение 2 ч. Затем определяют толщину покрытия прибором ИТП-1 (см. вариант 3 работы № 46) и измеряют блеск пленки на приборе ФБ-2 (см. вариант 1 работы № 60).

Аппаратуру к испытанию готовят в соответствии с работой № 69 (гидростат Г-4); работой № 79 (аппарат искусственной погоды ИП-1-3), работой № 71 (камера солевого тумана); работой № 73 (камера испытания в среде диоксида серы).

Ход определения. Образцы покрытий эмалью МЛ-1110 испытывают по ускоренному методу, имитирующему условия промышленной атмосферы влажного тропического климата (см. вариант 1 работы 83). Визуально оценивают состояние покрытия с помощью лупы 4(X); определяют показатели декоративных свойств покрытий (цвета, блеска, грязеудержания, меления), как описано в работе № 63. Показатели антикоррозионных свойств покрытий (пузыри, растрескивание, отслаивание, коррозию металла под пленкой) определяют, как описано в работе № 79.

Расчет. Оценку видов разрушения декоративных свойств покрытий проводят как указано в работе № 63, а видов разрушения по площади

и размерам разрушения, как указано в работе № 79 (см. табл. 7.1 и 7.2).

Для учета в обобщенной оценке влияния отдельных видов разрушения покрытий при эксплуатации в атмосферных условиях установленные коэффициенты весомости (X):

Вид разрушения, баллы	X
Изменение блеска Б*	0,25
Изменение цвета Ц	0,25
Грязеудержание Г	0,25
Меление М	0,23
Растрескивание Р	0,2
Отслаивание С	0,15
Образование пузырей П	0,1
Коррозия металла К	0,4

*В процентах.

В табл. 8.1 приведены относительные оценки изменения свойств покрытий в зависимости от балла.

Обобщенную оценку атмосферостойкости покрытий рассчитывают с учетом коэффициента весомости в соответствии с данными табл. 8.1 (см. работы №№ 63 и 79). Показатель отсутствующего вида разрушения принимают равным единице.

Таблица 8.1

Балл	Относительная оценка a		Относительная оценка по размеру разрушения $a_{ЛР}$
	по изменению декоративных свойств покрытий	по изменению антикоррозионных свойств покрытий	
1	1	1	1
2	0,7	0,8	0,7
3	0,5	0,4	0,5
4	0,1	0,2	0,1
5	0	0	0

ГЛАВА 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕХНИЧЕСКОГО УРОВНЯ ЛАКОКРАСОЧНОЙ ПРОДУКЦИИ

РАБОТА № 86. СОСТАВЛЕНИЕ КАРТЫ ТЕХНИЧЕСКОГО УРОВНЯ НА ЭМАЛЬ ИЦ-25 ДЛЯ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ НА АТТЕСТАЦИЮ ПО ВЫСШЕЙ КАТЕГОРИИ КАЧЕСТВА

Материалы

Эмаль ИЦ-25 — суспензия суховальцованной пасты пигмента в растворе нитрата целлюлозы, смолы и пластификатора в смеси органических растворителей. Растворитель № 646.

Приборы и оборудование — см. работы №№ 1, 26, 29, 32, 48, 50, 51.

Подготовка к испытанию. Пластины из листовой стали марки 08кп подготавливают, как указано в варианте 1 работы № 37.

Эмаль НЦ-25 разбавляют растворителем № 646 до рабочей вязкости 20–25 с по вискозиметру ВЗ-246 (соплю 4 мм), фильтруют через сито с сеткой № 008-01 и наносят методом пневматического распыления с помощью краскораспылителя КРУ-1 (см. работу № 41, вариант 1). Отверждают эмаль при 20 ± 2 °С в течение 3 ч.

Перед испытанием пластины с покрытием эмалью НЦ-25 выдерживают при комнатной температуре в течение 120 ч.

Ход определения. Характеристики покрытий определяют по методикам, приведенным в следующих работах:

исходная и рабочая вязкость — см. вариант 1 работы № 37;

Содержание нелетучих веществ в эмали — см. работу № 29;

Продолжительность высыхания эмали — см. вариант 1 работы № 48;

степень перетира — см. работу № 32.

Кислое число — см. вариант 1 работы № 1.

Твердость покрытия — см. работу № 50;

Эластичность пленки при изгибе — см. вариант 1 работы № 51;

Цвет покрытия см. вариант 2 работы № 59.

Блеск покрытия — см. работу № 60.

Затем составляют карту технического уровня и качества продукции по следующей форме:

Показатель	Значение показателя по ГОСТу	Значение показателя образца			
		базового	перспективного	отечественного аналога	зарубежного аналога

Показатели назначения

Исходная вязкость, с
Содержание нелетучих веществ, %
Условная вязкость, с
Продолжительность высыхания при 20 ± 2 °С до степени 3, 4, не более
Степень перетира, мкм не более
Кислое число, мг КОН/г, не более

Показатели физико-механических свойств пленки

Твердость пленки по маятниковому прибору, усл. ед.
Эластичность пленки при изгибе, мм

Показатель	Значение показателя по ГОСТу	Значение показателя образца			
		базового	перспективного	отечественного аналога	зарубежного аналога

Показатели сохранности

Гарантийный срок хранения, годы

Эстетические показатели

Цвет по картотеке цветов, (№) или по эталону

Внешний вид пленки, визуальное

Блеск пленки, %

Патентно-правовые показатели

Патентная чистота

Показатель патентной защиты

Оформление результатов. Показатели качества по ГОСТ вносят в приведенную выше таблицу в соответствии с показателями ГОСТа 5406—84 "Материалы лакокрасочные. Нитроцеллюлозная эмаль НЦ-25"; а данные по отечественному и зарубежному аналогам — табл. 9.1.

Показатели качества продукции (КП) по отношению продукции на основе отечественного и зарубежного аналогов рассчитывают по формулам:

$$КП_1 = \frac{P_i}{P_{ист}}; \quad КП_2 = \frac{P_{ист}}{P_i},$$

где $КП_1$ и $КП_2$ — показатели качества соответственно в тех случаях, когда улучшение качества продукции определяется увеличением или уменьшением значения единичного показателя.

P_i — значение единичного показателя продукции;

$P_{ист}$ — значение единичного показателя эталона.

При аттестации продукции на Высшую категорию качества $КП \geq 1$.

Таблица 9.1. Результаты испытаний эмали НЦ-25 ЛНПО "Пигмент" и эмали Неолин 7401 фирмы "Катрин хромос" (СФРЮ)

Показатель	Эмаль НЦ-25	Эмаль Неолин 7401
Исходная вязкость, с	45—70	13,2
Содержание нелетучих веществ, %	33—40	38,5
Рабочая вязкость, с	20—25	—
Продолжительность высыхания при 20±2 °С до степени 3, 4, не более	1	1
Степень перетира, мкм	15	15
Кислотное число, мг КОН/г	1,5	2
Укрывистость, г/м ²	95	100
Твердость, усл. ед	0,45	0,45
Эластичность при изгибе, мм	3	3
Гарантийный срок хранения, годы	1	1
Цвет	Белый	
Блеск, %	50	46
Внешний вид пленки	Гладкая, однородная, без посторонних включений	Гладкая, однородная, без морщин и посторонних включений

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Лакокрасочные материалы. Технические требования и контроль качества / Справочное пособие. М.: Химия, 1984. 352 с.
2. Методы анализа лакокрасочных материалов / Справочное пособие. М.: Химия, 1974. 460 с.
3. Сорокин М.Ф., Лялюшко К.А. Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. М.: Химия, 1971. 246 с.
4. Новые методы исследования полимеров. М.: Мир, 1968. 374 с.
5. Горловский И.А., Бочарова А.М., Суворова В.Д. Лабораторный практикум по химии и технологии пигментов. Л.: Химия, 1978. 223 с.
6. Багажков С.Г., Суханова Н.А. Практикум по технологии лакокрасочных покрытий. М.: Химия, 1982. 240 с.
7. Яковлев А.Д. Порошковые краски. Л.: Химия, 1987. 216 с.
8. Карякина М.И., Попцов В.Е. Технология полимерных покрытий. М.: Химия, 1983. 335 с.
9. Карякина М.И. Испытания лакокрасочных материалов и покрытий. М.: Химия, 1988. 265 с.
10. Лакокрасочные материалы. Технические требования и контроль качества. Справочное пособие. М.: Химия, 1983. 336 с.
11. Санжаровский А.Т. Физико-механические свойства полимерных и лакокрасочных покрытий. М.: Химия, 1978. 182 с.
12. Карякина М.И. Физико-химические основы процессов формирования и старения покрытий. М.: Химия, 1980. 216 с.
13. Розенфельд И.Л., Рубинштейн Ф.И., Жигалова К.А. М.: Химия, 1987. 223 с.

**Общие требования по технике безопасности при работе
с лакокрасочными материалами в лабораторных условиях**

1. Лаборатория для проведения практических работ по химическому и физико-химическому анализу смол, растворителей, пигментов и испытанию лакокрасочных материалов и покрытий на их основе должна быть оснащена приточно-вытяжной вентиляцией с вытяжными шкафами и местными отсосами. Все работы для испытания и нанесения лакокрасочных материалов, при которых происходит выделение ядовитых газов и паров следует проводить только в вытяжном шкафу.

2. Лаборатория должна быть обеспечена средствами тушения пожаров: пенными огнетушителями марки ОП-5, углекислотными огнетушителями марок ОУ-2 и ОУ-5, асбестовой кошмой, песком и т.д.

3. Работающие должны быть обеспечены рабочей одеждой (халатами) и предохранительными очками.

4. При проведении лабораторных работ следует:
проработать конкретные технические условия или ГОСТы на лакокрасочные продукты, с которыми надлежит работать, так как в них описаны индивидуальные средства защиты и средства тушения пожаров (перечень ТУ и ГОСТов приведен в приложении 2);

особую осторожность нужно соблюдать при работе с легковоспламеняющимися веществами (например, растворителями), пользуясь водными банями и электроплитками закрытого типа;

при перегонке веществ нельзя допускать, чтобы жидкость полностью испарилась из перегонной колбы. С особой осторожностью необходимо выпаривать пероксидные соединения, озониды, нитросоединения, соединения хлорной кислоты и др., поскольку они могут взрываться в сухом состоянии. При перегонке веществ с применением вакуума следует использовать только круглодонные колбы (Вюрца, Клайзена) вместимостью не более 0,5 л. Нагревать вещества можно только после установления в приборе заданного вакуума. Охлаждение ловушек масляных диффузионных насосов производится жидким азотом; использовать для этой цели жидкие кислород и водород не допускается. При работе с вакуумом нужно пользоваться защитными очками;

стеклянную химическую посуду с анализируемыми растворами необходимо нагревать осторожно, применяя водяные, масляные и глицериновые бани. При нагревании колбы на газовой горелке или закрытой электрической плитке ее устанавливают на асбестовую сетку. При необходимости проведения опыта с быстрым нагреванием жидкости и резким охлаждением применяют фарфоровую посуду;

во избежание травм рук (порезов) при обращении со стеклом необходимо при изготовлении стеклянных трубок нужной длины вначале сделать надрез напильником. Перед тем, как вставлять трубку в резиновую пробку или шланг, следует отломленный конец трубки оплавить на газовой горелке;

все работы, связанные с использованием концентрированной соляной кислоты, необходимо проводить в вытяжном шкафу, пользуясь предохранительными очками и резиновыми перчатками; при смешении серной кислоты с водой необходимо приливать ее медленной струей в воду. Олеум необходимо разбавлять только концентрированной серной кислотой; при этом олеум добавляется в серную кислоту;

приборы и установки, содержащие ртуть, необходимо помещать на эмалированные противни или металлические коробки;

хранение в лаборатории растворителей разрешается в пределах однодневной потребности. Они должны содержаться в толстостенной стеклянной таре с притертыми пробками. Лакокрасочные материалы необходимо хранить в плотно закрытой таре, предохраняя от влаги и попадания прямых солнечных лучей, помещая в железный шкаф;

в лаборатории необходимо иметь аптечку с медикаментами для оказания первой помощи;

на видных местах должны быть вывешены инструкции по работе с органическими растворителями и правила противопожарной техники.

ПРИПОЖЕНИЕ 2

Перечень нормативно-технической документации (НТД)
на смолы, пигменты, растворители и лакокрасочные материалы,
используемые в лабораторных работах

Продукт	НТД	№ работы
Смолы		
Акриловая АКС-04	ТУ 6-10-1746-80	3
Алкидная 90	ТУ 6-10-816-74	1, 2, 4, 6
Крезолоформальдегидная К-21 2-01	ТУ 6-10-782-79	9
Меламиноформальдегид- ные:		
ГМ-3	ТУ 6-10-1253-79	7
К-432-02	ТУ 6-10-788-79	7, 8
Фенолформальдегидные:		
101	ТУ 6-10-1261-80	11, 12
101 Л	ТУ 6-10-1824-81	10
Эпоксидные:		
Э-20	ТУ 6-10-1730-79	13
Э-05	ТУ 6-10-1423-77	14
Пигменты		
Желтый термостойкий	ТУ 6-10-1702-78	16
Кадмий красный	ТУ 6-10-661-77	15
Диоксид титана:		
Р-02	ГОСТ 9808-75	18 - 21
Р-06	ТУ 6-10-1650-78	17
Микробарит КБ-3	ТУ 6-10-944-75	17
Растворители		
Ацетон	ГОСТ 2768-79	39, 45, 49, 51, 58, 77, 81
Ксилол	ГОСТ 9410-78	23, 47, 52, 58-63, 69-71, 75-79, 81-83, 85
Р-5	ГОСТ 7827-74	74
Р-7	ТУ 6-10-1328-78	73, 74
Р-60	ТУ 6-10-1256-77	56, 64
Сольвент	ГОСТ 1928-79	27, 34, 41, 47, 48, 50, 51, 53-55, 57, 58, 66-68, 84
Толуол	ГОСТ 9880-78	49
Этанол 646	ГОСТ 18300-72	24
Лаки		
ВЛ-51	ТУ 6-10-1383-78	56, 64
МЛ-21	ТУ 6-10-1282-77	49
ЭЛ-524	ТУ 6-10-618-79	77

Продукт	НТД	№ работы
---------	-----	----------

Эмали

В-ПЭ-1179	ТУ 6-10-1801-81	65, 73
МЛ-12	ГОСТ 9754-76	75, 76
МЛ-158	ТУ 6-10-1096-76	49, 52, 58
МЛ-197	ГОСТ 23640-79	45, 78, 82
МЛ-1110	ГОСТ 20481-80	47, 71, 79, 83, 85
МЛ-1196	ТУ 6-10-1769-80	46, 60, 69
МЛ-1224Э	ТУ 6-10-1834-81	59, 60-62
МЛ-1225	ТУ 6-10-1299-77	45, 51, 55
МС-17	ТУ 6-10-1012-78	81
ИЦ-25	ГОСТ 5406-84	86
ПФ-115	ГОСТ 6465-76	27, 34, 41, 47, 54, 57, 58, 67
ПФ-214	ТУ 6-10-1501-75	26, 29
ПФ-187	ТУ 6-10-841-75	34, 41
ПФ-1126	ТУ 6-10-1540-78	31, 32, 48, 53, 54, 66
ЭП-569	ТУ 6-10-625-74	74
ЭП-7100	ТУ 6-10-1629-77	72

Порошковые краски

П-ВЛ-212	ТУ 6-10-855-75	26, 30, 43
П-ЭП-45	ТУ 6-10-1752-80	33, 35
П-ХВ-716	ТУ 6-10-1706-79	36

Грунтовки

В-КФ-093		42, 47, 73
ВЛ-02	ГОСТ 12707-77	37
ФЛ-03К	ГОСТ 9109-76	47, 71, 79

Учебное издание

Карякина Маргарита Ивановна

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ
И КОНТРОЛЮ ПРОИЗВОДСТВ
ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ
И ПОКРЫТИЙ**

Редактор Н. И. Машинская

Художественный редактор К. К. Федоров

Технический редактор О. В. Тюрина

Корректоры М. А. Ивлиева, М. В. Черниховская

Набор выполнен в издательстве "Высшая школа"
на наборно-печатающих автоматах

ИБ № 2420

Подписано к печати 24.02.89. Формат 60 х 88 1/16.

Бумага офсетная № 2. Гарнитура Пресс-Роман.

Печать офсетная. Усл. печ. л. 12,70.

Усл. кр.-отт. 12,94. Уч.-изд. л. 13,60. Тираж 4750 экз.

Тип. зак. 758. Цена 45 к.

Ордена "Знак Почета" издательство "Химия".

107076, Москва, Стромынка, 21, корп. 2

Московская типография № 9

НПО "Всесоюзная книжная палата" Госкомиздата СССР

109033, Москва, Волочаевская ул., 40

ВНИМАНИЮ СПЕЦИАЛИСТОВ!

Издательство "Химия"
готовит к выпуску в 1990 году книгу:

Орлова О.В., Фомичева Т.Н. Технология лаков и красок: Учебник для техникумов. — 25 л.: 1 р. 10 к.

В учебнике приведены сведения о современных и перспективных пленкообразующих веществах, пигментах и пигментированных лакокрасочных материалах. Рассмотрены теоретические основы химических реакций, протекающих при получении основных пленкообразующих веществ и пигментов, а также типовые технологические схемы их производства. Освещены вопросы автоматизации технологических процессов, техники безопасности и охраны окружающей среды.

Предназначен для учащихся техникумов, специализирующихся по технологии лаков и красок. Может быть полезен студентам вузов, а также инженерно-техническим и научным работникам лакокрасочной промышленности.

Книгу можно заказать заранее, до выхода ее из печати, в местных книжных магазинах, распространяющих научно-техническую литературу.