

Vysoká škola: **strojní a textilní**

Katedra: **sklářství a keramiky**

Fakulta: **strojní**

Školní rok: **1971/72**

DIPLOMOVÝ ÚKOL

pro

S u c h á n k a Jaroslava

odbor

04 - 1 - 04 Zaměření na sklářské stroje a zařízení

Protože jste splnil..... požadavky učebního plánu, zadává Vám vedoucí katedry ve smyslu směrnic ministerstva školství o státních závěrečných zkouškách tento diplomový úkol:

Název tématu: **Přístroj pro hodnocení mechanické odolnosti dekorů na drobných skleněných výrobcích.**

Pokyny pro vypracování:

Stávající způsob hodnocení mechanické odolnosti se provádí poměrně málo objektivními metodami. Například stírání palcem, na laboratorních přístrojích. Laboratorní přístroje pracují na principu sleštování dekoru v závislosti na čase, za použití konstantního tlaku a emulze.

Úkolem Vaší diplomní práce bude navrhnut zařízení pro objektivní posuzování mechanické odolnosti dekoru.

Vypracujte konstrukční řešení a výkresovou dokumentaci zařízení. Navržené zařízení sestavte a provedte ověřovací měření.

Autorství právo se řídí směrnicemi MŠK pro střední závěrečné zkoušky č. j. 31/727/62-III/2 ze dne 13 července 1962-Věstník MŠK XVIII, sešit 24 ze dne 31.8.1962 § 19 autorského zákona č. 115/53 Sb.

V + S
98/72

**WYSOKA ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ
Ústřední knihovna
IBEREC 1, STUDENTSKÁ 5**

Rozsah grafických laboratorních prací: cca 40 stran textu, doložených příslušnými výpočty a výkresovou dokumentací.

Rozsah průvodní zprávy:

Seznam odborné literatury:

Laboratorní přístroj sestrojený v n.p.
Železnobrodské sklo
Zkoušení tvrdosti barev a lakov - ČSN

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Jaroslav NOSEK

Konzultanti:

Ing. Hašková EVA, VŠST Liberec

Datum zahájení diplomové práce: 18. 10. 1971

Datum odevzdání diplomové práce: 7. 7. 1972



Prof. Ing. Dr. F. Kotšmíd

vedoucí katedry

Prof. Ing. Dr. F. Kotšmíd

děkan

v Liberci

dne 20. dubna 1972

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP - 12 - 148/72 List č. 1

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra sklařství a keramiky

J a r o s l a v S u c h á n e k

PŘÍSLOVÍ PRO HODnocení MECHANICKÉ ODOLNOSTI
DEKORŮ NA BROBNÝCH SKLENĚNÝCH VÝLISCÍCH

D i p l o m o v á p r á c e

DP - 12 - 148/72

Vedoucí diplomové práce: Ing. Jaroslav NOŠEK
VŠST - Liberec

Konzultant: Ing. Eva HAŠKOVÁ, VŠST - Liberec

V Liberci, 7. července 1972

Místopřísežně prohlažuji, že jsem
tuto diplomní práci vypracoval sám,
za pomoci uvedené literatury.

Jaroslav Dlouhánek

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti děkorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní	DP-12 148/72	List č.

list č.:

3.3.	Přístroj na měření adheze tenkých vrstev na pláché skle	21
3.3.1.	Popis přístroje	22
	Fotografie č. 1	23
	Fotografie č. 2	24
3.4.	Přístroje na měření adheze elektricky vodivých vrstev	25
	Obr. č. 1	26
	Obr. č. 2	27
3.5.	Měření adheze tenkých vrstev rotujícím hrotom	28
	Fotografie č. 3	29
3.6.	Měření adheze tenkých vrstev na skle kovovým hrotom	30
	Obr. č. 3	31
	Obr. č. 4	33
4.	Navrhovaná metoda posuzování mechanické odolnosti dekorů	34
4.1.	Popis metody	34
4.2.	Popis přístroje	35
4.3.	Popis měření	37
4.4.	Vyhodnocování výsledků	38
	Fotografie č. 4	41
	Fotografie č. 5	42
5.	Závěr	44
	Seznam literatury	45

O B S A H

list č.:

	Titulní list	1
	Přísaha	2
	Zadání	3
	Obsah	4
1.	Úvod	5
2.	Některé typy dekorů používané na drobných skleněných výlis- cích	7
2.1.	Listrování	8
2.1.1.	Nanášení listrů v bižuterii	8
2.1.2.	Vypalování listrů	9
2.2.	Irisování	11
2.3.	Zlacení	12
2.3.1.	Vypalování	12
2.3.2.	Podstata adheze zlaté vrstvy na skle	13
2.3.3.	Vliv chlazení na přídržnost lesklého zlata	14
2.3.4.	Vliv složení skla	14
2.3.5.	Nerovný povrch	15
2.3.6.	Difuse stříbra	15
2.3.7.	Čištění lihem	15
2.4.	Vakuové nanášení tenkých vrstev	16
3.	Metody posuzování odolnosti dekorů na skleněných výrobcích	19
3.1.	Průmyslově užívané metody měření adheze zlatých vrstev	19
3.1.1.	Zkouška otěrem palcem	19
3.1.2.	Zkouška otěru nehtem přímo po vypálení výrobku	19
3.1.3.	Zkouška 20/20	19
3.1.4.	Zkouška v "tropické" komoře	20
3.2.	Měření adheze zlaté vrstvy na skle plstěným kotoučem	20

1. Ú V O D

Ještě nebylo přesně zjištěno a rozhodně ne s konečnou platností jak dlouho se na území našeho státu vyrábí a zpracovává sklo. Víme však bezpečně, že již v 17. a 18. století nesou nejdokonalejší a nejkrásnější sklářské výrobky v Evropě název české sklo. Důležitým odvětvím naší sklářské výroby, které vyniklo vždy na světových trzích, především svou bohatostí jednotlivých technik, je zušlechťování. Rozumí se jím nejen část dokončovacích prací u většiny skel průmyslových a technických, ale též hlavní náplň výroby skla užitkového i ozdobného a bižuterie. Předstih našeho sklářství před světovým vývojem možno zaznamenat zejména v úpravách povrchu skla a vytváření tenkých vrstev s odchylnými fyzikálními a chemickými vlastnostmi. Je proto přirozené, že právě těmto unikátním pochodům je třeba věnovat zvláštní pozornost, neboť ukazují nové vývojové možnosti.

Dosud však nejsou uspokojivě vyřešeny metody, jimiž by byla určena v reprodukovatelných nebo absolutních nebo relativních hodnotách mechanická odolnost dekoru na skle. Přitom zdobení skla zlacením, listrováním, irisováním a vakuovým nanášením tenkých vrstev patří mezi velmi rozšířené a zahraničními odberateli žádané zušlechťovací techniky. Ozdobné

vrstvy se nanášejí na hotový výrobek za běžných teplot a s jeho povrchem se spojují při teplotách, při nichž ještě nenastává deformace výroby. Tak je tomu u sklařských barev, ledů, drážních kovů a listrů. Irisové vrstvy se nanášejí na sklo předehřáté nebo zastudena, ale při sníženém tlaku. Hotové výrobky takto zdobené jsou jak při dopravě, tak při používání vystaveny mechanickým i chemickým vlivům, které způsobují snižování adheze dekorační vrstvy na skle a vedou k znehodnocení dekoru. Zabránit tomuto nevitnému jevu lze důslednou kontrolou jak samotných dekorů, tak i hotového výroby. Existují kontrolní metody, z nichž empirické jsou pravidelně příliš subjektivní nebo určení alespoň poměrných hodnot. Je to například známé zkoušení přídržnosti nehtem. Při jiných metodách se zkouší otěr mísť přídržnosti a nepřihlíží se k tomu, že přídržnost se mění opakováním přejízděním po povrchu. Ani otěr se dobře neměří, protože tlustší vrstva vydrží vždy více než tenká a tak rozdíly tloušťky výsledek zkreslují. Úkolem této práce je nahradit tyto subjektivní zkoušky jednoduchou provozně shadno proveditelnou metodou, udávající odolnost proti otěru jako měřitelnou veličinu.

2. NĚKTERÉ TYPY DEKORŮ POUŽÍVANÉ NA DROBNÝCH SKLENĚNÝCH VÝLISCÍCH

V této kapitole je stručně pojednáno o těch typech dekorů, které jsou tvořeny tenkými vrstvami. Není zde úplně vyčerpána problematika nanášení tenkých vrstev ani zde nejsou uvedeny všechny způsoby, kterými se vrstvy nanášejí, ale jen ty, které se běžně používají při zušlechťování drobných skleněných výlisků. Především jsou zde uvedeny ty části technologických postupů, které ovlivňují přídržnost tenkých vrstev na skleněných výrobních.

Tenké vrstvy

Sám pojem tenká vrstva je relativní a hranice pro určení, co je a co není tenká vrstva, je do značné míry libovolná a závislá na hledisku, z něhož vrstvu studujeme. Z hlediska optiky je pak možno definovat tenkou vrstvu takto:

Tenké vrstvy jsou takové, na nichž lze pozorovat v bílém světle interferenční barvy, popřípadě i tenčí, které tuto interferenci v bílém světle nejeví. Za horní hranici tenkých vrstev se běž-

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List č.8

ně považují vrstvy s tloušťkou $t = 1$ mikron. Materiálů, používaných na výrobu tenkých vrstev je celá řada. V bižuterním průmyslu se k zušlechťování hlavně šatonů a broušených perlí používá vrstev SiO_x , TiO_x , MgF_2 atd.

2.1. L i s t r o v á n í

Listry vytvářejí na povrchu skla tenký bezbarvý nebo barevný film. Ten do jisté míry zvyšuje pevnost skla proti mechanickému porušení povrchu a proti nárazu, zabraňuje poškrábání předmětu odíráním. Chemicky jsou listry kovová mýdla esteru pryskyřičných kyselin. Pryskyřičné kyseliny jsou látky tvořící podstatu kyselých pryskyřic jako kalafuny, kopálů nebo sandaraku. Listry jsou tedy roztoky organických sloučenin s kovy jako: Bi, Sn, Fe, Cu, Ag, Au, Al, Pb, Cr, U, Mn a jiné. Tyto sloučeniny smíšeny v různých poměrech dávají listrům bohatou škálu barevných odstínů.

2.1.1. Nanášení listrů v bižuterii

Jedná se o mechanické nanášení listrů na drobné skleněné výrobky, perly, knoflíky a podobně. Rádne očistěné výrobky se přede hřívají v mufových pecích a na ně je pak nabalován listr buď ručně na sítech (perly), nebo mechanicky (knoflíky). Na drá-

těné pletivo kruhového síta se napne tluštší plátno tak, aby je úplně pokrylo. Plátno se natře menším štětcem málo zředěným roztokem listru. Pak se na ně nasypou předeheřaté výrobky. Volným kruhovým otáčením se uvedou do pohybu, přitom se otírají o vrstvu listru a obalují se jí. Jsou-li výrobky dobře natřeny, počnou se vzájemně slepovat. Potom se přesypou na jiné síto s řídkým pletivem, kde se předsuší. Dosoušeji se zahříváním na plechových talířích, kde jsou zbavovány zbytků lehce těkavých rozpouštědel. Nakonec se vypalují.

2.1.2. Vypalování listrů

Nejčastější provozní závadou je rozdílné vedení vypalovací křivky. Následkem bývá špatná přídržnost, rozdílnost barevného odstínu, až částečné vymizení barvy. Špatná přídržnost vyplývá z fyzikálně-chemické podstaty držení listrů na povrchu skla. Listry tepelným rozkladem při vypalování vytvářejí na povrchu výrobku skelnou hmotu pevně spojenou s povrchem skla. Vyredukované kovy nebo kysličníky jsou v takové formě, že nevodí elektrický proud. Povlaky se nazývají pakosti. Při rytí na měděných kotoučích listr snadno prýská. Různé barevné odstíny se získávají mícháním základních mísitelných listrů v určitých vzájemných poměrech. Každý ze základních listrů

vlivem rozdílného chemického složení má jinou vypalovací teplotu. Výchylky a nerovnoměrnost ve vypalovací křivce, především výše teploty, vedou k odlišným výsledným barvám. Nadměrně vysokou vypalovací teplotou se listry se sklem příliš staví a tím může vzniknout i ztráta karvící schopnosti jednotlivých základních listrů ve směsi. Naopak nízká vypalovací teplota způsobuje, podobně jako u zlata, nedokonalé vytvoření a stanovení skelné vrstvy na povrchu výrobku. Projevuje se ve špatné přídržnosti nebo v nedokonalém vybarvení všech složek ve směsi listrů. Z toho vyplývá, že velký vliv na přídržnost listrů má výše vypalovacích teplot a na jakost listru charakter pecní atmosféry. Ta musí být vždy oxydační, aby rozkladné skloviny, unikající až do teplot 350°C neovlivňovaly nepříznivě jakost vypáleného listru, podobně jako tomu je u zlata.

2.2. Irisování

Názvem irisování se označují procesy, jimiž se na skle vytvářejí irisující vrstvy. Mají zabavení duhové, různobarevné, nepravidelné nebo v nich určitá barva převládá.

Irisující vrstvy se připravují:

1. na žhavém skle parami nebo mlhou kovových solí, nejčastěji chloridem cínatým, SnCl_2 , na skle ozdobném i technickém;
2. za sníženého tlaku na skle studeném parami kovů nebo jejich sloučenin – skla technická i ozdobná;
3. vyluhováním povrchu skla – ke snížení odrazu světla u optických soustav;
4. nanášením tenké vrstvy želatiny s obsahem různých solí – k napodobení irisu pravých perel;
5. nanášení tenkých vrstev organických barviv, jako metylenové violeti, eosinu apod. – v bižuterii;
6. studeným irisováním, oxydací tenkého povlaku vyloženého stříbra.

Průmyslově se užívá hlavně prvních čtyř metod.

Obdobou irisování, zvaného někdy douškování, jsou i barevné jevy na pravých perlách, perleti, mýdlových bublinách, stejně jako barvy, které dává olejová vrstva na vodě nebo na tmavém mokrému asfaltu. Fyzikální podstatou irisu je interference světla vyvolaná tenkými vrstvami. Poněvadž barva irisující vrstvy závisí na její tloušťce a s tloušťkou se mění, jsou různobarevné

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní	DP - 12 148/72	List č. 12

jevy dány nestejnoměrností tloušťky vrstvy a naopak stejnobarvná irisující vrstva je výsledkem vrstvy stejnoměrné. Různobarevnosti se využívá u skla ozdobného, kde se požaduje co nejživější a nejpestřejší barevná hra, která se dosáhne irisováním skla za tepla. Tam, kde se požaduje stejnoměrná tloušťka vrstvy, nelze pracovat s parami nebo mlhou za běžného tlaku atmosferického, nýbrž odpařováním ve vakuu.

2.3. Zlacení

Rozhodující pro rozšíření zdobení skla drahými kovy byl vynález lesklého zlata a platiny. Cenu výrobku ovlivňuje tloušťka vrstvy drahého kovu. U zlata byla naměřena tloušťka vrstvy od 0,00002 do 0,00012 mm. Různé barevné intenzity se dosahuje různým ředěním zlata. Zlato se má nanášet tak, aby vrstva byla stejnoměrná a stejně silná. Nános příliš silný při vypalování oprýskává. Tenká vrstva špatně kryje, je průhledná a má malou odolnost proti otěru. Při pozorování vypáleného zlata v odrazu se malé rozdíly v tloušťce vrstvy neprojeví.

2.3.1. Vypalování

Výši vypalovacích teplot udává dodavatel zlata a bývá u našich skel 520 - 540°C. Pro zlato je nejdůležitější první fáze, t.j. odkuřování, až do

teplot asi 400°C . Zpočátku má teplota stoupat pozvolna, aby mohly z peci vyprchat uvolňující se těkavé složky zlata a aby se pec nezaplnovala kouřem z rozkladu i spalování organických složek méně těkavých. To platí zejména vypalují-li se velké plochy zlata, nebo zlato na velké množství malých výrobků.

2.3.2. Podstata adhesu zlaté vrstvy na skle

Lesklé zlato je tmavá olejovitá kapalina, obsahující:

1. rezinát nebo merkaptit zlata
2. rezináty Bi, Rh, Co, Cr, Ag, Ti, Si
3. estery vanadu
4. organické látky, plnící úlohu zahušťadel a ředidel

Obsah zlata je různý a kolísá od 6 - 24 %. Běžné preparáty obsahují 12 % Au. Obecné kovy přidávané ve formě rezinátů či esterů v malých množstvích (desetiny procent), ovlivňují barvu a lesk zlata na skle, ale mají také rozhodující vliv na adhesi zlata na skle. Vytvářejí totiž mezi sklem a zlatem mezivrstvu. Jednotlivým kovům se připisují podstatné vlastnosti lesklého zlata. Rezinát vizmutu přechází vypálením v kysličník vizmutitý, který vytváří skelnou fázi, v níž je zlato rozptýleno. Stříbro jednak mění podstatně barvu vypáleného zlata na světlejší, jednak

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklařství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List čl 4

je difuse stříbra do povrchu skla příčinou migrace alkálií k povrchu skla. Rhodium zvětšuje tvrdost vyloučeného zlata a tím i jeho mechanickou odolnost proti otěru.

2.3.3. Vliv chlazení na přídržnost lesklého zlata

Ke zlacení se vybíralo sklo z určitých skláren. Studiem bylo zjištěno, že zlato drží lépe na skle z těch skláren, které byly nejprimitivněji technicky vybavené. Chladící pece byly jednoduché, špatně větrané a vytápěné generátorovým plynem. Skla byla měkká, s vyšším obsahem alkálií. Tato skla byla při chlazení velmi snadno desalkalizována, v atmosféře chladící pece a tím byly dány předpoklady k dobré přídržnosti zlata.

2.3.4. Vliv složení skla

I dnes shledáme, že skla s větším obsahem alkálií a sulfidická skla, jako je žloutka a topas, která mají rovněž větší obsah kysličníku sodného a draselného, vykazují větší přídržnost lesklého zlata. Skla tohoto druhu ztrácejí za zvýšené teploty z povrchu tak mnoho alkálií, že povrch ztrácí lesk a viditelně se vrásní.

2.3.5. Nerovný povrch

Dobrá přídržnost lesklého zlata byla zjištěna na reliéfně malovaném skle. Při vypalování nastává pouze slinutí hmoty reliéfu. Lze předpokládat, že dobrá přídržnost lesklého zlata je dána jeho mechanickým zachycením v nerovném povrchu, který navíc svou nerovností znesnadňuje setření.

2.3.6. Difuse stříbra

Zvýšenou přídržnost zlata na skle lazurovaném stříbrem nutno přičítat vazbě mezi oběma kovy přes mezivrstvu.

2.3.7. Čištění lihem

Před nanášením lesklého zlata působí příznivě, je-li předmět nejen mechanicky zbaven prachu, ale pozorně otřen lihem, který má dvojí funkci. Váže vodu s povrchem skla, zlepšuje jeho smáčecí schopnost, takže například zlatem malované pásky nejsou na okraji potrhané, nerovné a nevyskytuje se drobné bublinky v nátěru.

2.4. Vakuové nanášení tenkých vrstev

Vakuové nanášení tenkých vrstev, jinak zvané napařování, je technikou poměrně novou a používá se jí v různých průmyslových odvětvích. Využívá se toho, že některé látky se za běžného atmosférického tlaku mění v páru jen za velmi vysokých teplot, zatím co při sníženém tlaku se odpařují za nižších, snadněji dosažitelných teplot. Za sníženého tlaku, lze např. odpařit i látky, které mají zvlášt vysoký bod varu, jak je tomu u platiny nebo křemíku. Molekuly odpařované látky, jíž je velmi často kov, kysličník kovu nebo jiná sloučenina, se pohybují v evakuovaném prostoru přímočaře, na podkladu kondenzují a vytvářejí tenké vrstvy; přitom i přídržnost závisí na výši použitého vakua. Uvedený proces je odvozen od původně nepříznivého jevu, pozorovaného na žárovkách. Evakuované žárovky mají po delší době používání začernalé vnitřní stěny od usazených odpařených částic wolframu. Také neonové trubice mají kolem elektrod na skle povlak elektro-dového materiálu. Kromě vakuového napařování se vrstvy nanášeji méně často katodickým rozprašováním. Katodické rozprašování je průmyslově méně významné.

Při něm je katoda výbojem ve vakuu bombardována ionizovanými molekulami plynu a tím se z nich uvolňují (emitují) elektrony. Vakuum je 10^{-1} - 10^{-3} mm Hg. Zařízení pracuje při napětí 1000 až 5000 V. Na anodu se kladou předměty, na kterých kondenzují atomy uvolněné z katody. Na předmětech se vytváří buď tenká vrstva kovová nebo dielektrická.

Dielektrické vrstvy se vytvářejí sloučeninami, které vznikly reakcí atomů kovů se zbytky plynu ve vyevakuovaném zvonu. Vakuové rozprášování je průmyslově málo využité, zejména proto, že nanášení vrstev trvá dlouho a nelze zaručit její stejnoměrnost.

Velké průmyslové využití má však termické vakuové napářování. Vakuum při odpařování dosahuje hodnot asi 10^{-4} - 10^{-10} mm Hg. Ve vysokém vakuu zbývá malý počet molekul, na které mohou narážet molekuly odpařované látky. Jejich střední dráha je větší než vzdálenost mezi odpařovaným zdrojem a povrchem zušlechtovaného povrchu. Většina molekul dopadne na předmět bez ztráty kinetické energie. Vrstvy vytvořené dopadem molekul s prudším nárazem jsou mechanicky odolnější proti oděru; přitom rychlosť nárazu je přímo úměrná stupni vakuua.

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklárství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List č. 8

Pro vrstvu stříbra se udává:

Tlak mm Hg	Vlastnosti vrstvy
10^{-5}	přídržnost dokonalá, odrazivost 98 %
10^{-4}	vzhled vrstvy týž, přídržnost malá
10^{-3}	barva stříbra žlutá, odrazivost malá
10^{-2}	stříbro nemá kovový vzhled, na skle neulpívá

Termicky lze nanáset téměř všechny kovy a četné sloučeniny. Pro každou látku musí být vypracován technologický postup. Tloušťka vrstev je pravidelně 0,1 až 1 mikron.

VŠST Liberec		Katedra: Sklárství a keramiky
Fakulta strojní	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	DP-12 148/72 List č.19

3. M E T O D Y P O S U Z O V Á N č O D O L - N O S T I D E K O R Ú N A S K L E N Ě N Ÿ C H V Ÿ R O B C Í C H

V současné době je vypracována řada metod měření přídržnosti tenkých vrstev na skle. Mezi ně patří i měření přídržnosti zlata na skle.

3.1. Průmyslově užívané metody měření adheze zlatých vrstev

Tyto metody jsou založeny na zkoušce otěru nehtem a liší se pouze rozdílnou přípravou vzorku před touto zkouskou.

3.1.1. Zkouška otěrem palcem

Vzorek musí vydržet 50 otérů palcem, aniž by došlo k poškození dekoru. Tato metoda se používá i pro jiné typy dekorů.

3.1.2. Zkouska otěru nehtem přímo po vypálení výrobku

Tato metoda je nejvíce užívanou a často jedinou kontrolní metodou.

3.1.3. Zkouška 20/20

Otěr nehtem je prováděn na vzorku, který byl před zkouskou ponořen 20 hodin do vody 20°C teplé.

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List č.20

3.1.4. Zkouška v "tropické" komoře

Při této zkoušce jde o napodobení účinku vlhkosti a dřevité vlny, užívané při expedici, na hotové výrobky. Výrobky se zabalí do jemného papíru, oploží navlhčenou dřevitou vlnou a zabalí do dvoujitého ooalu z voskovaného papíru. Balík s výrobky se pak vloží do sušárny vyhřáté na 50°C a ponechá v ní 8 hodin. Potom následuje opět zkoušení adhese zlata nehtem.

Při zkouškách podle bodu 3. a 4. dochází vlivem vlhkosti i působení jiných látek k hydrolýze mezi vrstvy tvořené obecnými kovy a tím ke snížení adhese zlata ke sklu.

3.2. Měření adhese zlaté vrstvy na skle plstěným kotoučem

Základem této metody je měření času, potřebného k otěru zlaté vrstvy plstěným kotoučem. Tekuté zlato se nanáší na skleněné destičky tak, že vždy 4 kapky se rozetřou štětečkem na konstantní plošku o velikosti 2 cm^2 . Takto připravené vzorky se vypálí. Potom se zlatá vrstva sleští plstěným kotoučem o průměru 25 cm navlnčovaném ze zásobníku vodou, za konstantního tlaku mezi plstěným kotoučem a vzorkem. Výsledkem metody je pak závislost adhese zlaté

vrstvy ke sklu na vypalovací teplotě. Závislost bývá přibližně lineární. Tato metoda dává výsledky vcelku dobře reprodukovatelné. V pracovním postupu však není zahrnuto měření tloušťky zlaté vrstvy, která kolísá v rozmezí od 0,00002 do 0,00012 mm. Také neumožňuje měření adhese přímo na výrobcích, které bývají obecného tvaru.

3.3. Přístroj na měření adhese tenkých vrstev na plochém skle

Přístroj je vhodný na měření přídržnosti tenkých vrstev na plochém skle. Nevýhodou tohoto přístroje je, že se dekorační vrstva musí nanést na plohou destičku. Chceme-li objektivně posoudit přídržnost vrstev, v tomto případě vakuově nanášených na drobných skleněných výrobcích, musíme nejdříve získat plochou skleněnou destičku se stejným chemickým složením jako výrobky. Ta musí projít všemi zušlechťovacími pochody jako dané výrobky. Tento postup přípravy vzorků je nutno přesně dodržet, abychom zaručili stejnou přídržnost a tloušťku vakuově nanesené tenké vrstvy na připravovaném vzorku, jako na vlastním výrobku. Z toho plyne, že je to velká nevýhoda této metody. Pro průběžné sledování přídržnosti dekorů na drobných skleněných výrobcích je nutné stále zhotovovat vzorky

na kterých můžeme provádět měření. Vzorky je nutno zhotovovat při každé nové dávce napařovaných výrobků. Při reklamaci výrobků zákazníkem pak není prakticky možné najít odpovídající vzorek a tak určit kvalitu výrobku. Přístroj, na kterém se provádí vlastní měření, je vyobrazen na fotografii č. 1.

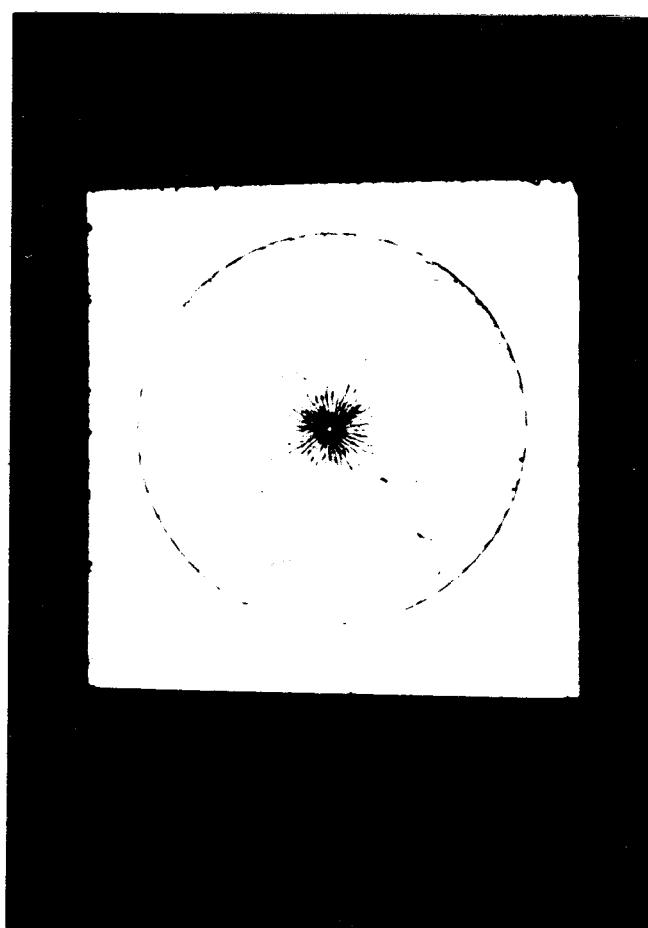
3.2.1. Popis přístroje

Připravovaný vzorek se upne na rotační stolek přístroje. Vrstva napařená na vzorku skla je seškrabávána kovovým hrotom, který je zatěžován konstantní silou. Hrot koná pohyb přímočarý a vzorek pohyb rotační. Oba pohyby se konají současně. Obraz, vzniklý při pohybu hrotu po rotujícím vzorku je na fotografii č. 2. Problémem u této metody je vynodnocování. Za měřítko přídržnosti vrstvy se bere průměr kruhu, vzniklého za konstantní doby měření, který je vydřen hrotom na vzorku silněji, než průměr kruhu, který je též na vzorku vyznačen, ale je dán délkou zdvihu klikového mechanismu, od kterého je odvozen přímočarý pohyb hrotu. Silněji vyznačený kruh nemá ostrou hranici. Z toho důvodu je určení jeho průměru velmi nepřesné a tedy i celá metoda je méně přesná. Přesto největší nevýhodou zůstává nutnost zhotovování vzorku, proto nelze touto metodou měřit adhesi tenkých vrstev přímo na drobných skleněných výrobcích.



Fotografie č. 1

Přístroj na měření adhese tenkých vrstev na plochém skle.



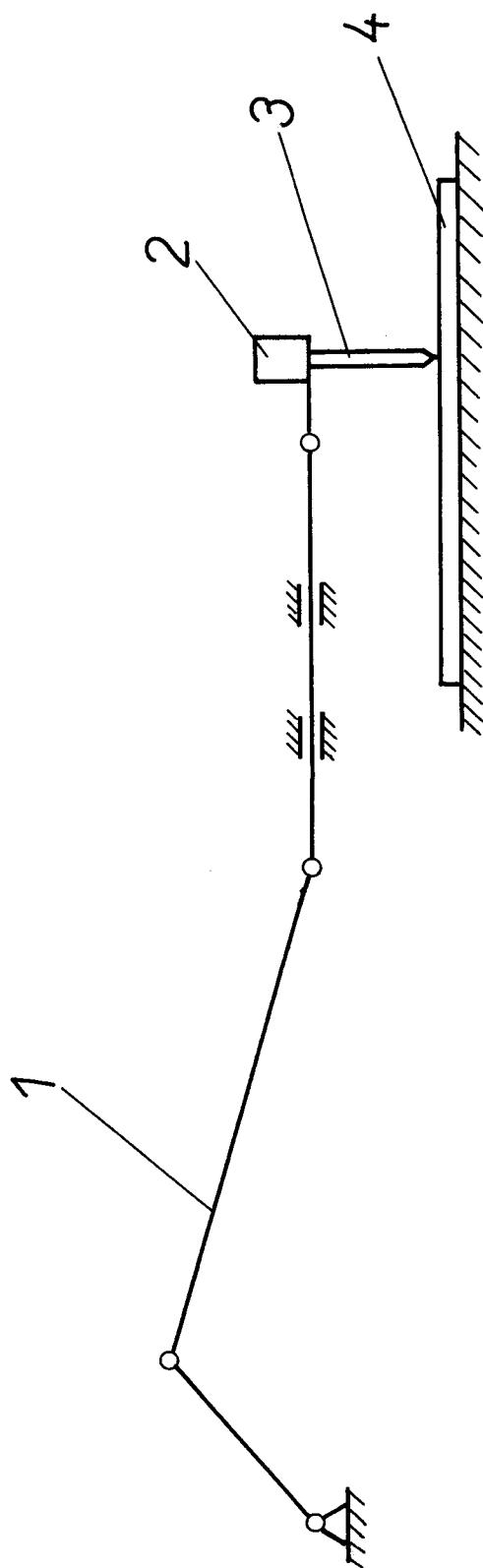
Fotografie č. 2

Destička po provedené zkoušce.

3.4. Přístroj na měření adhesí elektricky vodivých vrstev

Schema přístroje a zapojení je na obr. 1 a 2.

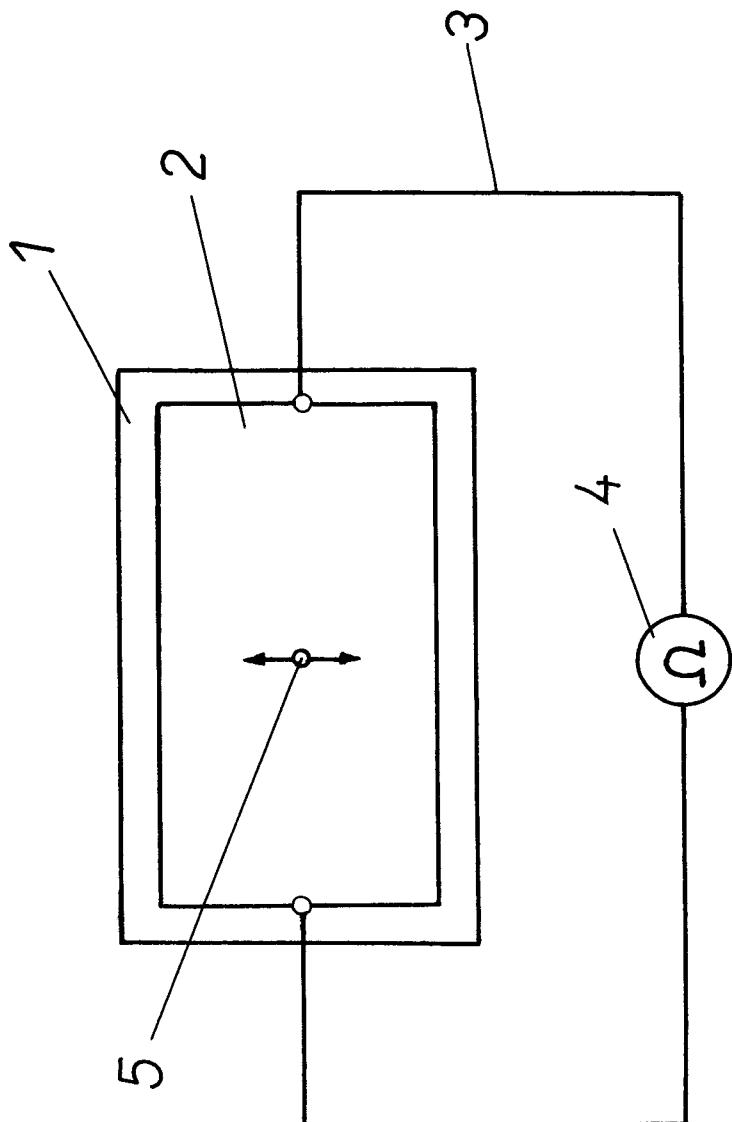
Tento přístroj je vhodný na měření přídržnosti elektricky vodivých vrstev na plochých sklech. Plochá skleněná destička opatřená vodivou vrstvou se upne do přístroje. Přitom vodivá vrstva tvoří část vodiče elektrického obvodu, ve kterém je zapojen ohmmetr s vlastním zdrojem proudu. Ohmmetrem měříme odpory napájené vodivé vrstvy. Po vrstvě se potom smýká hrotom, který koná přímočarý pohyb. Pohyb je odvozen od klikového mechanismu, naháněného elektromotorkem. Hrot je stále přitlačován ke vzorku konstantní silou vyvolanou závažím. Při konstantním počtu otáček se měří čas potřebný k přerušení vodivé vrstvy, které je dáno vztahem odporu zaznamenaným ohmmetrem. Čas potřebný k přerušení vrstvy je pak měřítkem přídržnosti vrstvy ke sklu. Opatřili jsme-li přístroj počítacem cyklu (udává, kolikrát hrot přejel přes vrstvu). Je možné brát za měřítko adhesí přímo počet cyklů. Metoda je velmi přesná z hlediska vyhodnocování, neboť přerušení vrstvy je přesně určeno údajem ohmmetru.



Obr. č. 1

Schema přístroje na měření adheze vodivých vrstev na skle.

1 - klikový mechanismus, 2 - závaží, 3 - hrot, 4 - skleněná destička s napá-
řenou vodičovou deskou.



Obr. č. 2

Schéma zapojení vodičové vrstvy do obovodu.
1 - skleněná destička, 2 - vodičová vrstva, 3 - vodič, 4 - ohmmetr,
5 - hrot s vyznačením směru pohybu.

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List č.28

3.5. Měření adheze tenkých vrstev rotujícím hrotom

Tato metoda je používána v n.p. Železnobrodské sklo, Železný Brod. Je opět jednou ze slešťovacích metod. Přístroj, kterým se měření provádí je znázorněn na fotografii č. 3.

Měřítkem adheze napárené tenké vrstvy (ve většině případů se jedná o dekor, zvaný solid), je čas potřebný ke sleštění této vrstvy. Slešťování se provádí kovovým hrotom, který koná rotační pohyb. Hrot není ostrý, ale je zakončen kulovou ploškou. Celý hrot je zabalen do tkaniny, která má za úkol vsáknout leštící suspensi, do které se hrot při slešťování namáčí. Měření adheze se provádí přímo na drobných výrobcích, nejčastěji to bývají broušené perly, zdobené solidem, které se přichycují do přístroje plastelinou. Toto uchycení je vhodné zvláště proto, že perly bývají různých velikostí a tvarů. Konstantní tlak mezi měřeným vzorkem a hrotom je zajištěn pomocí pružiny. I když přístroj byl zhotoven jako provizorní, dává vcelku dobře reprodukovatelné výsledky. Není však možné při slešťování zaručit konstantní podmínky.

Leštící suspenze připravená v nádobce sedimentuje, takže při namáčení hrotu v takovéto suspenzi se mění drsnost jeho povrchu vlivem rozdílného množství nasátého leštiva. Také tlak mezi hrotom a vzorkem může kolísat vlivem únavy pružiny.



Fotografie č. 3

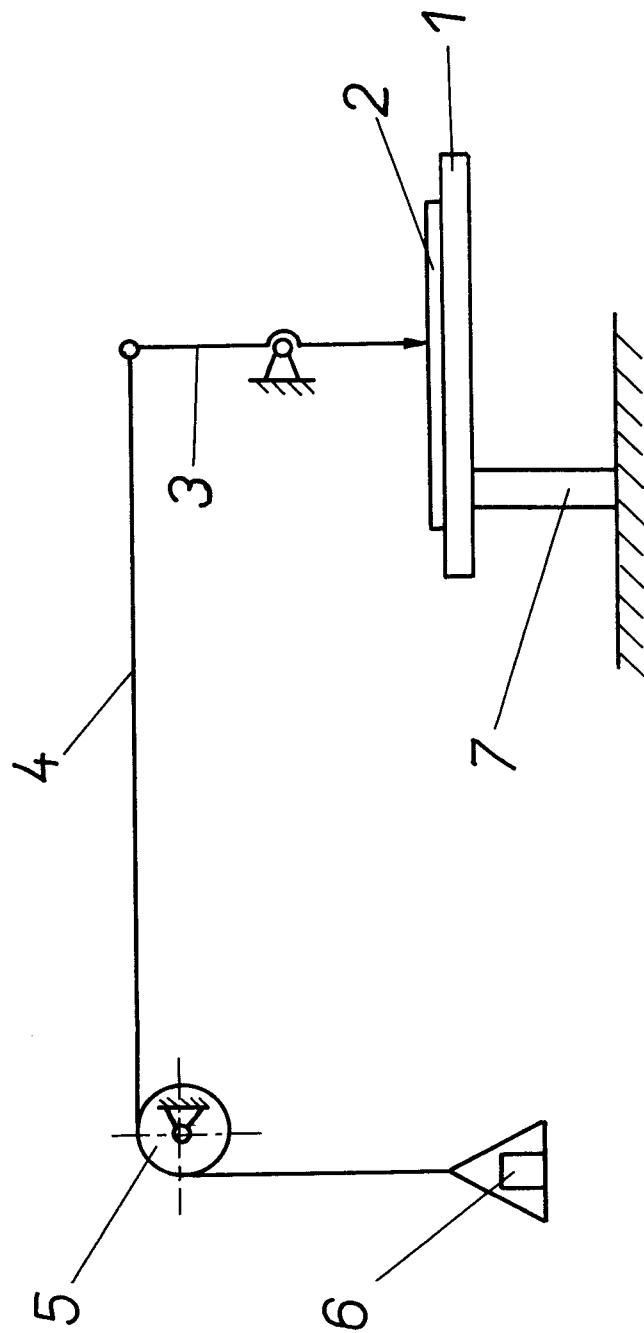
Přístroj na měření adhese tenkých vrstev na skle.

VŠST Liberec	Pracovní měření mechanické vlastností dekorů	Katedra: Sklárství a keramiky
Fakulta strojní		DP 10.148/72 List č. 20

3.6. Měření adhesu tenkých
vrstev na skle kovovým
hrötém

Tato metoda je v počátku svého vzniku. Je v ní aplikována myšlenka strhnout vrstvu s podkladem a za měřítko adhese vzít sílu, vynaloženou ke stržení. V současné době se vrstva strhává kovovým hrötěm. Schéma celého přístroje je na obr. č. 3

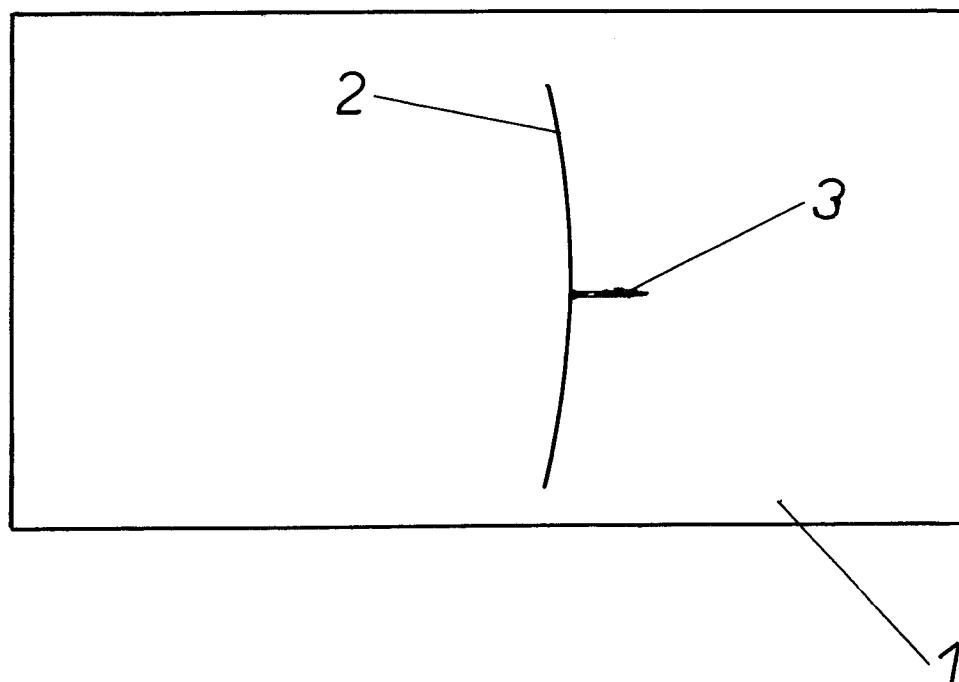
Hrot musí být přesně ve vertikální poloze, vzhledem ke vzorku. Vzorek je upevněn na stolku, který je otočný na šroubu s jemným závitem, excentricky umístěným vzhledem k hrotu. Pozvolným otáčením se vzorek zvedá tak dlouho, až hrot začne vyrývat do vrstvy napařené na vzorku stopu. Otáčením stolku se musí přestat v okamžiku, kdy je hrot na rozhraní vrstva - sklo. A to je jeden z největších problémů této metody. Při tloušťkách vrstev 1 mikron se zdá tento problém zatím neřešitelný. Na druhé straně při praktických zkouškách se dá zatím jenom subjektivně odhadnout, kdy hrot narazí na sklo. Při otáčení stolku je při proříznutí hrotu na sklo znát stoupení odporu proti otáčení. Dostane-li se hrot uchycený jako dvouramenná páka na rozhraní vrstva - sklo, zatěžuje se pak přes kladku 5) postupně závažím 6) tak dlouho, až dojde ke stržení vrstvy. Rýha, která vznikne stržením části s hrotom, je kolmá na rýhu, která vznikla při zařezávání hrotu do vrstvy. Jak vypadají obě rýhy na vzorku po provedené zkoušce je schematicky znázorněno na obr. č. 4.



obr. č. 3

Schema přístroje

1 - otočný stolek, 2 - vzorek s napájenou vrstvou,
3 - kovový hrnot, 4 - silikonová nit, 5 - kladka, 6 - závaží,
7 - kroužek.



Obr. č. 4

1 - vzorek s napařenou vrstvou, 2 - rýha, vzniklá při zařezávání hrotu, 3 - rýha, vzniklá při stržení vrstvy.

4. NAVRHOVANÁ METODA POSUZOVÁNÍ MECHANICKÉ ODOLNOSTI DEKORŮ

4.1. Popis metody

Při návrhu metody měření adhese dekoru na skle se vycházelo z několika hledisek. Jednak byly porovnávány známé metody měření přídržnosti dekorů. Byly posuzovány jejich výhody a nevýhody. Bylo přihlíženo k tomu, aby metoda nebyla subjektivní, ale objektivní, aby byla jednoduchá, provozně snadno proveditelná a aby dávala dobře reproducovatelné výsledky. S přihlédnutím k těmto požadavkům byla zvolena slešťovací metoda. Důvodem k tomu byl i obecný tvar výlisků, kterých měření bylo prováděno, protože slešťování se dá provádět i na velmi malých ploškách, v našem případě o velikosti několika mm^2 . Pro případ, že neexistuje na výlisku roviná ploška, lze část plošky obecného tvaru, na které se provádí slešťování, approximovat rovinou ploškou. Měřítkem přídržnosti dekorů je čas potřebný ke sleštění dekorační vrstvy až na sklo (protože dekor bývá vícevrstvý). V tomto případě byla pro vyhodnocení zvolena me-

VŠST Liberec	Nařízena měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List č.35

toda standardu. Při měření se zjistil čas, potřebný ke sleštění dekoru na výrobku standardní kvality. Při zkoušení jiných vzorků se slešťování provádí stejnou dobu, jako u výrobku standardního. Pak lze posoudit kvalitu zkoušeného výrobku se vzorkem standardní kvality.

4.2. Popis přístroje (příloha číslo výkresu DP-12 148/72 00 00)

Přístroj je konstruován tak, aby vyhovoval požadavku, to je možnost měření adhese tenkých vrstev přímo na drobných skleněných výrobcích. Důležitou součástí přístroje je elektromotorek, typ 443 122 0003 071 ČSN 30 4601 výrobek n.p. Automat, Jablonec nad Nisou. Motorek je opatřen šnekovou předodovkou, takže výstupní hřídel má při napětí 12 V a proudu 2,2 A 50 ot/min. Na výstupním hřídeli elektromotorku je upevněno sklíčidlo Ø 6 mm ČSN 1320 poz. 23 sériově vyráběné a používané na vrtačkách. Sklíčidlo umožňuje uchycení dříku poz.14 slešťovacího pryžového kotoučku, poz.17. Zkoušený vzorek, nejčastěji broušená perla, opatřená dekorem zvaným solid, se upevňuje na podložku, poz.13 umístěnou v kalíšku, poz.12 na levém konci páky, poz.6 plastelinou.

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti díkůr	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP 112 148/72 List č. 36

Ta je výhodná z hlediska různých velikostí a tvarů perel. Lze ji však použít jen do takového zatížení vzorku, při kterém se ještě nedeformuje. Stálý tlak mezi vzorkem a gumovým kotoučkem je zajišťován závažím, poz.9 přes dvouramennou páku. Motorek, poz.26 je uchycen na objímce, poz.1 posuvné na trubce, poz.2. Tím je umožněno hrubé nastavení výšky motorku. Jemné seřizování vzdálenosti mezi slešťovacím gumovým kotoučkem a vzorkem je umožněno tím, že páka je opřena hrotom, poz.8 o horní část děleného sloupku, poz.7, jenož výšku lze měnit pomocí šroubu, poz.10 s levým a pravým závitem. Nosný sloupek je přišroubován k základní desce, poz.4, stejně jako držák elektromotorku, poz.16. Celý přístroj byl konstruován v rámci možností pomocné dílny. Z toho důvodu byl zvolen i motorek s jmenovitým napětím 12 V, který nutně vyžaduje transformátor, což je jeho nevýhoda. Naproti tomu umožňuje regulaci otáček v rozsahu 10 - 60 otáček/minutu změnou vstupního napětí. Není však velkým problémem jej nahradit motorkem s jmenovitým napětím 220 V při zachování stejného počtu otáček. Je to nutné z hlediska konstrukce páky, přes kterou je vzorek přitlačován ke slešťovacímu kotouči.

VŠST Liberec	Metoda výroby soudanické edelnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP - 12 148/72 List č. 37

Při vysokých stádkách leštícího kotouče náže snadno dojít ke chvějí páky, vzorek neopisuje povrch slečlovacího kotoučku a odskakuje od něj. Gumový kotouček používaný ke slečlování je zhotoven z kruhové gumi, která je běžně k dostání na trhu. Je však trochu upraven. Je z něho odstraněn kovový výztužný střed. Jelikož však kotoučky běžně vyráběnou mají velkou radiální hřívost, je nutno tento nedostatek odstranit osoustruhováním průměru na 30 mm. Při upínání vzorku do přistroje je nutné dbát na to, aby slečlovací ploška byla tečnou rovinou ke kotoučku. Nutné je též i plesné vyrobení hrnu, poz.8 a jeho uložení musí být provedeno stejně jako na valních, aby při vyvažování nebyly v uložení velké pasivní odporu, které jená vyvažování znosnádňují.

4.3. Popis séměření

Vzorek se upevní do plasteliny, upevněné do podložky, poz.13. Podložka s uchyceným vzorkem se umístí do kalíšku, poz.12 na páce.

Potom přímo na přístroji je třeba upravit polohu vzorku tak, aby byla sleštována ploška vzorku, na které chceme provést měření přímo pod pryžovým kotoučkem. Požadovaný tlak mezi kotoučkem zajistíme tímto způsobem:

na držák, poz.19 zavěsíme záveží např. 50 gramů, potom páku vyvážíme závažím, poz.9, které šroubováním přibližujeme nebo vzdalujeme od středu otáčení páky. Nyní pomocí šroubu, poz.10 zvedneme páku tak vysoko, až se vzorek dotkne sleštovacího kotoučku. Pak sundáme 50-ti gramové závaží a tím vznikne požadovaná síla mezi kotoučkem a vzorkem o velikosti 50 gramů. Po uvedení motorku do chodu měříme čas, potřebný k sleštění dekorační vrstvy až na skleněný podklad.

4.4. Vyhodnocování výsledků

Zde je popsáno vyhodnocování výsledků při měření mechanické odolnosti lesklého zlata a dekoru, zvaného solid. V podstatě jde o určení okamžiku, kdy je vrstva odstraněna z povrchu skla. U zlatých vrstev se dá poměrně snadnou pouhým okem poznat, kdy je vrstva sleštěna na sklo. Zpočátku vznikají na vrstvě rýhy. V těchto rýhách je už vidět skleněný podklad.

To však nelze považovat za okamžit odstranění vrstvy. Za okamžik sleštění lze považovat čas, při kterém vznikne souvislá sleštěná ploška, která může mít i ostrůvky vrstvy, držící ve hlubších místech nerovného povrchu skla. Při dokonalém provedení sleštovacího kotoučku, to znamená nesmí axiálně ani radiálně házet, bude mít vydřená stopa šíři stejnou, jako kotouček. Přesto však může dojít vlivem nestejnorodosti materiálu gumového kotoučku k tomu, že vrstva se v celé šíři kotoučku nebudé sleštovat rovněžně. Proto je dobré považovat za souvislou plošku už tu, která má šíři 1 mm. Pro tento účel je dobré sledovat vzorek pod mikroskopem, opatřeným měřítkem.

U dekoru, zvaného solid lze poněkud hůře určit, kdy je vrstva sleštěna až na sklo. Solid je dekor, který vzniká střídavým napařováním vrstev kysličníku TiO_2 a SiO_2 . První vrstva je vždy TiO_2 a poslední opět TiO_2 . Napařují se buď 3, 5 nebo 7 vrstev. Je to určeno přáním zákazníka. Při napařování jsou nejsilněji pokryty dekorrem plosky, které jsou kolmo na směr pohybu napářovaných molekul kysličníků. Proto je nutné brát pro zkoušky vždy vzorky se stejným počtem napářených vrstev a pokud možno se stejnou tloušťkou vrstvy.

Za tímto účelem by bylo vhodné doplnit tuto metodu měřením tloušťky vrstvy, což je u perel zatím dosud problematické. Je-li napařená vrstva sleštěna až na sklo, lze poznat podle toho, že povrch skla je matnější než základní vrstva TiO_2 . Z praxe je vyzkoušeno, že při sleštování se většinou velmi snadno strhnou všechny vrstvy až na základní TiO_2 , která drží velmi pevně. Proto je nutné rozlišit, dosáhlo-li se již povrchu skla nebo pouze základní vrstvy. Pro názornost, jak se jeví jednotlivé vrstvy, je vyobrazen na fotografii č. 7 mikroskopický snímek místa, na kterém byla provedena sleštovací zkouška. Jedná se o broušenou perlou, opatřenou solidem. Uprostřed snímku je vidět temná plocha, t. j. skleněný podklad. Níže na snímku je ploška s šedým povrchem. Jedná se o základní vrstvu TiO_2 , která má poměrně dobrý lesk a proto se jeví na snímku světleji, než skleněný podklad. Kolem těchto dvou míst je vidět neporušená dekorační vrstva, která je na fotografii nejsvětlejší. Na fotografii č. 8 je pak celkový pohled na plošku perly po provedené zkoušce mechanické odolnosti dekoru.

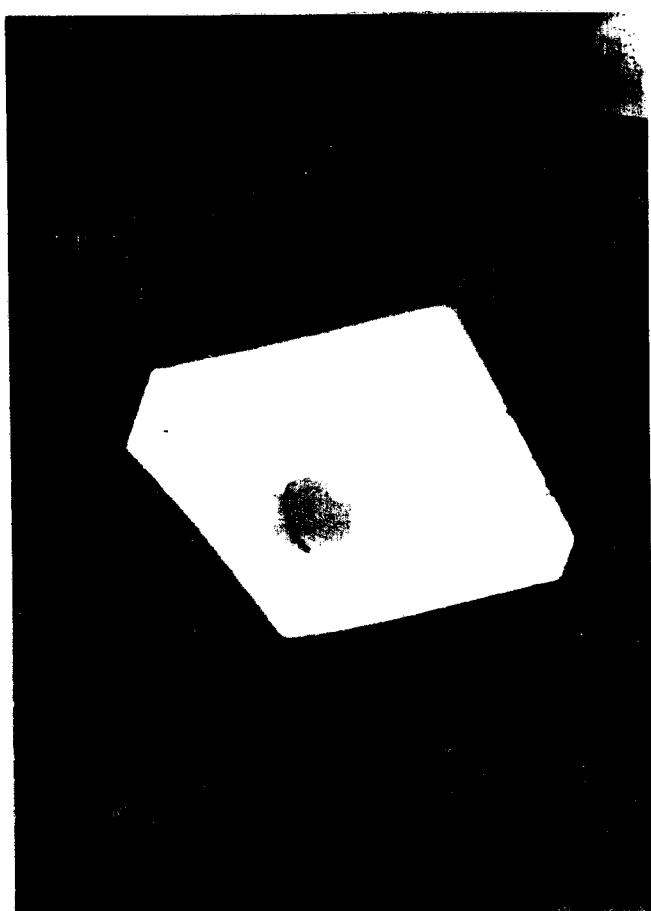
Navrhovaný přístroj byl zkonstruován a bylo na něm provedeno orientační měření.



Fotografie č. 4

Mikroskopický snímek sleštěné plošky.

VŠST Liberec	Metoda měření mechanické odolnosti dekorů	Katedra: Sklářství a keramiky
Fakulta strojní		DP-12 148/72 List č. 42



Fotografie č. 5

Celkový pohled na plošku perly po provedené
zkoušce mechanické odolnosti dekoru.

Zkoušela se mechanická odolnost lesklého zlata na křišťálu leštěném ohněm a na křídě při zatížení 50 gramů a 50-ti otáčkách za minutu. Vždy po minutě se prohlížel vzorek a měřila se šíře sleštěné plošky. Z výsledků bylo možno dobře určit, na kterém podkladě drží lesklé zlato lépe. V našem případě to byl křišťál, leštěný ohněm. V závěru měření vznikaly určité odchylky ve výsledcích, které lze plně přičíst nepřesné výrobě přístroje.

Při používání přístroje je nutné vypracovat tabulku pro různé typy dekorů standardní kvality. Např. lesklé zlato na křídě má standardní kvalitu, snese-li při zatížení 50-ti gramů a 50-ti otáčkách za minutu 3 - 4 minuty sleštování, aniž by vznikla souvislá sleštěná ploška, širší jak 1 mm. Toto je příklad posuzovacího kritéria. Přitakto, naznačeným způsobem vypracovaných tabulkách, není problémem určit mechanickou odolnost většiny dekorů.

5. ZÁVĚR

Byl navržen přístroj na měření mechanické odolnosti dekorů přímo na drobných skleněných výliscích. Přístroj se skládá z elektromotorku, který umožňuje plynulou regulaci otáček v rozmezí 10 - 60 otáček za minutu.

Též konstrukce páky umožňuje změnu tlaku mezi vzorkem a slešťovacím kotoučkem. Celá konstrukce je velmi jednoduchá a účelná. Metoda měření je též velmi jednoduchá a provozně snadno proveditelná. Do metody není zahrnuto měření tloušťky tenkých vrstev, které by ji celou zpřesnilo. Do jisté míry je subjektivní vyhodnocování výsledků, které závisí hlavně na praktických zkušenostech pracovníka. Přes tyto některé nedostatky bude přístroj určitým přínosem do praktických měření mechanické odolnosti dekorů.

S E Z N A M L I T E R A T U R Y

1. J. Matoušek; A. Lisý:

Adhese zlatých vrstev na skle

Sklář a keramik XIV/1964/49

2. Ing. Bachtík Stanislav; Vlastimil Pospíchal:

Zušlechtování skla

3. Ing. Eva Hašková:

Tenké vrstvy se zvláštním zřetelem na tenké
polovodivé vrstvy kysličníku cíničitého na
skleněném podkladě

(Rukopis písemné práce ke zkoušce z techn. minima)

4. Ing. Eva Hašková:

Soukromé sdělení

5. RNDr. V. Sodomka, CSc

Soukromé sdělení

1	Objímka	Odlitek	42 2506							1
1	Rukojeť		11 600							2
1	Nosná trubka	ČSN 425715	11 353.1							3
1	Základní deska	ČSN 42530121	11 373.1							4
1	Podložka 30	ČSN 42651012	11 600.0							5
1	Páka-Tyč 10	ČSN 42652012	11 600.0							6
1	Opěra páky		11 340.8							7
1	Hrot-Tyč 10	ČSN 42651012	11 340.8							8
1	Závaží-Tyč 30	ČSN 42651012	11 600.0							9
1	Šroub-Tyč 20	ČSN 42651012	11 600.0							10
1	Sílaček-Tyč 30	ČSN 42651012	11 600.0							11
1	Kališek-Tyč 40	ČSN 42655112	11 600.0							12
1	Podložka 40	ČSN 42655112	11 600.0							13
1	Dělk.-Tyč 30	ČSN 42655112	11 600.0							14
1	Spojka-Tyč 20	ČSN 42655112	11 600.0							15
1	Držák motoru	ČSN 42530121	11 373.1							16
1	Kotouček Ø 35		Pryž							17
3	Šroub M4 x 12	ČSN 021131	11 600							18
1	Držák závaží	ČSN 426403	11 600							19
2	Maticce M16x15	ČSN 021403	11 600							20
2	Podložka 17	ČSN 021702	11 600							21
1	Šroub M6 x 14	ČSN 021131	11 600							22
1	Sklíčidlo Ø 6	ČSN 13 20								23
1	Šroub M4 x 8	ČSN 021151	11 600							24
1	Šroub M4 x 16	ČSN 021131	11 600							25
1	Motory 122073	ČSN 32M 01								26

Podle katalogu	Název - popis	Dokument	Mater.konečný	Mater.výchozí	Mater.Ostat.	C.váha	U výrob.	Cíle výroby	UPOZ.
<i>Poznámka</i>									
Materiál	Kresba								x
	Plastikový								x
	Norm. ref.								x
	Výroba	Schéma	C. výroba						x
		Diagram							x

ČSST liberec Spec. skloř. silicí	SLÉŠTOVACÍ PŘÍSTROJ	DP - 12 150/72 00 00
-------------------------------------	------------------------	----------------------