

Univerza v Ljubljani

Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo

Katedra za polimerno inženirstvo, organsko kemijsko tehnologijo in
materiale

Tehnologija premazov

Skripta za vaje

2015

UVOD

Seznam vaj

- Vaja 1: Priprava in nanos premazov
- Vaja 2: Reološke lastnosti premazov
- Vaja 3: Karakterizacija premazov

Navodilo za izdelavo poročila

Študent je dolžan v sedmih dneh po eksperimentalno opravljeni vaji oddati čitljivo poročilo o vaji. **Poročilu morajo biti priloženi originalni rezultati meritev, ki ste jih opravili na vaji, podpisani s strani asistenta na dan opravljanja vaje.** Vaja je opravljena, ko poročilo o vaji podpiše asistent. Če asistent zahteva popravilo poročila, je le-to potrebno oddati v sedmih dneh skupaj s prvotnim poročilom (originalno poročilo s priloženo popravilo).

Poročilo na prvi strani vsebuje sledeče podatke:

- Ime in priimek študenta
- Študijski program, smer in letnik
- Naslov vaje, datum izvedbe vaje in datum oddaje poročila

Poročilo naj vsebuje naslednje točke:

- 1. Namen vaje:** Študent na kratko napiše namen vaje, to je, katera bistvena znanja naj bi pri vaji osvojil.
- 2. Teoretične osnove:** V tem delu se na podlagi razpoložljive literature in lastnega predhodnega znanja na kratko poda teoretične osnove, ki so potrebne za razumevanje vaje, izvedbo eksperimentalnega dela in izračunov.
- 3. Opis aparature, uporabljenih materialov in postopkov:** Študent na kratko našteje in opiše aparaturo in naprave, ki jih je uporabljal. Našteje materiale, ki jih je uporabljal in **opiše postopek** izvedbe vaje.
- 4. Meritve in izračuni:** V tem poglavju študent navede vse med eksperimentom izmerjene vrednosti, izračune in izračunane vrednosti vseh v skupini. Izmerjene in izračunane vrednosti (oznake merjenih vrednosti z enotami) so urejene v tabelah. Tabele naj imajo naslov.
- 5. Rezultati:** Rezultati so podani v tabelah in grafih. Tabele in grafi naj imajo naslov, ki natančno pove, za kakšno odvisnost gre oziroma kaj tabela/graf prikazuje. Grafi naj imajo označene osi, na katerih so vedno izpisane tudi enote. V primeru prikaza serije eksperimentov na grafu, graf opremite z legendo.
- 6. Komentar:** Komentirajte dobljene rezultate. Ne pišite povzetka poteka eksperimenta, pač pa razložite dobljene rezultate. **V razlagi se sklicujte na grafe in tabele podane pod točko Rezultati.** Če kakšna od merjenih ali izračunanih količin izstopa iz trenda ostalih ali je po vašem mnenju nepravilna, poskusite utemeljiti oziroma pojasniti zakaj in kje je prišlo pri eksperimentalnem delu do napake.

TEORETIČNE OSNOVE O PREMAZIH

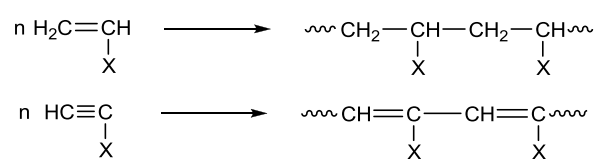
Barve ali premazi so kompleksni, večfazni koloidni sistemi, ki jih v enem ali več slojih nanesemo na različne substrate (les, kovina, plastika, steklo,...). Glavni namen barvnih premazov je estetski videz in zaščita površine. Seveda pa je naloga premazov lahko tudi drugačna. Premaz lahko deluje kot sloj, ki zagotavlja odboj vode in/ali nečistoč (hidrofobnost in/ali oleofobnost), sloj, ki ščiti površino pred rjavenjem (antikorozijski premazi), lahko ima vlogo izolatorja (termični ščiti), lahko pa imajo premazi tudi lastnosti, ki omogočajo izkoriščanje sončne energije v toploto (spektralno selektivni premazi).

V osnovi so premazi sestavljeni iz veziva, topil s pomočjo katerih dosežemo ustrezno viskoznost za nanos premaza, različnih aditivov (zagotavljajo želene reološke lastnosti), trdilcev in seveda pigmentov, ki dajejo barvi želen estetski videz.

VEZIVO

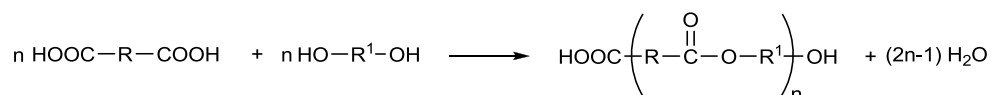
Vezivo je glavna komponenta v premazu in je nujno potrebna, ostale komponente pa so prisotne glede na želene končne lastnosti filma. S svojimi lastnostmi vpliva vezivo na oprijem premaza na substrat, opravlja nalogo vezave posameznih pigmentnih delcev in močno vpliva na sijaj, življenjsko dobo, fleksibilnost in trdoto končnega filma. Veziva so lahko naravni ali sintetični polimeri, kot so na primer alkidi, akrili, vinil acetati, poliuretani, poliestri, melaminske smole, epoksi smole ali olja.

Polimeri so makromolekule, ki jih sestavlja veliko število istovrstnih ponavljajočih se enot z nizko molsko maso. Število ponavljajočih se monomernih enot je med nekaj deset in tudi do nekaj milijonov. Produkti s samo nekaj monomernimi enotami so vmesni produkti reakcije in jih imenujemo oligomere. Kemijsko reakcijo, pri kateri se monomeri med seboj povežejo v polimerne verige s kovalentnimi kemijskimi vezmi, imenujemo **polimerizacija**. Glede na naravo monomerov razlikujemo **dve vrsti polimerizacije**. Monomere, ki imajo dvojno oz. trojno vez, polimeriziramo z razcepom teh vezi in dobimo v prvem primeru enojno, v drugem pa konjugirano dvojno vez:

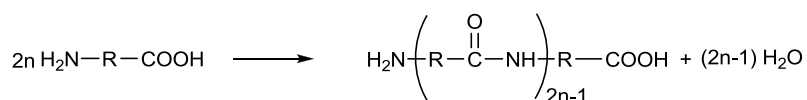


To polimerizacijo imenujemo **adicijska ali verižna polimerizacija**, dobljene polimere pa **adicijske ali verižne polimere**.

Drugi način polimerizacije je reakcija dveh različnih funkcionalnih skupin, ki sta lahko na istem ali različnem monomeru.



Staro ime za take polimerizacije je polikondenzacija, sedaj pa jo imenujemo **stopenjska polimerizacija**, ker poteka v stopnjah iz monomerov v dimere, trimere, oligomere in končno v polimer. Produkti so skoraj vedno kopolimeri, sestavljeni iz dveh ali več vrst monomerov. Le v primeru, ko sta obe funkcionalni skupini na enem monomeru, dobimo homopolimere, kot npr.:



Pri verižni polimerizaciji aktivno mesto na koncu verige reagira z nenasičeno molekulo monomera tako, da se po reakciji aktivno mesto na koncu verige obnovi.

Glede na vrsto aktivnega mesta ločimo dve vrsti polimerizacije: **radikalno** in **ionsko**. Snovi, ki sprožijo adicijsko polimerizacijo, imenujemo **iniciatorji**. To so snovi, ki razpadejo na aktivne delce, radikale ali ione. Za adicijsko polimerizacijo so značilne štiri vrste reakcij: **začetek** (iniciacija), **rast verige** (propagacija), **zaključek** (terminacija) in **reakcije prenosa**. Vse reakcije, iniciacija, propagacija, terminacija in prenos verige, potekajo istočasno.

V splošnem lahko veziva razdelimo glede na mehanizem sušenja oziroma utrjevanja. Najbolj običajni načini so sušenje, oksidacijsko premreženje, katalizirana polimerizacija (verižna ali stopenjska polimerizacija) in koalescenca. Obstajajo pa tudi drugi načini.

Sušenje in utrjevanje sta dva različna procesa. Sušenje se običajno nanaša na izhlapevanje topila oziroma razredčevalca, medtem ko je utrjevanje običajno proces polimerizacije veziva. Glede na kemijo in sestavo je lahko posamezen premaz podvržen enemu ali obema procesoma, obstajajo pa premazi, ki se samo sušijo, premazi, ki se sušijo pred utrjevanjem in premazi, ki niso odvisni od sušenja za utrjevanje.

Premazi, ki se sušijo s preprostim izhlapevanjem topila in vsebujejo trdno vezivo raztopljeno v topilu, so poznani kot laki. Ko topilo odhlapi, se tvori trden film, ki se lahko ponovno topi v topilu. zato laki niso ustrezni za aplikacije, pri katerih je pomembna kemijska obstojnost. Med lake spadajo klasični nitrocelulozni laki, pa tudi bolj moderni premazi na osnovi akrilatov. Učinkovitost lakov je odvisna od sestave, vendar v splošnem laki izkazujejo dobro UV obstojnost in nizko korozijsko obstojnost v primerjavi s sistemi, ki se utrjujejo s pomočjo polimerizacije ali koalescence.

Lateks premazi so vodne disperzije sub-mikronskih polimernih delcev. Pojem lateks v kontekstu premazov pomeni vodno disperzijo (rastlinski mleček, ki ga imenujemo lateks ni sestavni del teh premazov). Te disperzije so pripravljene po postopku emulzijske polimerizacije in se utrjujejo s procesom, ki ga imenujemo koalescenca. Pri koalescenci najprej voda in nato topilo izhlapeva in povezuje ter mehča delce lateks veziva in jih združuje v ireverzibilno povezano mrežno strukturo, tako da se premaz ne topi več v osnovnem topilu/vodi.

Premazi, ki se utrjujejo s katalizirano polimerizacijo, so običajno dvokomponentni premazi, ki polimerizirajo tako, da je kemijska reakcija pospešena z mešanjem veziva in utrjevalca, pri čemer se polimerne verige povezujejo in tvorijo trdno plastično strukturo. V odvisnosti od sestave, je pri nekaterih premazih potrebno premaz najprej posušiti s pomočjo izhlapevanja topila. V to kategorijo premazov sodijo klasični dvokomponentni epoksi ali poliuretanski premazi. Trenutne okoljevarstvene zahteve omejujejo uporabo hlapnih organskih komponent (VOC), zato so bile razvite alternativne metode utrjevanja, zlasti za industrijsko uporabo. V primeru premazov, ki jih utrjujemo s pomočjo UV svetlobe, najprej odhlapimo topilo, utrjevanje pa povzročimo s pomočjo ultravijolične svetlobe.

TOPILA

Premazna industrija obravnava hlapne tekočine, ki se začasno uporabljajo kot nosilci materialov, ki bodo tvorili suhi film. Topnost je zelo pomembna lastnost, ki izhaja iz zvez za površinsko energijo in jo lahko izrazimo na različne načine, kot na primer s parametrom topnosti, ki temelji na osnovah termodinamike. Topila in druge tekočine, ki služijo kot nosilci,

imajo lastnosti, ki izhajajo iz njihove molekulske strukture in se močno razlikujejo v lastnostih, kot so hlapnost, gorljivost, vnetljivost in drugi.

Poseben primer je voda, ki je zelo prijazna do okolja. Tudi voda ima lastnosti, kot so dielektrična konstanta, izparilna toplota, površinska napetost, ... Te lastnosti dajejo vodi posebno vlogo, ki opravičuje kategorizacijo vode kot nosilca veziva.

PIGMENTI

Pigmenti so kemične spojine, ki odražajo le določene valovne dolžine vidne svetlobe. So trdne snovi, ki izgledajo obarvano zaradi selektivne absorpcije in odboja svetlobe. Barve, ki se odbijajo, se združijo in sestavijo barvo, ki jo vidi človeško oko. Pigmenti so lahko naravni (organskega ali anorganskega izvora) ali umetni (kemično sintetizirani). V industriji in umetnosti so pigmenti netopne, trdne snovi, ki se običajno uporabljajo v obliki prahu skupaj z vezivi (olje, lepila, laki...) in drugih sestavin (npr. vode). Pigmenti se uporabljajo kot snov, ki daje barvo črnilu, plastičnim in tekstilnim materialom ter živilskim in kozmetičnim izdelkom.

Pigmenti se uporabljajo že vrsto let. Indigo, na primer, je rastlinsko barvilo, ki so ga uporabljali za barvanje že v rimskih časih. Različno obarvane pigmente lahko dobimo tudi z mletjem kamnin. Rumeno barvo (oker) dobimo z mletjem železove rude in ultramarinsko modri pigment z mletjem svetlo modrega poldragega kamna lapis lazuli.

Delitev pigmentov na organske in anorganske je zelo uporabna zaradi različne polarnosti in posledično omočljivosti glede na naravo topila. V skupini organskih pigmentov je barva odvisna od kemijskih lastnosti in drugih dejavnikov. Med anorganskimi pigmenti je zelo pomemben titanov dioksid, kije zelo cenjen element belih in pastelnih barv.

DODATKI

Dodatki so po definiciji vsaka snov, ki jo premazu dodamo v majhni količini, da bi izboljšali ali spremenili eno ali več lastnosti. Pojem dodatek pravzaprav ni najbolj primeren, saj večina premazov ni učinkovitih brez modifikacije osnovnih lastnosti, ki jih narekuje izbira pigmenta, veziva in topila. V ta namen se raje poslužujemo izraza funkcionalni modifikatorji. Aditive lahko glede na njihovo funkcionalno vlogo uvrstimo v tehnična področja, kot so reologija, elektrokemija, kataliza in premreženje, antioksidanti in inhibitorji, površinska kemija, elektrostatika, adhezija, in mnoge druge.

PRIPRAVA PREMAZA

Premaze pripravljamo iz osnovne paste, ki jo pripravimo z mešanjem in mletjem v mlinu. Tako pripravljene pasti dodamo različne dodatke in topilo, da dobimo končen premaz z želeni lastnostmi in viskoznostjo. Vsak premaz je pred nanosom potrebno dobro homogenizirati, saj le na ta način dobimo kvaliteten in homogen sloj premaza na substratu. Pogosto imamo opravka z dvokomponentnimi premazi, ki so, kot že samo ime pove, sestavljeni iz dveh komponent, komponente A in komponente B. Komponenta A je sestavljena iz veziva, pigmenta in raznih dodatkov, medtem ko komponenta B služi kot trdilec oziroma iniciator polimerizacije oz. zamreževanja. Preden obe komponenti med sabo zmešamo, da bi dobili končen premaz, je zaradi možne sedimentacije trdnih delcev potrebno komponento A zelo dobro premešati, da dobimo homogeno zmes. Po dobri homogenizaciji komponente A dodamo komponento B v razmerju, kot ga pripiše proizvajalec. Končen premaz ponovno dobro premešamo, da preprečimo sedimentacijo in nehomogenost premaza in s tem omogočimo lažji in

enakomernejši nanos na substrat. Preden premaz naneseemo, je potrebno dodati še topilo, ki podeli premazu končno viskoznost. Količina dodanega topila je odvisna od izbrane tehnike za nanos premaza na substrat.

Vsak pripravljen premaz ima svojo življenjsko dobo. Kadar gre za dvokomponente premaze, je življenjska doba posamezne komponente dolga, končen premaz, ki je sestavljen iz obeh komponent, pa je potrebno uporabiti v nekaj urah. Po tem času, se premaz strdi in ga ne moremo več uporabljati za aplikacijo na substrat. Če tak utrjen premaz pustimo v sistemu za nanos premaza (npr. v brizgalni pištoli), ga močno utrjenega zelo težko očistimo iz sistema.

DOLOČANJE VELIKOSTI DELCEV V PRIPRAVLJENI PASTI

Končne premaze pripravljamo iz osnovne paste, ki jo pripravimo s pomočjo mletja. Delci paste morajo imeti določeno velikost, ki je odvisna od načina mletja in vrste uporabljenih mlevnih kroglic. Ko je osnovna pasta pripravljena, je potrebno preveriti, če velikost delcev ustreza zahtevam. Velikost delcev preverimo s pomočjo grindometra.

REOLOŠKE LASTNOSTI PREMAZOV

Premazi so sestavljeni iz več komponent z različnimi lastnostmi. Zaradi svoje kompleksne narave izkazujejo nenevtonske lastnosti, ki jih je pred nanosom na substrat potrebno skrbno proučiti.

Premazi so sestavljeni iz več komponent, med katerimi lahko pride do interakcij, ki vodijo do kompleksnega sistema z nenevtonskimi reološkimi lastnostmi, ki na različne načine vplivajo na kvaliteto končnega sloja premaza na substratu. Pred nanosom je zato potrebno premaze natančno reološko opredeliti.

Reologija je veda o toku in deformaciji snovi. Izraz "reologija" izvira iz grške besede "rheos", ki pomeni reka, tok, strujanje. Rečemo lahko torej, da beseda reologija dobesedno pomeni znanost toka.

Reološki eksperimenti ne podajajo samo informacij o tokovnem obnašanju tekočin, ampak tudi o deformacijskem obnašanju trdnih snovi. Velike deformacije, ki jih povzročijo strižne sile, so pogosto vzrok zato, da mnogi materiali (na videz trdni) tečejo. Idealne trdne snovi se deformirajo elastično, energija, ki je potrebna za deformacijo, pa se po odstranitvi napetosti popolnoma obnovi. Po drugi strani se idealne tekočine deformirajo ireverzibilno, energija, potrebna za deformacijo, pa se porazdeli znotraj tekočine v obliki toplote in se po odstranitvi napetosti ne more popolnoma obnoviti. Realni materiali, ki jih srečamo v praksi, ne sodijo ne v skupino idealnih trdnih snovi, niti niso idealne tekočine.

Realne trdne snovi se lahko pod vplivom dovolj velikih sil ireverzibilno deformirajo - pravimo, da materiali lezejo oziroma tečejo. V praksi imajo le nekatere tekočine lastnosti, ki so blizu obnašanju idealne tekočine. Velika večina tekočin izkazuje reološko obnašanje, ki jih uvršča v področje med idealnimi tekočinami in idealnimi trdnimi snovmi. Take tekočine izkazujejo tako viskoznost kot tudi elastičnost, zato jih imenujemo viskoelastične snovi. Trdne snovi lahko izpostavimo razteznim in strižnim napetostim, medtem ko lahko tekočine, kot je na primer voda, izpostavimo samo strigu.

V splošnem razdelimo tekočine na **newtonske** (viskoznost je odvisna samo do temperature in tlaka, ne pa tudi od strižnih pogojev) in **nenevtonske** (viskoznost poleg tlačne in temperaturne odvisnosti izkazuje tudi strižno odvisnost). Nenevtonske tekočine lahko naprej razdelimo še na pseudoplastične (viskoznost z naraščajočim strigom pada), dilatantne (viskoznost z naraščajočim strigom raste) in tekočine z mejno napetostjo (potrebujejo neko napetost preden stečejo). Nekatero tekočino poleg strižne odvisnosti viskoznosti izkazujejo še časovno odvisnost viskoznosti. To so tiksotropne in reopektične tekočine. Tiksotropne tekočine so pseudoplastične tekočine (njihova viskoznost se z naraščajočim strigom zmanjšuje); vendar je njihova viskoznost odvisna tudi od časa delovanja striga. Vse tiksotropne tekočine so pseudoplastične tekočine, niso pa vse pseudoplastične tekočine tiksotropne. Tiksotropija je običajno rezultat nastanka strukture znotraj tekočine, na primer v primeru disperznih delcev, ki so povezani s šibkimi silami. Običajno rečemo, da se tiksotropna struktura poruši pod vplivom dovolj dolgega delovanja striga, nato pa se struktura obnovi v času, ko delovanje striga preneha. Stopnjo tiksotropije je težko kvantificirati. Nekaterim tiksotropnim tekočinam se viskoznost zmanjša do ravnotežne vrednosti v kratkem času in se nato viskoznost hitro obnovi, ko strig poneha. Pri drugih tekočinah pa se spremembe pojavijo bolj počasi. Včasih so se primerjale površine histereznih zank, ki zaradi različnih časov porušena in obnove strukture nastanejo pri tokovnih krivuljah, vendar so površine takih zank odvisne od časovnih intervalov med zaporednimi merjenji. Drug način primerjave vpliva pa je prikaz viskoznosti pri seriji strižnih hitrosti v odvisnosti od časa.

DOLOČEVANJE STRIŽNO ODVISNE VISKOZNOSTI – REOMETRIJA

Za določevanje viskoznosti oziroma reoloških lastnosti danes obstaja cela vrsta različnih inštrumentov, ki jih imenujemo reometri in se razlikujejo v ceni, času, potrebnem za meritve, glede na zahtevano sposobnost operaterja, natančnost, točnost in zmožnost merjenja vplivov sprememb strižne hitrosti in časovne odvisnosti.

Za nenevtonske tekočine dobimo največjo natančnost v širokem območju strižnih hitrosti pri uporabi rotacijskih reometrov, običajno s senzorskim sistemom stožec-plošča. Vzorec namestimo na ploščo, ki jo nato približamo stožcu tako, da je med njima zelo majhna razdalja (»gap«). Medtem, ko plošča običajno miruje, lahko stožec vrtimo z zelenimi vrtljaji na minuto (rpm) in merimo nastali navor. Kot stožca je zelo majhen in je prirejen tako, da je strižna hitrost konstantna po celotnem volumnu vzorca v reži med stožcem in ploščo. Strižna hitrost je proporcionalna vrtljajem, strižna napetost pa navoru. Ker so viskoznost in druge reološke lastnosti močno odvisne od temperature, je potrebno med reološkimi meritvami zagotoviti konstantno temperaturo vzorca, ki jo nadzorujemo z gibanjem temperaturno nadzorovane vode (ali drugega tekočega medija) skozi ploščo.

Na trgu je na voljo več vrst rotacijskih reometrov, ki se razlikujejo v območju uporabe strižnih hitrosti in času, potrebnem za naraščanje in padanje strižne hitrosti. Najcenejši reometri so dokaj robustni, enostavni za uporabo in dovolj hitri za kvalitetno kontrolo. Obstajata dve vrsti rotacijskih reometrov: reometri z nastavljivo deformacijo in reometri z nastavljivo strižno hitrostjo. Prednosti pri uporabi premazov dajejo reometri z nastavljivo strižno napetostjo, ker so v splošnem boljši za meritve pri zelo nizkih strižnih hitrostih.

Zaradi kompleksne narave viskoelastičnih materialov, pri teh vzorcih za določevanje celovite reološke slike s pomočjo reometrov opravimo več različnih testov. Najbolj pogosto opravimo tokovne krivulje in oscilacijske teste v območju nizkih deformacij.

TOKOVNE KRIVULJE

Tokovne krivulje običajno merimo pri konstantni temperaturi, torej pri izotermnih pogojih. V principu je tokovno obnašanje povezano z uporabo proti toku materiala oziroma z notranjimi procesi trenja med molekulami in delci. Rezultate tokovnih testov lahko opišemo z različnimi enačbami. Tokovno obnašanje brez mejne napetosti se pogosto opisuje s pomočjo Potenčnega (»Power Law«) zakona:

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1}$$

kjer k predstavlja indeks konsistence, n pa je tokovni indeks, ki ima sledeče vrednosti: n < 1 za tekočine s padajočo viskoznostjo, n > 1 za tekočine z naraščajočo viskoznostjo, kadar pa je n = 1, govorimo o idealno viskozem tokovnem obnašanju.

OSCILACIJSKI TESTI

Oscilacijske teste uporabljamo za določevanje reoloških lastnosti vseh vrst viskoelastičnih materialov, od nizko-viskoznih tekočin do polimernih raztopin in talin, past, gelov, elastomerov in celo togih trdnih snovi. Ta tip testov imenujemo tudi dinamična mehanska analiza (DMA).

Napetostni testi: so oscilacijski testi, ki jih pri konstantni frekvenci izvajamo tako, da spreminjamo amplitudo oscilacije. Kot rezultat napetostnih testov dobimo odvisnost dinamičnih modulov (G' in G'') od strižne napetosti oziroma deformacije. Dobljeno odvisnost običajno razdelimo na dva dela. V območju nizkih amplitud oscilacije govorimo o **linearnem viskoelastičnem območju** (LVO), za katerega je značilno, da sta dinamična modula G' in G'' konstantna, neodvisna od amplitude oscilacije in običajno izkazujeta različne vrednosti. Napetostne teste v glavnem izvajamo izključno z namenom določitve območja linearnega viskoelastičnega odziva. Če zagotovimo, da je amplituda oscilacije pod mejno vrednostjo LVO bodo krivulje G' in G'' izkazovale konstantne vrednosti, to pomeni, da bo struktura vzorca pri teh pogojih stabilna. Pri amplitudah, ki so večje od mejne vrednosti LVO, je to območje preseženo, struktura materiala se ireverzibilno spremeni ali pa se celo popolnoma poruši.

Frekvenčni testi: so druga najbolj pogosta vrsta oscilacijskih testov. Te teste izvajamo tako, da pri konstantni amplitudi spreminjamo frekvenco oscilacije. S pomočjo teh testov določimo časovno odvisno strižno obnašanje materiala, saj vemo, da je frekvenca inverzna vrednost časa. Kratkoročno obnašanje tako simuliramo s hitrim gibanjem (t.j., pri visokih frekvencah oscilacije), dolgoročno obnašanje pa s počasnim gibanjem (t.j., v območju nizkih frekvenc oscilacije).

TESTI LEZENJA IN OBNOVE

Teste lezenja in obnove uporabljamo za določevanje viskoelastičnih lastnosti materiala tako, da izvedemo dve stopnji strižne napetosti. Metoda se običajno uporablja za določevanje kemijsko nepovezanih polimerov (talin in raztopin), vendar je uporabna tudi za določitev obnašanja kemijsko povezanih (premrežnih/zamreženih) polimerov, gelov ali disperzij.

V industrijskem merilu so testi lezenja in obnove izgubili na pomenu odkar so na voljo novejši reometri, ki omogočajo meritve pri zelo nizkih strižnih hitrostih. Testi lezenja so bili v preteklosti edini način za doseglo zelo nizkih strižnih hitrosti, čeprav posredno, s čimer je bilo omogočeno dobiti informacijo o obnašanju npr. polimerov v območju (»zero shear«)

viskoznosti 1. newtonskega platoja (predvsem za določanje povprečne molekulske mase polimerov).

1. Vaja: Priprava in nanos premaza

NALOGA:

Pripravi ustrezne mešanice premazov (mešanice enokomponentnega premaza in razredčila ter mešanice dvokomponentnega premaza iz komponente A in B z ustreznim dodatkom razredčila) in jih nanesi na izbrani substrat.

POSTOPEK DELA

Uporabljena laboratorijska oprema: plastične čaše, plastična kapalke, steklene palčke, precizna tehtnica.

Aparature: FT-IR spektrometer z ATR celico, aplikator Zehntner ZAF 2010

Uporabljene kemikalije:

- Temeljni dvokomponentni epoksidni premaz (komponenta A in B v masnem razmerju 4:1, dodatek topila oz. razredčila 0-20 ut.%),
- Pokrivni enokomponentni alkidni premaz (dodatek topila oz. razredčila 0-20 ut.%)
- Pokrivni dvokomponentni akrilni premaz (komponenta A in B v masnem razmerju 3:1, dodatek topila oz. razredčila 0-20 ut.%).

Varnost pri delu: Uporabljajte zaščitna očala in rokavice ter upoštevajte navodila osebja.

Postopek dela: Izbrani premaz predhodno dobro homogenizirajte in jih nato odmerite v plastično posodico, dodajte po potrebi topilo (razredčilo) ter premešajte. V primeru dvokomponentnih premazov izbranemu premazu (komponenta A), dodajte komponentno B (trdilec) in po potrebi dodajte določeno količino razredčila oziroma topila za znižanje viskoznosti premaza.

S pomočjo aplikatorja za premaze Zehntner ZAF 2010 (slika spodaj) nanosite premaz ustrezne debeline (30, 60, 90 ali 120 μm) na izbran substrat (steklena plošča).



Premaze utrdite pri zahtevanih pogojih. Temeljni dvokomponentni epoksidni premaz utrjujemo 2 uri na zraku pri sobni temperaturi. Pokrivni enokomponentni alkidni premaz sušimo na zraku

pri sobni temperaturi minimalno 24 ur. Pokrivni dvokomponentni akrilni premaz utrjujemo 1 uro v sušilniku segretem na 60 °C.

Snemanje IR spektrov z ATR celico: Tekoč vzorec premaza previdno nanesite na ZnSe ploščico ATR merilne celice FTIR spektrometra, ploščico vstavite na ustrezno mesto v IR spektrometer in posnemite IR spekter vzorca. Pred začetkom snemanja IR spektrov vzorcev je potrebno posneti ozadje. Po izmerjenem IR spektru vzorca ZnSe ploščico previdno očistite s topilom in stančevino.

2. Vaja: Reološke lastnosti premazov

NALOGA

Določite reološke lastnosti premazov s pomočjo različnih reoloških testov:

POSTOPEK DELA:

Aparatura:

HAAKE RS 150, s senzorskim sistemom stožca in plošče CP35/2°.



Opis dela:

Uporabljenim osnovnim premazom, ki ste jih uporabili pri Vaji 1 določite reološke lastnosti. Uporabite rotacijski reometer z nastavljivo strižno hitrostjo HAAKE RS 150, ki ga opremite s senzorskim sistemom stožca in plošče CP35/2°. Reološke lastnosti določite pri sobni temperaturi ($T = 20^{\circ}\text{C}$). Za vsak premaz izvedite tokovni test, napetostni in frekvenčni oscilacijski test ter časovni tristopenjski test.

TOKOVNI TEST

Tokovne teste izvedete po stopenjski metodi tako, da spreminjate strižno hitrost od 0.01 s^{-1} do 500 s^{-1} in nato od 500 s^{-1} nazaj do 0.001 s^{-1} . Vsako od stopenj izvedite v času 3 minute.

OSCILACIJSKI TESTI

Pri oscilacijskih testih najprej izvedite NAPETOSTNE TESTE pri konstantni frekvenci oscilacije (1 Hz) tako, da spreminjate strižno deformacijo od 0,02 % - 5 %. S pomočjo teh testov, določite območje linearnega viskoelastičnega odziva, ki vam pomaga določiti vrednost strižne deformacije, pri kateri opravite FREKVENČNE TESTE. Te teste opravite pri konstantni strižni deformaciji tako, da spreminjate frekvenco oscilacije od 20 Hz do 0,1 Hz (6 točk na dekada, logaritemsko spreminjanje).

ČASOVNI TESTI

Poleg tokovnih in oscilacijskih testov opravite še časovne teste, ki poskušajo simulirati proces, ki mu je podvržen premaz od hranjenja v posodi do aplikacije na substrat in nastanka končnega homogenega in estetskega filma na substratu. Časovne teste izvedete v 3 stopnjah. V prvi stopnji simulirajte mirovanje premaza v posodi tako, da opravite oscilacijski test pri konstantni (majhni) napetosti v območju linearnega viskoelastičnega odziva in konstantni frekvenci oscilacije (1 Hz). Nato v drugi stopnji vzorec izpostavite visokemu strigu, ki simulira nanos premaza na substrat. V tej stopnji opravite rotacijski test pri visoki strižni hitrosti 100 s^{-1} . V zadnji stopnji ponovite pogoje iz prve stopnje, saj v tej stopnji simulirate izravnavo premaza po aplikaciji na substrat in nastanek homogenega, enakomernega filma na substratu.

REZULTATI

Pod točko rezultati podajte grafe odvisnosti viskoznosti od strižne hitrosti, odvisnost dinamičnih modulov od deformacije, odvisnost dinamičnih modulov od frekvence oscilacije in odvisnost kompleksne viskoznosti od časa pri tristopenjskem časovnem testu. Dobljene diagrame komentirajte.

3. Vaja: Karakterizacija premazov

NAMEN VAJE

Karakterizacija premazov, ki ste jih z različnimi tehnikami pri predhodno nanесли na ustrezne nosilce in utrdili po različnih postopkih glede na zahteve premaza .

POSTOPEK DELA:

Laboratorijski pribor: Aparature: FT-IR spektrometer z ATR celico, instrument za merjenje trdote po Königu.



Potek dela:

Merjenje trdote po Königu: Premaz, ki ste ga nanесли na stekleno ploščico, v določenih časovnih intervalih od nanosa (različen čas sušenja) vstavite v instrument za merjenje trdote po Königu. Trdoto izmerite vsaj trikrat na različnih mestih.

Debelino suhega premaza izmerite z mikrometrom (Mitutoyo Digimatic Micrometer) na različnih mestih.



Snemanje IR spektrov s pomočjo priprave KBr tabletke: V ahatno terilnico zatehtajte 1 mg vzorca utrjenega vzorca premaza, ki ga s spatulo postrgate s steklene ploščice, in previdno dodajte 50 mg suhega KBr zatehtanega v tehtalno ladjico. Zmes dobro strite in homogenizirajte. Dobljeno zmes nato stisnite v tableto. Zelo pomembno je, da je vzorec čim bolj fino uprašen, saj tako nastanejo tablete, ki so prosojnejše in dajejo spektre z ostrejšimi vrhovi. Dobljeno KBr tabletko vstavite v IR spektrometer na ustrezno mesto in posnemite spekter vzorca. Pred snemanjem spektrov vzorcev je potrebno posneti spekter ozadja. Spektre primerjajte z IR spektri tekočih barv/premazov.

REZULTATI

Grafičen ali tabelaričen prikaz spreminjanje povprečne izmerjene trdote različnih premazov s časom utrjevanja (navedite tudi debelino mokrega in posušenega filma).

Rezultati termične analize analiziranih premazov.

IR spektri analiziranih premazov.