

Контроль процесу полімеризації. Тест на розчинник - крапельний метод.

дата публікації: 2018.12.16



Переконайтесь, що отримане покриття володіє очікуваними властивостями. Процес полімеризації порошкових фарб добре відомий практикам, в той час як методи контролю полімеризації, а також правильна інтерпретація результатів не такі прості. В цій статті ми розповімо про обрані методи контролю, а також постараємося відповісти на питання, які в зв'язку з цим виникають.

Під час полімеризації покриття порошкова фарба розтоплюється, робиться плинною, проходить через фазу гелеутворення і врешті підлягає хімічній реакції полімеризації, яка призводить до утворення полімеру. В теорії все виглядає просто, але як бути впевненим, що пройшов правильно, і отримане покриття володіє очікуваними фізико-хімічними властивостями?

Фото. 1. Тест на розчинник - тест з краплями розчинника.

Методи контролю полімеризації

Існує дуже багато методів контролю полімеризації порошкової фарби. Це найпростіші механічні методи і тести на розчинник, з допомогою яких перевіряються фізико-хімічні властивості покриттів, більш складні вимірювання розбіжності температури в печі, DSC (Differential Scanning Calorimetry – диференційна сканувальна калориметрія), яка забезпечує хороший аналіз, а також інтерпретацію протікання процесу, дослідження, розроблені в NASA – кристалографія і ядерно магнітно-резонансна спектроскопія. Оскільки ця тема доволі широка, ми зупинимося на найбільш популярних і доступних методах.



Фото. 2. Тестування на згинання – неполімеризоване покриття.

Контроль полімеризації з допомогою розчинників

Почнемо з досить простого методу, який можна використовувати не тільки в спеціалізованих лабораторіях, але й на виробничій дільниці. Використаємо дані, розроблені Технічним Комітетом системи якості Qualicoat (15 випуск):

Просочити ватний тампон розчинником. Протягом 30 секунд легко протерти 30 раз тестову пластину в різних напрямках.

Перед проведенням оцінки слід зачекати 30 хвилин.

Якість полімеризації оцінюється відповідно до вказаної класифікації:

1. Покриття дуже поматовіло і стало м'яким.
2. Покриття дуже поматовіло і його можна подряпати нігтем.
3. Незначна втрата блиску (менше 5 одиниць).
4. Відсутність помітних змін. Не можна подряпати нігтем.

ВИМОГИ:

- Оцінки 3 і 4 є задовільними.
- Оцінки 1 і 2 є незадовільними.

У випадку порошкових покриттів цей тест є додатковим внутрішнім методом контролю якості покриття; але він є орієнтовним і не дозволяє точно оцінити якість покриття.

Рекомендований розчинник: ксилол, але можна також використати і інші, в залежності від досліджуваних покриттів: ацетон, метилетилкетон.

Нажаль, цей метод є досить суб'єктивним і не дає 100% гарантії, що все в порядку і процес полімеризації пройшов правильно. Натомість, через свою простоту він рекомендується для підприємств, як не мають великої лабораторії. І хоча тест дає відповідь лише на питання відбулася полімеризація чи ні, він не буде зайвим.

Спеціалізовані лабораторії крім тесту на розчинник з допомогою ватного тампону також застосовують більш складні методи – тест на занурення в розчинниках (дуже агресивний), тест з краплями розчинника, тест з ватним тампоном, просоченим розчинником і розміщеним на покритті, в різних умовах (кімнатна температура, в печі, додаткове насичення агресивним

пігментом).

Контроль полімеризації механічними методами

Серед численних механічних методів руйнівного контролю найбільш популярним є метод решітчастих надрізів (стандарт ISO 2409). Де-факто з допомогою цього методу перевіряють адгезію покриття до основи, але погано полімеризовані покриття відрізняються крихкістю, яку можна спостерігати під час проведення тесту. Крім цього, такий тест можна з легкістю виконувати на деталях різного розміру, товщини і форми, і не існує жодних обмежень.

Іншими популярними методами є згинання на конусі, а також стійкість до удару, але тут існує багато обмежень, пов'язаних в основному з товщиною елементів. Неповністю полімеризоване покриття в процесі згинання розтріскується і втрачає адгезію до основи. Шматки відірваної фарби дуже крихкі і легко ламаються.

Як і методи з використанням розчинників механічні методи є досить суб'єктивними, і на результат дуже сильно впливає особа, яка виконує тестування.

Контроль полімеризації з допомогою визначення розбіжностей температури в печі

Не буду приховувати, що це мій найулюбленіший метод контролю процесу полімеризації. По-перше, він дозволяє не тільки визначити, чи покриття повністю полімеризувалося, але й надає багато цінної інформації про перебіг процесу. Правильно проведені вимірювання на пробному елементі, відповідно розміщеному в заповненій печі, дозволяють ретельно, крок за кроком, проаналізувати, як протікає реакція отвердіння покриття.

Результати таких вимірювань складаються з двох найважливіших частин: графіку, а також аналітичної таблиці. Найважливіша інформація, яку ми можемо отримати з графіку, знаходиться в двох місцях.

В першій частині, на початку графіку, показано динаміку нагріву/зростання температури перед досягненням оптимальних умов полімеризації. Це важлива інформація, яка дозволяє оцінити правильність нагріву печі і передачу теплової енергії деталі. Регулювання протікання процесу полімеризації в цей проміжок часу дозволяє також впливати на дегазацію основи, формування покриття, а також на його розливність. Швидкість збільшення температури впливає на зволоженість фарбованої поверхні, а це впливає на корозійну стійкість лакофарбової системи.

Аналіз області, охопленої вікном затвердіння (curing window) / визначення індексу затвердіння

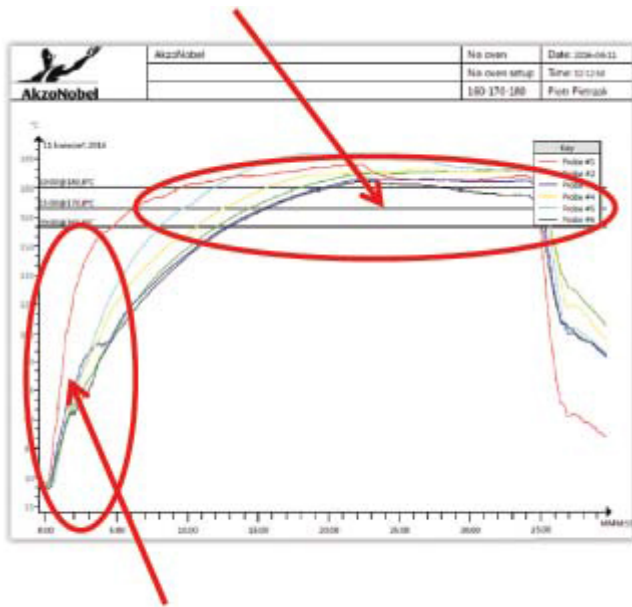


Фото. 3. Графік розкладу температури в печі.

Друга частина - це верхня, горизонтальна частина графіку, яка охоплює відповідний діапазон полімеризації фарби в межах вікна затвердіння (curing window). Він добре помітний, так як знаходиться на горизонтальній лінії, яка вказує на лінійну залежність температури від часу (ці дані вносить особа, яка готує доповідь). Аналізуючи дані з цієї частини графіку, можна визначити, чи були досягнуті відповідні умови полімеризації, що забезпечують повне затвердження покриття.

З аналітичної таблиці, в залежності від програмного забезпечення, можна отримати таку інформацію: максимальна температура, досягнута в окремих місцях досліджуваного елементу (це важливо для регулювання роботи печі і оптимізації), проаналізувати результати вимірювань відповідно до існуючого вікна затвердіння (аналіз лінійних залежностей), а також перевірити ефективність полімеризації, описаної індексом затвердіння (curing index).

Індекс затвердіння (curing index) - це отримане завдяки спеціальному обчислювальному алгоритму значення розкладу температур в межах області полімеризації, тобто в межах вікна затвердіння фарби. Зазвичай вважається, що оптимальні значення індексу знаходяться в межах від 150 до 250 одиниць.

Контроль полімеризації з допомогою DSC (Differential Scanning Calorimetry)

Цей дослідницький метод також близький для мене і я особисто мав змогу виконувати такі дослідження.

Диференційна сканувальна калориметрія дозволяє однозначно визначити чи було досліджуване покриття повністю полімеризовано, чи ні. З вибраної тестової пластини скальпелем здирається декілька грамів фарби, які досліджуються в калориметрі, а отримані результати потім порівнюються з еталонною пластиною з повністю полімеризованим покриттям. Зразки піддаються рівномірному нагріву в діапазоні від 30°C до 220°C. І якщо пояснювати як найпростіше, то прилад реєструє різницю між виділеною і поглинутою тепловою енергією досліджуваного і еталонного зразка. Якщо різниця (ΔT) між кожним з вимірювань не перевищує 1°C, то це підтверджує повну полімеризацію покриття. І хоча цей метод також має деякі похибки, на відміну від описаних вище механічних методів і тесту з розчинником, він є більш точним і однозначним.

Висновки

Сподіваюся, що представлені методи контролю процесу полімеризації, а також інформація, отримана після аналізу результатів, будуть для Вас корисними. Не потрібно концентруватися на результатах тільки одного метода досліджень, краще мати дані різних тестів. Частина з них можна виконати самостійно, з іншими можуть допомогти постачальники фарбувального обладнання і порошкових фарб, які володіють кращими лабораторіями.

Полімеризація – це реакція, в результаті якої хімічні сполуки з низькою молекулярною масою (відомі як мономері) або суміш декількох таких сполук, реагують між собою до зникнення вільних функціональних груп. В результаті виникають молекули з набагато більшою молекулярною масою, які утворюють полімер. Фізико-хімічні властивості полімерів значно відрізняються від властивостей молекул, з яких вони складаються.

К. Бончек

AkzoNobel Powder Coatings

“Профессиональная покраска” № 3 (90) 2018

Джерело: