

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu

RADOSLAV TALIÁN

Obor: Materiály a technologie

Zaměření: Materiálové inženýrství

**VLIV PARAMETRŮ KATAFORÉZNÍ LÁZNĚ NA
PENETRACI PROFILŮ**

**IFLUENCE OF BATH PARAMETERS ON PENETRATION
OF THE TUBES**

KMT – B - 108

Vedoucí práce: Ing. Daniela Odehnalová

Konzultant: Ing. Mirko Tomášek

LIBEREC 2005

Děkuji Ing. Daniele Odehnalové, za odborné vedení práce, poskytování rad a materiálových podkladů k práci, a také Ing. Mirko Tomáškov, na jehož pracovišti jsem experiment prováděl.

.

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně a použil jen uvedených pramenů a literatury.

V Liberci dne 26.11. 2005

Anotace bakalářské práce

Příjmení a jméno: Talián Radoslav

Název práce: Vliv parametrů kataforézní lázně na penetraci profilů

Obor: Materiály a technologie

Zaměření: Materiálové inženýrství

Vedoucí práce: Ing. Daniela Odehnalová

Číslo práce: KMT – B – 108

Počet stran: 53

Konzultant: Ing. Mirko Tomášek - Mega a.s. Bystřice nad Pernštejnem

Klíčová slova: Kataforéza

Ultrafiltrace

Anolytový systém

Elektroforéza

Penetrace barvy

Vodivost barvy

Resumé

Bakalářská práce je zaměřena na problematiku kataforézy v praxi, konkrétně na vliv parametrů kataforézní lázně na penetraci profilů. Hlavním cílem práce je zjistit závislost penetrační schopnosti barvy na jejích parametrech; především na teplotě barvy, na množství rozpouštědel a na čase povlakování.

Annotation

Name: Talián Radoslav

Specialization: Materials and technology

Focusing: Material engieneering

Theme of BSC work:

Number of BSC work: KMT – B – 108

Number of pages: 53

Leader of BSC work: Ing. Daniela Odehnalová

Consulter: Ing. Mirko Tomášek – Mega a.s. Bystřice nad
Pernštejnem

Key words: E-coat

Anolyte systém

Electrophoresis

Penetration

Paint conductivity

Summary

This work is intent to problems of e-coat in practise specially to influence of parametres of e-coat bath on the penetration of tubes. The main target of this work is to find dependence of throwing power on the parametres of the paint; first on a temperature, amount of solvents an the coating times.

OBSAH

1 Úvod	8
2 Teoretická část	9
2.1 Definice základních pojmů	9
2.2 Kataforéza	10
2.2.1 Historie kataforézy	10
2.2.2 Princip kataforézy	10
2.2.3 Elektrochemická reakce	13
2.2.4 Mechanismus vylučování barvy na lakovaném povrchu	15
2.2.5 Penetrace barvy	17
2.2.6 Udržování parametrů lázně	20
3 Experimentální část	27
3.1 Stanovení hypotézy	27
3.2 Popis experimentu	27
3.3 Charakteristika vzorku	28
3.4 Interpretace výsledků	31
4 Závěr	51
5 Prameny a literatura	53

1 ÚVOD

Ve své bakalářské práci se zabývám problematikou kataforézy, která v současné době patří k jednomu z nejefektivnějších způsobů nanášení barvy na povrch kovových materiálů. Podstatná část práce je zaměřena na penetrační schopnosti barvy a jejich ovlivnění. Hlavním důvodem, proč jsem se rozhodl toto téma zpracovat je fakt, že pracuji jako technik a laborant v lakovně, kde se nanášení barvy pomocí kataforézy využívá. Dalším důvodem je to, že v provozních manuálech jsou popsány vlivy na tloušťku vrstvy vyloučené barvy, nikoliv však vlivy na penetrační schopnosti barvy.

Hlavním cílem této práce je zjistit vliv parametrů kataforézní lázně na penetraci profilů. Práce je rozdělena na dvě části – teoretickou a experimentální.

V teoretické části uvádím přehled dosavadního zkoumání problému autorů, kteří se touto problematikou již zabývali. Popisuji zde historii, podstatu, principy kataforézy a základní elektrochemické reakce, které při ní probíhají. Podrobně se věnuji procesu penetrace barvy.

V experimentální části zjišťuji penetrační schopnosti a jejich ovlivnění teplotou barvy, obsahem rozpouštědel a časem nanášení barvy. V této části jsem si stanovil tyto problémy: zda s rostoucí teplotou klesá penetrační schopnost barvy, zda s rostoucím obsahem rozpouštědel klesá penetrační schopnost barvy a zda s delší dobou nanášení stoupá penetrační schopnost barvy. Uvádím zde také nové poznatky, ke kterým jsem během svého šetření došel. Výsledky jsou interpretovány a doloženy v tabulkách a grafech.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Definice základních pojmů

Elektroforéza: usměrněný pohyb iontů ve vodivém prostředí působením elektrického napětí. Taktéž nanášení barvy na kovové předměty ponořené v barvě působením elektrického proudu při napětí mezi povlakovaným předmětem a elektrodou opačné polarity se nazývá elektroforéza.

Pokud je barva nabita záporně (-), povlakovaný předmět je připojen k anodě (+), je barva anionaktivní a proces nazýváme „**anaforéza**“.

Je-li barva nabita kladně (+), povlakovaný předmět je připojen ke katodě (-), je barva kationaktivní a proces se je označován jako „**kataforéza**“ [1].

Pojivo: nebo-li „Binder“ je směs polymerů nebo pryskyřic, schopná vytvořit homogenní vrstvu a vytvrdit se v atmosféře, působením vysokých teplot nebo chemickou reakcí s jinými látkami tzv. tužidly.

Pigmentová pasta: koncentrát jemně namletých pigmentů a minerálních plniv rozmíchaný v malém množství pojiva.

Pigment: prášková složka barvy, která dodává vrstvě barvu a kryvost.

Plnivo: dodává barvě několik důležitých vlastností, jako například viskozitu, ochranu proti korozi, či barevnou stálost. Pigment spolu s plnivem tvoří tzv. pigmentovou pastu.

P.C.V: koncentrace pigmentové pasty v objemu.

$PCV = (\text{objem pigmentu} + \text{plniva}) / (\text{objem pigmentu} + \text{plniva} + \text{objem suchého pojiva})$ **P/B:** hmotnostní poměr pigmentu ku binderu (pojivu) v barvě. P/B souvisí s PCV. PCV je však nesnadné zjistit, protože potřebujeme znát přesný objem lázně. Proto je snadnější, máme-li vhodné vybavení, určit hmotnostní poměr P/B.

$P/B = (\text{hmotnost pigmentu} + \text{plniva}) / (\text{hmotnost suchého bindru})$ [1].

Sušina: hmotnostní poměr pevného podílu barvy po kompletním vysušení ku hmotnosti barvy v procentech.

Penetrace: Schopnost barvy být elektrodeponována v dutinách [2].

2.2 KATAFORÉZA

2.2.1 Historie

Elektroforéza je relativně mladý proces. Poprvé byla průmyslově použita anaforéza v USA v roce 1963 v automobilce Ford k povrchové úpravě menších součástí automobilů. První společností na světě, kde byla použita anaforéza k povlakování celých automobilových skeletů byl Peugeot v roce 1967.

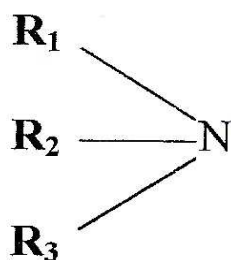
V průběhu sedmdesátých let byl firmou PPG vyvinut kataforetický proces (první průmyslové využití v USA 1975) , který se postupně rozšířil do celého světa a je využíván všemi velkými světovými automobilkami. Anaforéza se v současné době téměř nepoužívá, proto v dalším textu bude používán pouze termín „kataforéza“.

2.2.2 Princip kataforézy

Kataforetická lázeň PPG obsahuje tři hlavní složky:

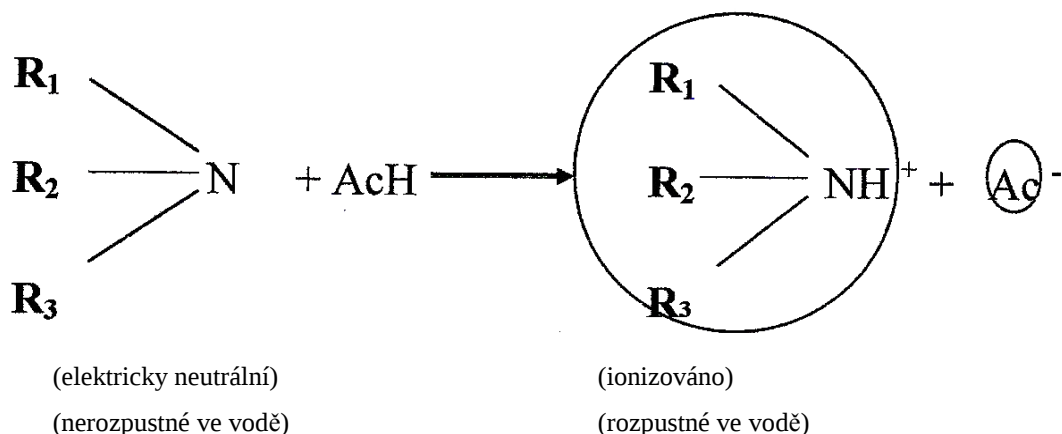
- pojivo tj. kationaktivní polymer
- pigmentová pasta tj. koncentrát jemně mletých pigmentů a plniva spolu s polymerními nosiči (kationaktivní pryskyřice)
- demineralizovaná voda „demivoda“

Kationaktivní polymer je polyaminová epoxidová pryskyřice neutralizovaná nízkomolekulární jednomocnou kyselinou [1].



Obr.1 Amin [1]

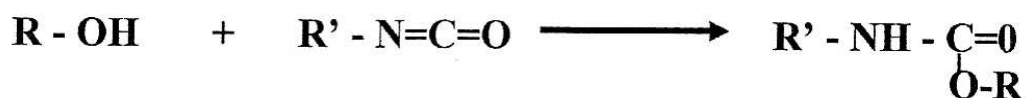
Amin dle obr.1 je ve vodě nerozpustný a elektricky neutrální, tedy nemůže být elektrodeponován. Proto musí být neutralizován kyselinou (zde AcH) ve vodném prostředí, polymer disociuje na kation (+) a anion (-) viz obr.2 . Vzniká aminová sůl; molekula se stává rozpustnou ve vodě.



Obr.2 Neutralizace aminové molekuly [1]

Během procesu elektrického povlakování kationaktivní polymer směřuje ke katodě (povlakovanému předmětu) a anionty (Ac^-) k anodě.

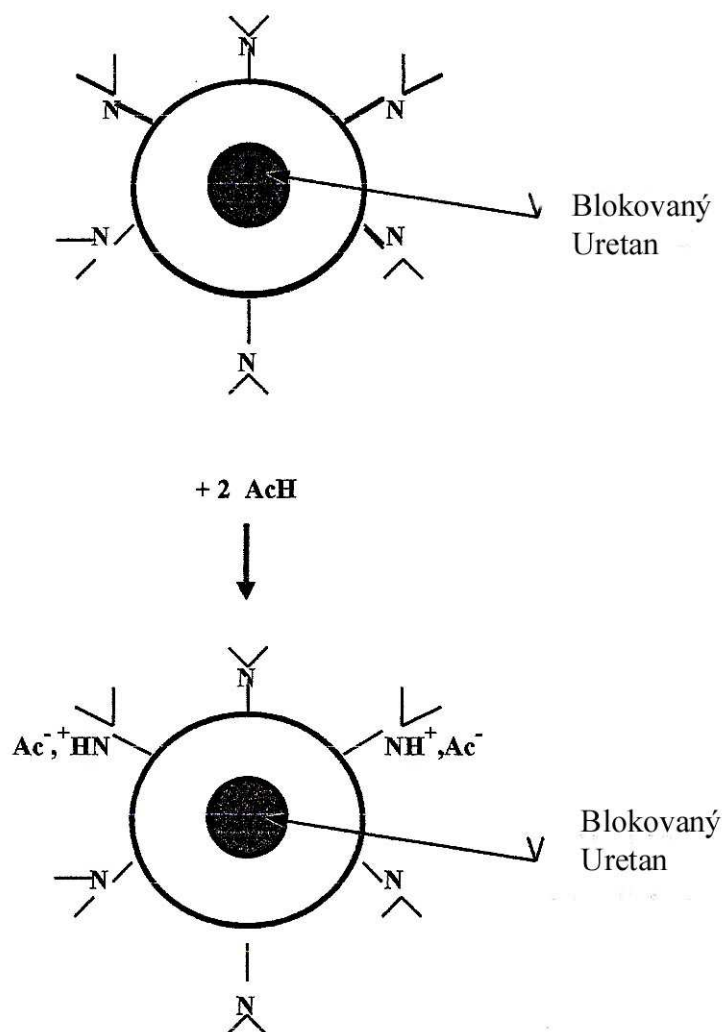
Po vyloučení vrstvy barvy na katodě, přestává být tato vodivou a stává se opět nerozpustnou ve vodě. Tato vrstva musí být následně vytvrzena reakcí s jiným polymerem. V této fázi se uplatní hydroxylové skupiny podél molekulového řetězce v kationaktivní pryskyřici, které reagují s isokyanáty (taktéž přítomnými v pryskyřici) za vzniku uretanových sloučenin.



Aby se zabránilo předčasné polymeraci (v lázni), je pryskyřice asociována (spojena) s tzv. blokováním uretanovým prepolymerem. „Blokovaný“ znamená, že jeho reaktivita je potlačena, dokud nedosáhne tzv.

deblokační teploty. Blokačním činidlem je těkavý alkohol; pokud je dosaženo deblokační teploty (v peci), alkohol se odpaří, isokyanátu se navrací jeho reaktivita a barva polymeruje [1].

Ve skutečnosti kationaktivní pryskyřice není nikdy kompletně neutralizovaná, protože počet molekul kyseliny je nižší než aminových skupin na polymeru. Na jednu molekulu se šesti aminovými skupinami připadají dva atomy kyseliny; z toho vyplývá tzv. „neutralizační poměr“ molekuly 33%.



Obr.3 Kationaktivní pryskyřice z 33% neutralizovaná [1]

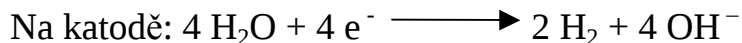
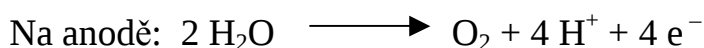
2.2.3 Elektrochemické reakce

Proces elektropovlakování může proběhnout za těchto podmínek:

- nízká viskozita barvy
- upravované díly musí být kovové
- anoda musí být kompletně ponořena v barvě
- barvený díl (katoda) i anoda musí být připojeny ke zdroji stejnosměrného proudu
- barva je elektricky vodivá

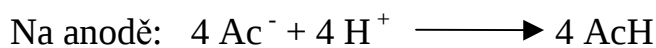
Barva se při průchodu elektrického proudu chová jako elektrolyt; tzn. v roztoku vzniká elektrické pole. Na elektrodách probíhají tři druhy reakcí [2]:

1. Elektrolýza vody

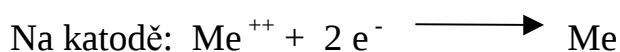
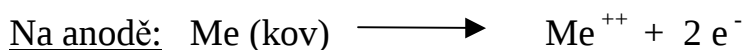


Na anodě je uvolňován plynný kyslík, na katodě se uvolňuje plynný vodík a to dvojnásobný objem než kyslíku. Obě tyto reakce jsou nezbytné k realizaci dalšího typu reakce:

2. Elektrolytické vylučování



3. Vedlejší reakce



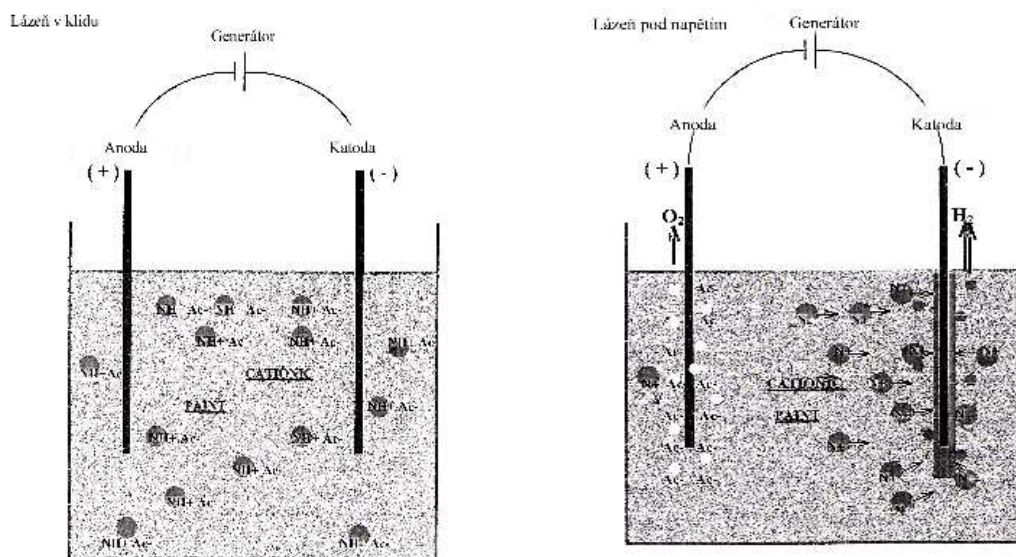
Vylučování barvy probíhá tedy ve čtyřech propojených bodech:

- elektrolýza vody
- migrace iontů (elektroforéza)
- koagulace polymeru na katodě
- vylučování vody osmotickým tlakem z rozhraní koagulované barvy a lázně – povlak barvy na katodě se stává homogenním [2]

V okamžiku, kdy je barva vylučována na katodě, je vylučován plyný vodík. Pokud se tak děje překotně (např. při příliš vysokém napětí , v povrchu barvy vznikají trhliny a stopy po bublinkách. Pokud je pryskyřice vysoce ionizovaná, defekty se zhoršují, protože NH^+ skupiny v ionizovaných molekulách vyžadují stejné množství OH^- skupin. K vytvoření OH^- skupin se spotřebuje stejné množství elektronů e^- , což vede k vytvoření ekvivalentního množství vodíku (viz. elektrochemické reakce 1 a 2 na katodě).

Velká spotřeba elektrické energie, riziko defektů v povrchu barvy a dostatečná rozpustnost ve vodě jsou hlavní důvody, proč kationaktivní binder není nikdy kompletně neutralizován. Neutralizační poměr lázně (počet Ac^- / počet N) je regulován mezi 40% až 60% [2].

Z rovnic vedlejších reakcí rovněž vyplývá vysoké riziko koroze anod, proto je nutné pro anody používat nekorodující materiály (grafit, nerezová ocel) [2].



Obr.4 Kataforézní lázeň v klidu a při povlakování

2.2.4 Mechanismus vylučování barvy na lakovaném povrchu

Při aplikaci konstantního napětí mezi katodou a anodou vzniká elektrický proud podle Ohmova zákona:

$$U = R \cdot I$$

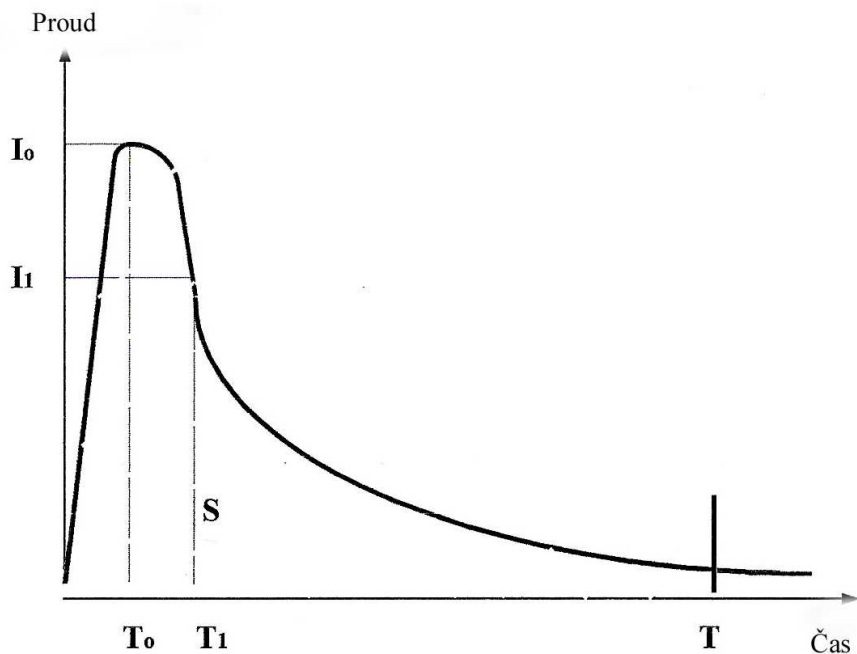
Napětí U je během celého procesu povlakování konstantní, elektrický proud při startu procesu naroste na hodnotu $I_0 = U/R_1$, kde R_1 je elektrický odpor lázně mezi katodou a anodou. Odpor R_1 je přímo úměrný resistivitě r barvy, vzdálenosti mezi elektrodami L a nepřímo úměrný povlakované ploše S [2].

$$R_1 = r \cdot L / S$$

Koagulovaná vrstva barvy má elektrický odpor R_f , který postupně narůstá s tloušťkou vylučované vrstvy, takže v čase $T_1 > T_0$ prochází proud $I_1 < I_0$:

$$I_1 = U / (R_1 + R_f)$$

S časem procházející proud v lázni klesá; jak tloušťka barvy T_f stoupá, velikost proudu asymptoticky klesá k nule [2].



Obr.5 | Závislost proudu při povlakování na čase

Když je procházející proud příliš nízký, koagulace barvy na povrchu se zastaví, protože povlakovaná část je nyní elektricky nevodivá. Celkový elektrický náboj prošlý obvodem za čas T je přímo úměrný procházejícímu proudu a času T :

$$Q = \int I \cdot dt$$

Množství vyloučené barvy je přímo úměrné náboji Q ; pro upravovanou plochu je reprezentováno tloušťkou vrstvy $T_f = k \cdot Q = k' \cdot I$, kde k a k' jsou konstanty zahrnuté ve výpočtu času povlakování [2].

Z výše uvedeného plyne, že tloušťka vrstvy vyloučené barvy je :

- a) přímo úměrná povlakovacímu napětí (U)

- b) přímo úměrná času povlakování (**T**)
- c) nepřímo úměrná rezistivitě lázně (**ρ**)
- d) nepřímo úměrná vzdálenosti mezi anodou a katodou (**L**)
- e) nepřímo úměrná elektrickému odporu vyloučené vrstvy barvy (**R_f**)

Zdá se, že tloušťku vrstvy vyloučené barvy lze jednoduše ovlivnit změnou některé z popsaných veličin. Nejčastěji se používá změna povlakovacího napětí, protože je zde okamžitý efekt, nicméně jsme omezeni jeho použitelnou nejvyšší hodnotou; při příliš vysoké intenzitě elektrického pole dochází k překotné tvorbě plynného vodíku (viz elektrochemické reakce) provázené vznikem defektů ve vrstvě barvy. Změna povlakovacího času přináší podobný efekt, ale v praxi je většinou neproveditelná, neboť v seriové výrobě je čas povlakování pevně dán rychlostí dopravníku. Dále je možno tloušťku vyloučené vrstvy barvy ovlivnit vodivostí lázně například množstvím polárních rozpouštědel, nebo změnou teploty lázně. Zde je nevýhodou (vzhledem k objemu lázně) doba, za kterou se parametry lázně dají změnit [1].

2.2.5 Penetrace barvy

Jestliže je v lázni ponořeno těleso (jako například na obrázku č.6), jehož části jsou v nestejně vzdálenosti (L_a, L_b, L_c) od anody, probíhá nanášení barvy následovně: Po připojení napětí začne probíhat elektrický proud dle rovnice

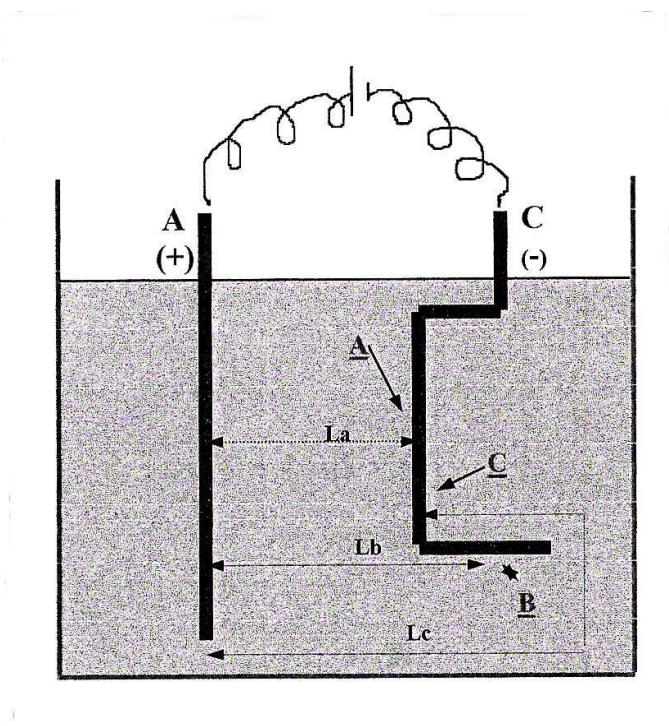
$$I_o = U.s / \rho.L$$

U – elektrické napětí

s – povlakovaná plocha

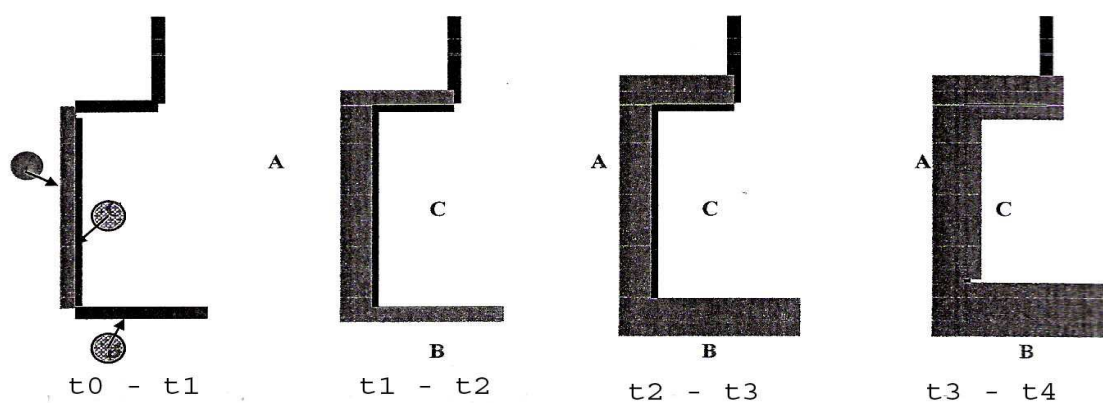
ρ - rezistivita lázně

L – vzdálenost povlakovaného povrchu od anody



Obr.6 Členité těleso v lázni [2]

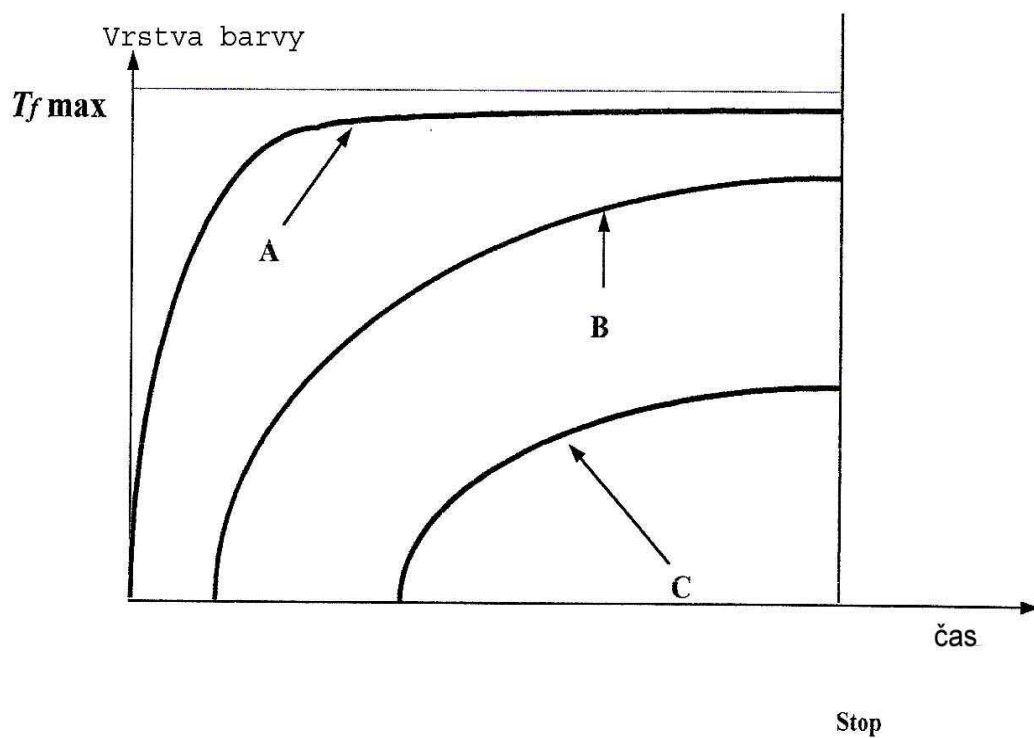
Počáteční proud I_0 nebude však všude stejný a ve stejnou chvíli, což je možno vidět v grafu na obr.9. Bude tedy $I_{0a} > I_{0b} > I_{0c}$. Vylučování barvy probíhá dle následujícího schematu [2].



Obr.7 Schéma nanášení barvy na členitý povrch [2]

Čas	$t_0 - t_1$	$t_1 - t_2$	$t_2 - t_3$	$t_3 - t_4$
Povrch A	Začíná nanášení na povrchu A	Klesá vodivost povrchu A, el. pole se přesouvá na vzdálenější části	Vylučování barvy na povrchu A ukončeno	Žádný další vývoj
Povrch B	Povrch B není povlakován	Začíná nanášení na povrchu B	Klesá vodivost povrchu B	Vylučování barvy na povrchu B ukončeno
Povrch C	Povrch C není povlakován	Povrch C není povlakován	Začíná nanášení na povrchu C	Povlakování povrchu C až do konce cyklu

Obr.8 Povlakování jednotlivých částí dílu v čase [2]



Obr.9 Průběh vylučování barvy na jednotlivých částech povlakovaného dílu [2]

Z uvedeného vyplývá, že tloušťka nanesené vrstvy barvy je na různých částech odlišná (viz grafické znázornění na obr.10).

Tento jev je výrazně patrný u uzavřených (a samozřejmě navrtaných) profilů, kde nanášení barvy začíná prakticky až v okamžiku, kdy mezi anodou a vnějším povrchem proud téměř neprochází [2].

V praxi je velmi důležité nastavení parametrů lázně a podmínek povlakování tak, aby při vyloučení přiměřené vrstvy (25 – 35 mikronů) na vnějším povrchu byla nanesena vnitřní vrstva (min. 8 mikronů), která zajistí optimální korozní odolnost.

2.2.6 Udržování parametrů lázně

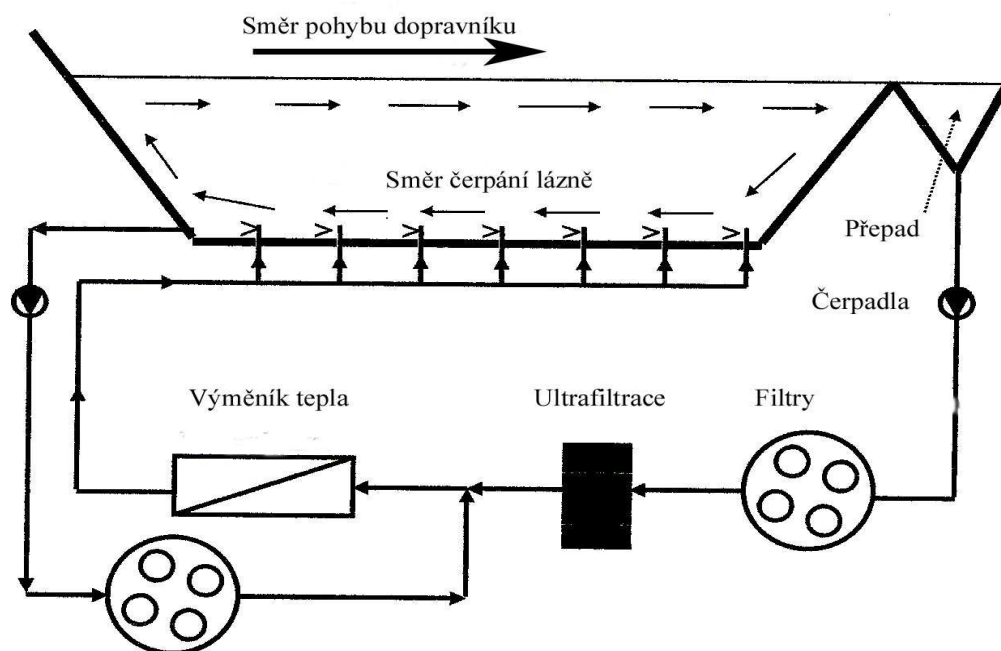
Aby byly zajištěny konstantní podmínky povlakování a stabilní kvalita vyloučené vrstvy barvy na všech kusech, je třeba permanentně udržovat stabilní podmínky v lázni. Stabilita lázně znamená, že se lázeň musí míchat, aby nedocházelo k usazování pevných částic na dně tanku či na horizontálních plochách povlakovaných skeletů a musí být udržována nastavená teplota lázně v rozmezí plus minus 0,5°C. Dále se udržuje stabilní sušina lázně doplňováním spotřebovaných surovin, musí se eliminovat okyselování lázně, ke kterému dochází při procesu povlakování, v neposlední řadě je nutno z lázně odstraňovat nečistoty.

Nejdůležitějším prvkem v udržování lázně je cirkulace barvy. Ta splňuje tři hlavní účely:

- *udržuje homogenní složení barvy v celém objemu lázně a zabraňuje usazování pevných částic (kataforetická barva má silný sklon k usazování a bez míchání je během chvíle nepoužitelná)*
- *čištění lázně od mechanických nečistot – v cirkulačním okruhu jsou zařazeny filtrační jednotky*

- *udržuje konstantní teplotu lázně* – lázeň je ohřívána teplem z chemických reakcí při procesu povlakování a energií z mechanické práce čerpadel cirkulace [3].

Míchání lázně probíhá čerpáním barvy ze dna tanku směrem ke hladině, a přepadem zpět do tanku. Přepad udržuje stálou hladinu v tanku. Na schematickém zobrazení kataforetické lázně je možno vidět cirkulační okruh včetně filtračních jednotek, výměníku tepla a ultrafiltrační jednotky.



Obr.10 Schéma kataforezní lázně [3]

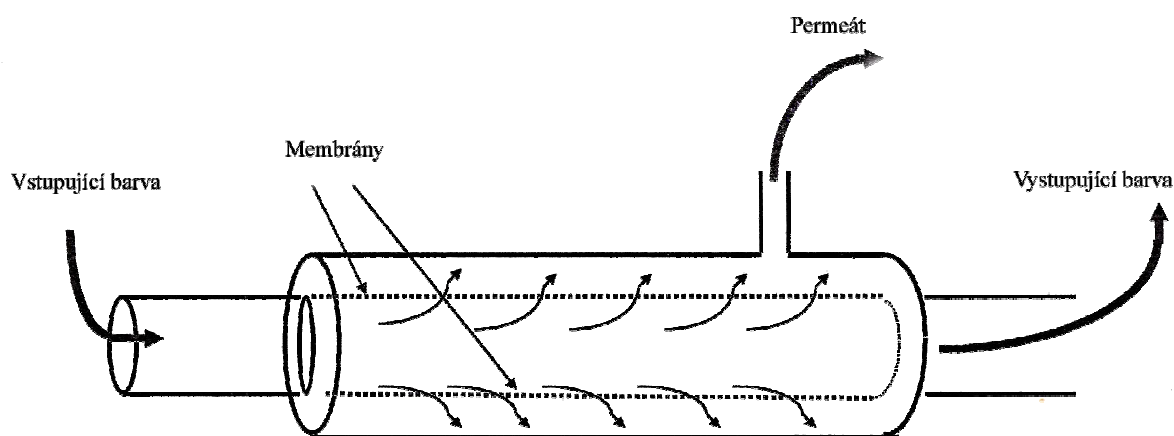
V ultrafiltračních jednotkách se vyrábí tzv. ultrafiltrát. Ultrafiltrát je téměř čirá nažloutlá kapalina jejíž hlavní složkou je voda. Dále obsahuje malé množství rozpouštědel, nízkomolekulární vodou rozpustné minerální a organické soli, aminy. Ultrafiltrát se používá hlavně k oplachu skeletů na výstupu z kataforezní lázně od zbytků nezkoagulované barvy, která se normálně na skeletu vyváží z lázně. Oplachový tank s ultrafiltrátem je

zařazen hned za vlastním tankem s kataforézou. Dopouštěním z oplachového tanku je udržována konstantní hladina kataforézní lázně. Tím je zároveň zajištěn téměř bezeztrátový provoz kataforézy, neboť se takto do kataforézní lázně vrací většina nezreagované barvy vyvážené na skeletech.

Dalším úkolem ultrafiltrátu je udržovat čistotu lázně. Při kataforézním procesu je lázeň zanášena minerálními (fosfátovými) solemi vnášenými z předúpravy, stejně tak v barvě narůstá množství rozpouštědel (jak soli tak rozpouštědla procházejí membránou do ultrafiltrátu) . Jejich úroveň se reguluje odpouštěním určitého podílu ultrafiltrátu a jeho nahrazením demivodou.

Princip ultrafiltrace spočívá v čerpání barvy pod tlakem skrz velmi jemně porézní membránu o porozitě $0.01 - 0.02 \mu\text{m}$, na membráně dochází k oddělení čerstvého ultrafiltrátu (tzv. permeátu) z barvy. Permeát je dále čerpán do zásobníku a dle potřeby do oplachového tanku a dále do vlastní barvy [3].

Schema ultrafiltrace

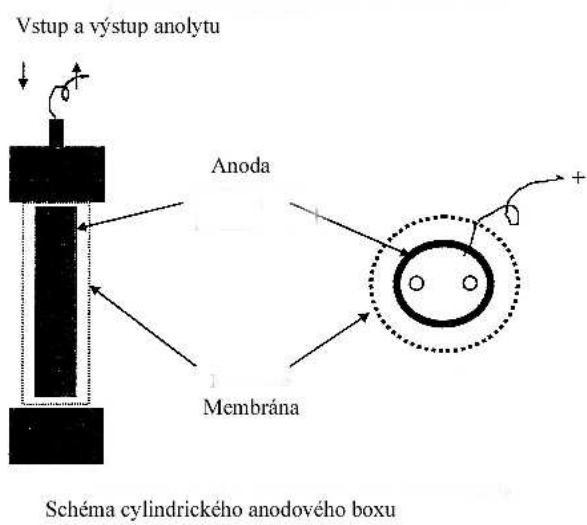


Obr.11 Princip ultrafiltrace [3]

Jak plyne z reakcí na elektrodách v průběhu elektropovlakování, kationty se zúčastňují povlakování na katodě a ekvivalentní množství aniontů je přitahováno k anodě. Následkem toho se kataforézní lázeň postupně okyseluje, což může vést k problémům jako například nadměrná neutralizace kationaktivní pryskyřice (riziko defektů ve vyloučené barvě).

Zároveň se stoupající kyselostí lázně stoupá její vodivost, což vede k vyloučení vyšší vrstvy barvy při stejném času i napětí povlakování. K regulaci kyselosti lázně a k eliminaci vznikajících aniontů slouží tzv. Anolytový systém.

Princip je tento: Každá anoda je v boxu z nevodivého materiálu a od lázně je oddělena speciální elektrodializační membránou. Elektrodializační vlastnosti znamenají, že membrána je během procesu elektropovlakování propustná pro anionty směrem z lázně k anodě a naopak nepropustná pro vodu, rozpouštědla, pryskyřici i pigmenty. V důsledku toho se formují kyselé AcH molekuly v blízkosti anody. Vnitřek anodového boxu je naplněn Anolytem, což je roztok kyselin o nízké koncentraci v demivodě. Z uvedeného plyne, že generovaná kyselost je „uzavřena“ v anodovém boxu, tedy je odváděna z kataforézní lázně. Všechny anodové boxy jsou propojeny v uzavřeném Anolytovém okruhu se zásobníkem anolytu. Vlastní účinnost systému je regulována pomocí vodivosti (vodivost je přímo úměrná kyselosti) anolytu. Čím je nižší vodivost anolytu, tím vyšší množství aniontů prochází přes membránu. V praxi se nastavuje maximální přípustná vodivost anolytu, při jejímž překročení je jeho část odpuštěna do odpadu a nahrazena adekvátním množstvím demivody.



Obr.12 Anodový box [2]

Pro názornost přikládám fotografie z KTL procesu v podniku Karosa Vysoké Mýto a.s. [4]



Obr.13 Pohled do lakovací kabiny. KTL lázeň v pozadí, v popředí oplachová vana s ultrafiltrátem



Obr.14 Zavážení skeletu autobusu do kataforézní lázně



Obr.15 Nalakovaný skelet je vyvážen z lázně



Obr.16 Skelet autobusu v oplachové vaně, kde je přebytečná barva smyta Ultrafiltrátem

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 STANOVENÍ HYPOTÉZY

Hlavním cílem práce je zjistit závislost penetrační schopnosti barvy (tj. schopnosti být elektricky vylučována v dutinách) na jejích parametrech; především na teplotě barvy, na množství rozpouštědel a na čase povlakování. Tato vlastnost je důležitá především s ohledem na hospodárnost celého KTL procesu, neboť optimálním nastavením parametrů povlakování dosáhneme vyloučení minimální tloušťky vrstvy zaručující protikorozi odolnost uvnitř dutin při optimální tloušťce vyloučené barvy na vnějším povrchu.

V této práci jsem stanovil následující hypotézy:

Hypotéza 1: S rostoucí teplotou barvy se zhoršuje její penetrační schopnost

Hypotéza 2: Se zvyšující se koncentrací rozpouštědel se zhoršuje penetrační schopnost barvy

Hypotéza 3: S narůstajícím časem povlakování se zlepšuje penetrace barvy

3.2 POPIS EXPERIMENTU

V laboratorních podmínkách byla připravena kataforézní lázeň 6. generace typ EP 2000 o objemu 5 litrů (viz náčrtek). Povlakování vzorků probíhalo při konstantním napětí 180 V a teplotách 26°C, 30°C a 34°C. Při každé teplotě byl povlakován jeden vzorek po dobu 90 s, jeden 180 s a jeden po dobu 300 s. Poté byla v lázni zvýšena úroveň rozpouštědel o 0,5% a opět byly povlakovány vzorky při konstantním napětí 180 V teplotách 26°C, 30°C a 34°C a při každé teplotě po dobu 90 s, 180 s a 300 s. Bylo získáno celkem 18 vzorků (9 z každé lázně).

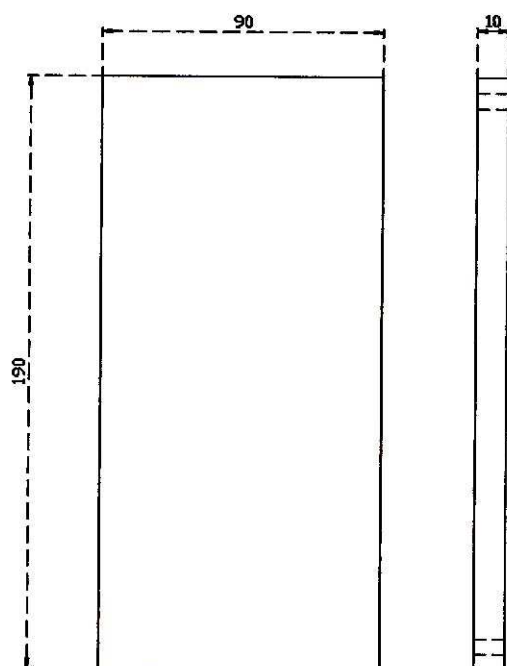
Po vytvrzení byly všechny vzorky rozebrány a byla u nich změřena průměrná vrstva barvy na vnějším povrchu vzorku a vrstvy barvy na vnitřním povrchu vzorku ve vzdálenostech 10 mm, 50 mm, 100 mm a 150 mm od spodního okraje vzorku.

K měření byl použit tloušťkoměr Deltascope MP3C pracující na principu magnetické indukce. Každá hodnota v tabulce byla získána průměrem z pěti měření. Výsledky měření jsou uvedeny v tabulkách a grafech.

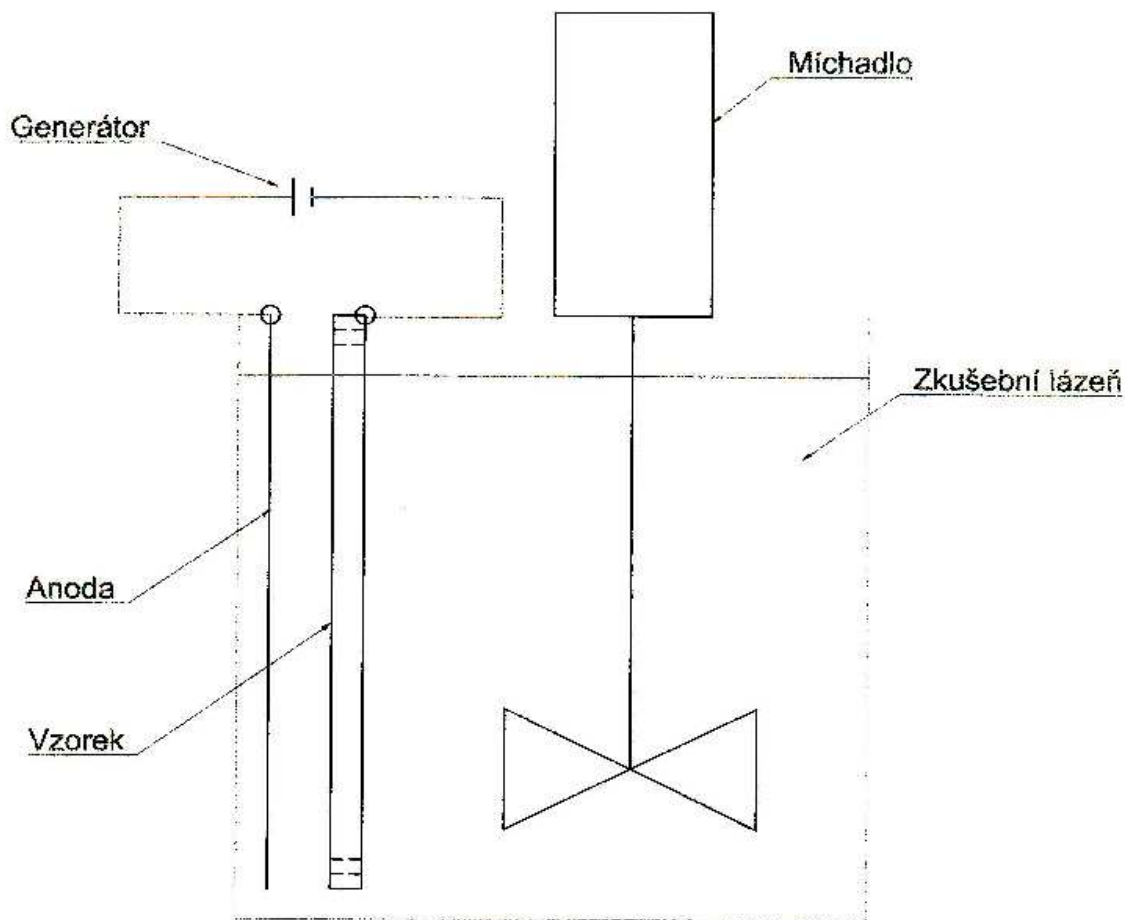
Graficky jsou vyhodnoceny závislosti vnější průměrné vrstvy a vnitřní průměrné vrstvy na parametrech povlakování, dále poměr vnitřní průměrné vrstvy ku vnější průměrné vrstvě (v procentech) a poměr nejvzdálenější vnitřní vrstvy ku průměrné vnější vrstvě v závislosti na podmínkách povlakování.

3.3 CHARAKTERISTIKA VZORKU

Vzorek byl zhotoven ze dvou destiček z ocelového plechu o rozměrech 90 x 190 x 1 mm v rozích slepených proti sobě přes distanční podložky na vzájemnou vzdálenost 10 mm. Potom byl na delších stranách neprodyšně oblepen hliníkovou lepicí páskou, která zároveň zajistila elektricky vodivé spojení obou destiček. Takto získaný vzorek simulující uzavřený profil byl zavěšen do barvy tak, aby byl horní konec vzorku nad hladinou a spodní konec 10 mm nad dnem lázně. Celkem bylo použito 18 vzorků.



Obr.13 Zkušební vzorek



Obr.14 Schema pokusné lázně

Kataforézní lázeň měla tyto parametry:

- Butylglykol 0,47%
- Hexylglykol 1,23%
- Sušina při 105°C 15,5%
- Poměr pigment/pryskyřice 0,138
- pH 5,81
- vodivost 1410 mikroSiemens
- mEq acide/ 100 g sušiny 22,3
- mEq amine/ 100 g sušiny 55,0

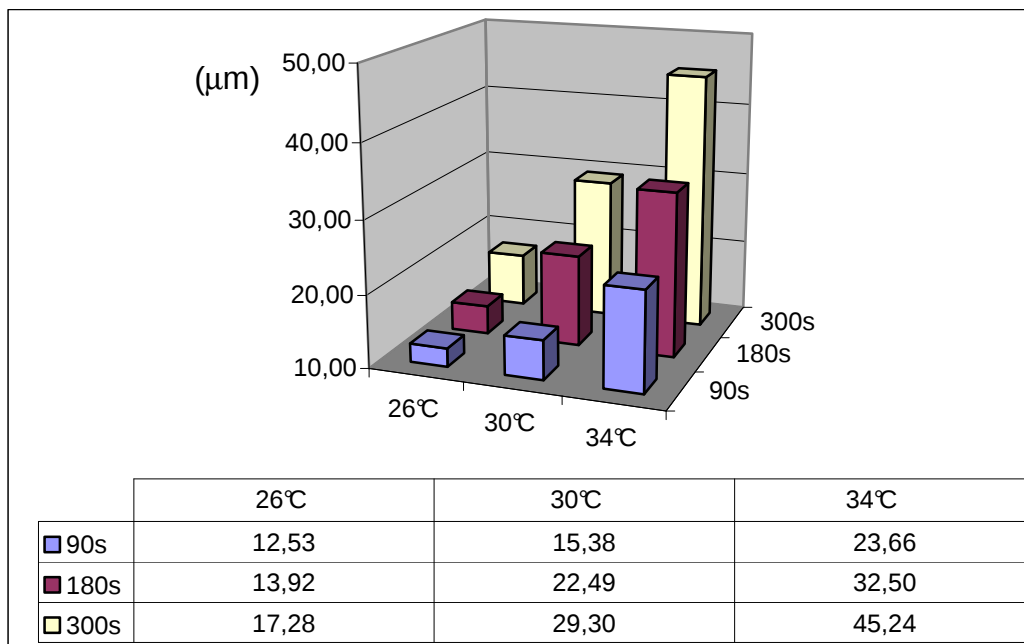
Pro druhou polovinu pokusů bylo do lázně přidáno 0,5% butylglykolu a 0,5% hexylglykolu [2].

3.4 INTERPRETACE VÝSLEDKŮ

Lázeň	Čas nanášení (s)	vnější průměrná vrstva (μ)	Vnitřní vrstva (μ) ve vzdálenosti od okraje				Vnitřní prům. vrstva (μ)	Poměr vrstev- vnitřní:vnější (%)	Poměr vrstev vnitřní 150 mm od okraje:vnější (%)	Číslo vzorku (č)
			10 mm	50 mm	100 mm	150 mm				
EP 2000 standard 26°C	90	12,53	11,33	9,21	7,34	6,66	8,64	68,91	53,15	1
	180	13,92	13,01	12,43	10,93	10,56	11,73	84,29	75,86	2
	300	17,28	16,70	16,07	13,67	13,51	14,99	86,73	78,18	3
EP 2000 standard 30°C	90	15,38	12,39	10,53	9,36	7,81	10,02	65,17	50,78	4
	180	22,49	20,51	18,82	17,30	16,01	18,16	80,75	71,19	5
	300	29,30	26,61	24,69	22,72	21,89	23,98	81,83	74,71	6
EP 2000 standard 34°C	90	23,66	18,89	16,37	13,68	11,28	15,06	63,63	47,68	7
	180	32,50	28,60	24,56	23,72	22,72	24,90	76,62	69,91	8
	300	45,24	41,31	35,24	32,69	31,61	35,21	77,83	69,87	9
EP 2000 + 0,5% rozp. 26°C	90	19,17	16,10	12,71	9,63	8,36	11,70	61,03	43,61	10
	180	29,74	24,11	21,99	20,13	18,63	21,22	71,33	62,64	11
	300	43,49	39,07	27,85	27,11	31,02	31,26	71,88	71,33	12
EP 2000 + 0,5% rozp. 30°C	90	25,25	19,71	15,82	12,92	10,66	14,78	58,52	42,22	13
	180	39,58	33,62	26,07	22,74	21,01	25,86	65,34	53,08	14
	300	59,85	53,96	40,99	32,25	32,22	39,86	66,59	53,83	15
EP 2000 + 0,5% rozp. 34°C	90	37,68	31,47	21,60	15,65	14,33	20,76	55,10	38,03	16
	180	59,33	50,65	32,97	26,81	25,61	34,01	57,32	43,17	17
	300	85,88	72,49	59,11	42,88	37,14	52,91	61,60	43,25	18

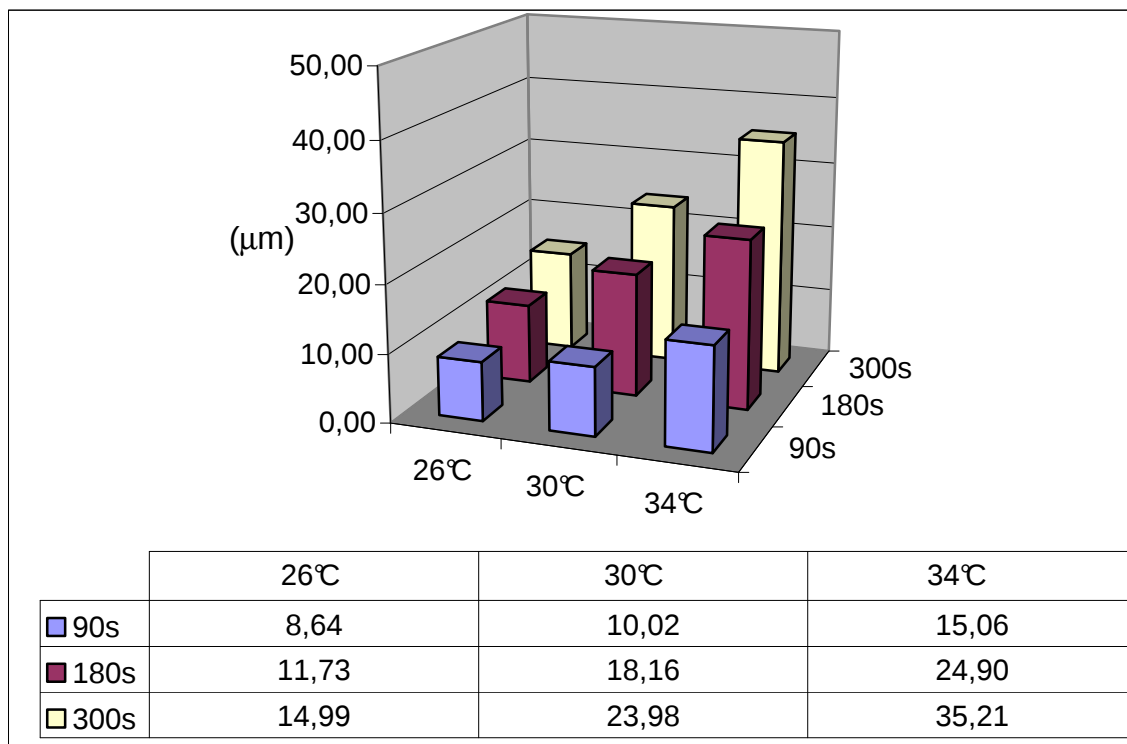
Tab.2 Naměřené hodnoty

V grafech číslo 1 a 2 budeme zkoumat závislost tloušťky vnější vrstvy barvy a tloušťky vrstvy barvy uvnitř vzorku. Předpoklad je, že se stoupající teplotou lázně nebo s delším časem povlakování budou obě vrstvy narůstat.



Graf 1 Vnější vrstva – EP 2000

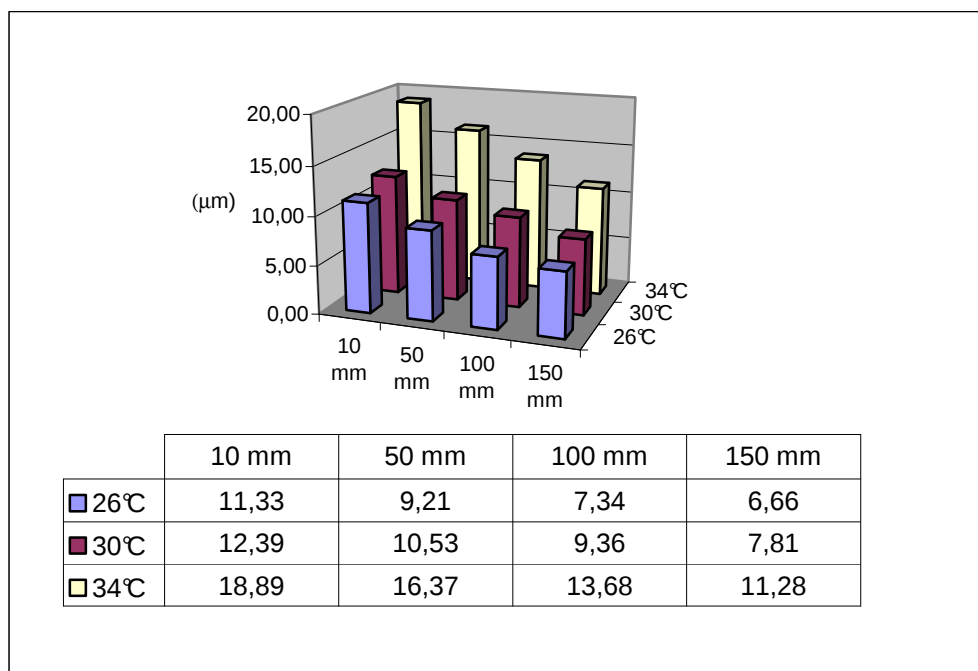
Z grafu 1 vyplývá, že vnější vrstva barvy při konstantní teplotě roste se vzrůstajícím časem nanášení. Stejně tak vrstva barvy narůstá s teplotou barvy.



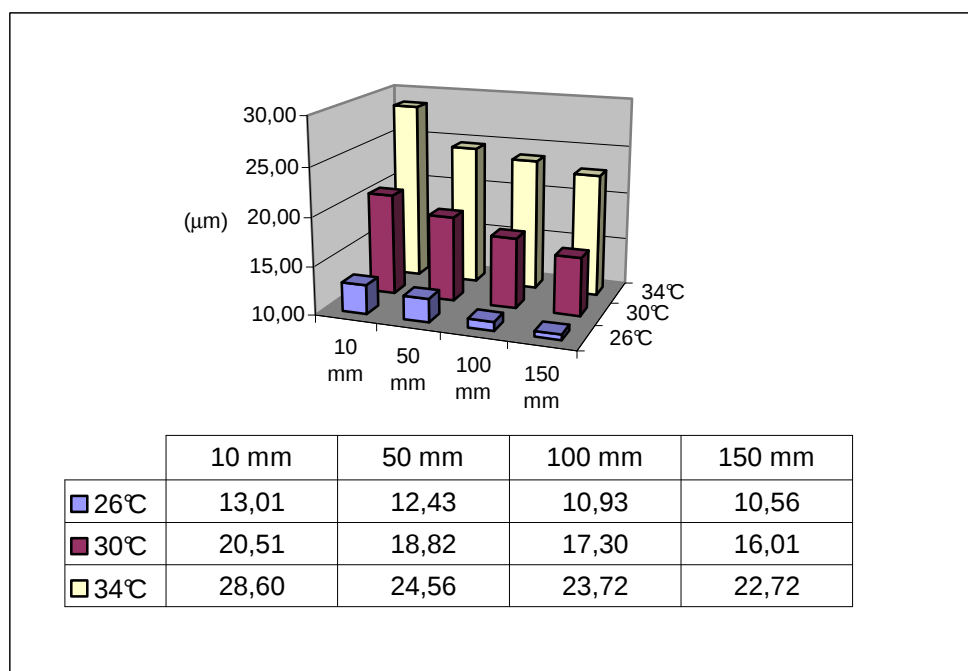
Graf 2 Vnitřní vrstva EP 2000

Z grafu 2 vyplývá, že i vnitřní vrstva barvy při konstantní teplotě roste se vzrůstajícím časem nanášení. Stejně tak vrstva barvy narůstá s teplotou barvy.

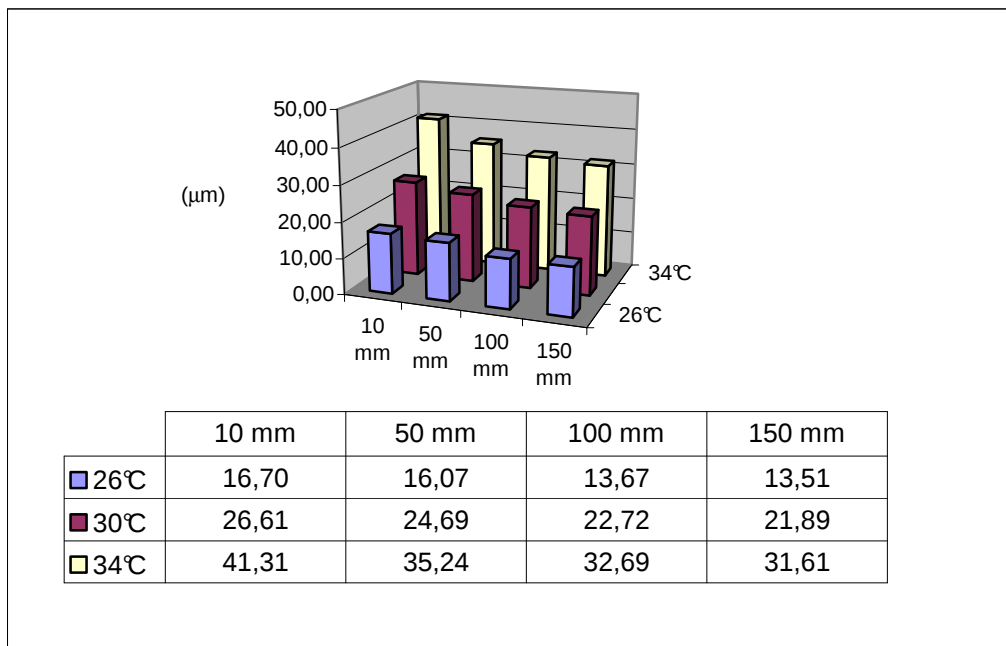
Grafy 3, 4 a 5 sledují tloušťku vrstvy barvy uvnitř vzorku ve vzdálenostech 10, 50, 100 a 150 od okraje vzorku. Pro každý čas nanášení barvy je jeden graf, kde jsou graficky znázorněny tloušťky vrstvy barvy při každé teplotě. Předpokládám, že tloušťka vrstvy barvy se bude snižovat s narůstající vzdáleností od okraje.



Graf 3 Závislost tloušťky vnitřní vrstvy barvy na vzdálenosti od okraje EP 2000 čas nanášení 90 s



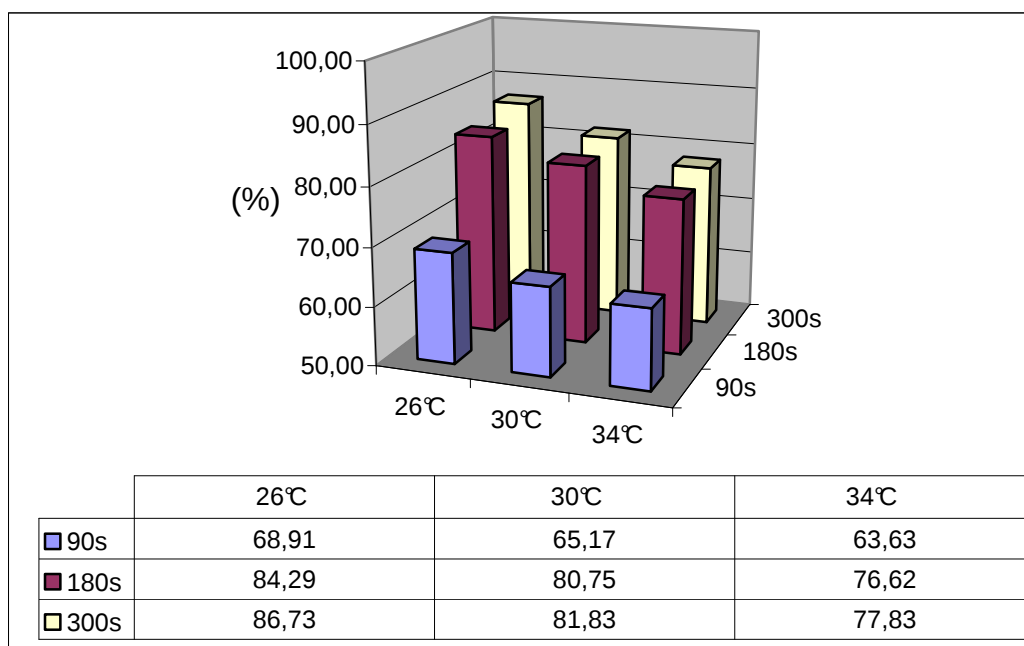
Graf 4 Závislost tloušťky vnitřní vrstvy barvy na vzdálenosti od okraje EP 2000 čas nanášení 180 s



Graf 5 Závislost tloušťky vnitřní vrstvy barvy na vzdálenosti od okraje EP 2000 čas nanášení 300 s

Z grafů 3, 4 a 5 zřetelně plyne, že vrstva barvy uvnitř vzorku klesá se vzdáleností od okraje vzorku.

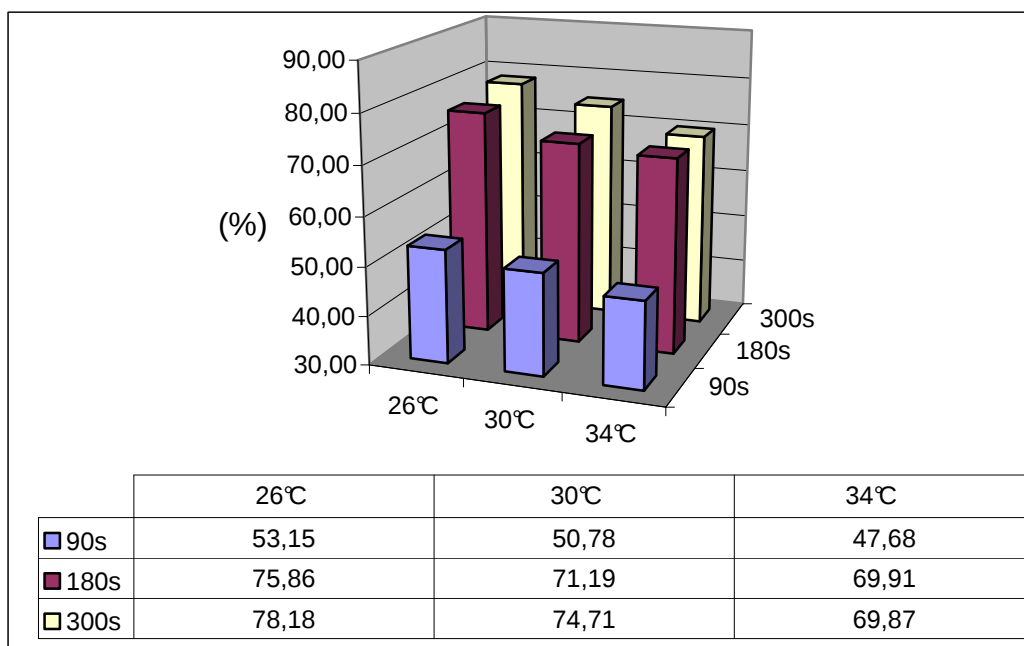
V grafu číslo 6 je sledována závislost poměru průměrné tloušťky vrstvy barvy uvnitř vzorku vůči průměrné vnější tloušťce barvy v závislostech na teplotě lázně a na čase nanášení barvy. Tento poměr je v praxi celkem důležitý, protože je třeba dosáhnout v dutinách výrobku minimální potřebné tloušťky vrstvy barvy zajišťující požadovanou korozní odolnost a zároveň nanášet optimální vrstvu barvy na vnějším povrchu výrobku. Tento parametr do značné míry souvisí s hospodárností provozu KTL procesu.



Graf 6 Poměr vnitřní vrstvy ku vnější EP 2000

Z grafu 6 lze vyčíst závislosti poměru průměrné vnitřní vrstvy ku průměrné vnější vrstvě barvy. Při konstantní teplotě barvy 26°C vidíme, že poměr vrstev je nejnižší při čase nanášení 90 s, maxima dosahuje při čase 300 s. Při teplotách 30°C a 34°C je opět poměr nejnižší při čase nanášení 90 s, ale výrazně naroste při 180 s a zůstává téměř konstantní i při čase 300 s. Teplotní závislost je taková, že při všech časech je maximální poměr vrstev při 26°C a s rostoucí teplotou klesá, což odpovídá předpokladu.

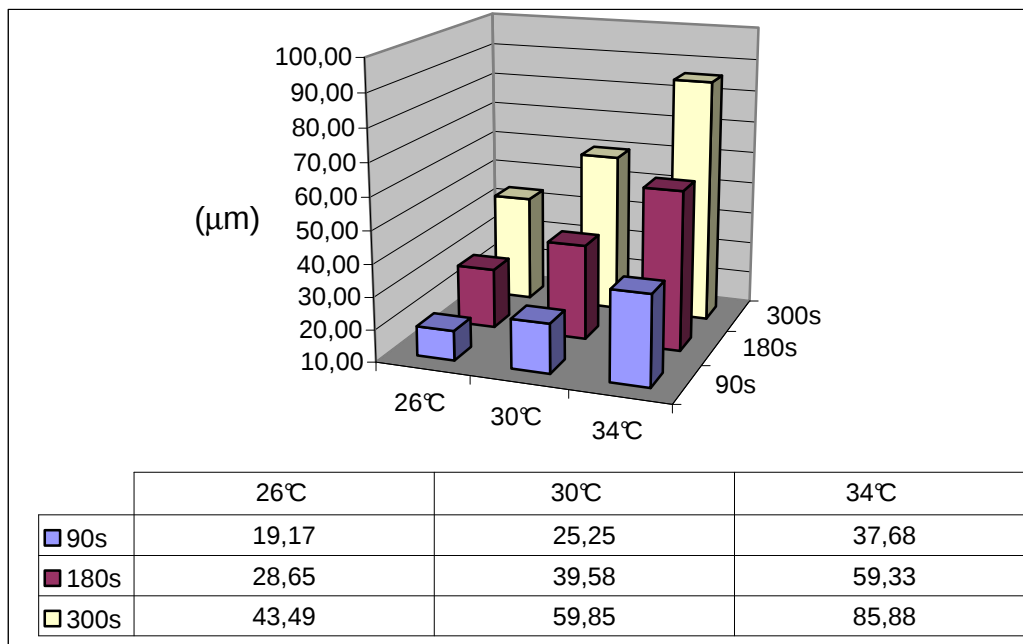
V grafu číslo 7 je sledována závislost poměru tloušťky vrstvy barvy uvnitř vzorku ve vzdálenosti 150 mm od okraje vzorku (nejdále od okraje) vůči průměrné vnější tloušťce barvy v závislostech na teplotě lázně a na čase nanášení barvy. V závislosti na tvaru dutiny může být tloušťka vnitřní vrstvy barvy víceméně homogenní, anebo se může dramaticky měnit. Proto je důležitá i nejslabší tloušťka barvy v dutině obvykle v nejdelší vzdálenosti od okraje dutiny. Stejně jako u průměrné tloušťky vrstvy barvy je třeba dosáhnout v dutinách výrobku minimální potřebné tloušťky vrstvy barvy zajišťující požadovanou korozní odolnost a zároveň nanášet optimální vrstvu barvy na vnějším povrchu výrobku. I tento parametr do značné míry souvisí s hospodárností provozu KTL procesu.



Graf 7 Poměr vnitřní vrstvy ve vzdálenosti 150 mm od okraje ku vnější vrstvě EP 2000

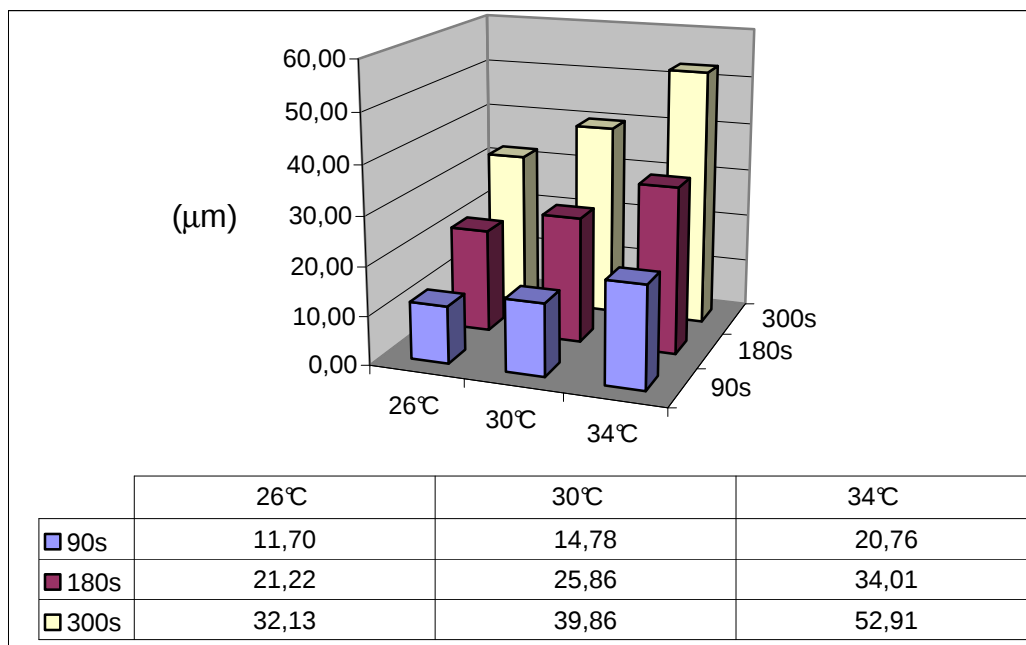
Z grafu 7 lze vyčíst závislosti poměru vnitřní vrstvy barvy ve vzdálenosti 150 mm od okraje ku průměrné vnější vrstvě barvy. Při konstantní teplotě je opět poměr nejnižší při čase nanášení 90 s, ale výrazně naroste při 180 s a nejvyšší je při čase 300 s. Teplotní závislost je taková, že Při konstantním čase je maximální poměr vrstev při 26°C a s rostoucí teplotou klesá, což odpovídá předpokladu.

Stejně jako v grafech číslo 1 a 2 budeme v grafech 8 a 9 zkoumat závislost tloušťky vnější vrstvy barvy a tloušťky vrstvy barvy uvnitř vzorku. Jedná se o přesně stejný experiment jako u grafů 1 a 2, jediným rozdílem je jiný obsah rozpouštědel. Předpoklad je, že se stoupající teplotou lázně nebo s delším časem povlakování budou obě vrstvy narůstat.



Graf 8 Vnější vrstva barvy EP 2000 + 0,5% rozpouštědel

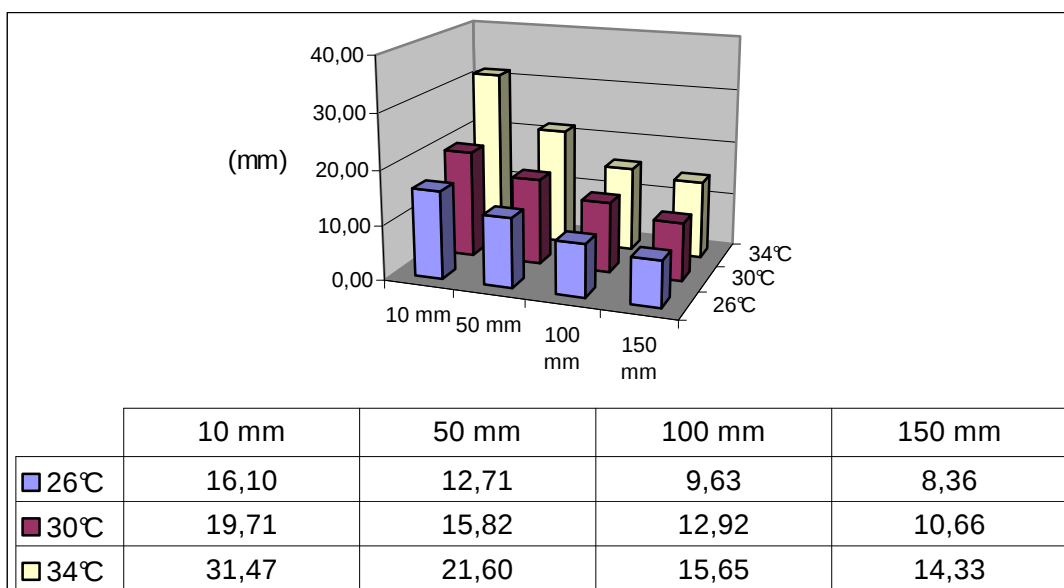
Z grafu 8 vyplývá, že vnější vrstva barvy při konstantní teplotě roste se vzrůstajícím časem nanášení. Stejně tak vrstva barvy při konstantním čase nanášení narůstá s teplotou barvy.



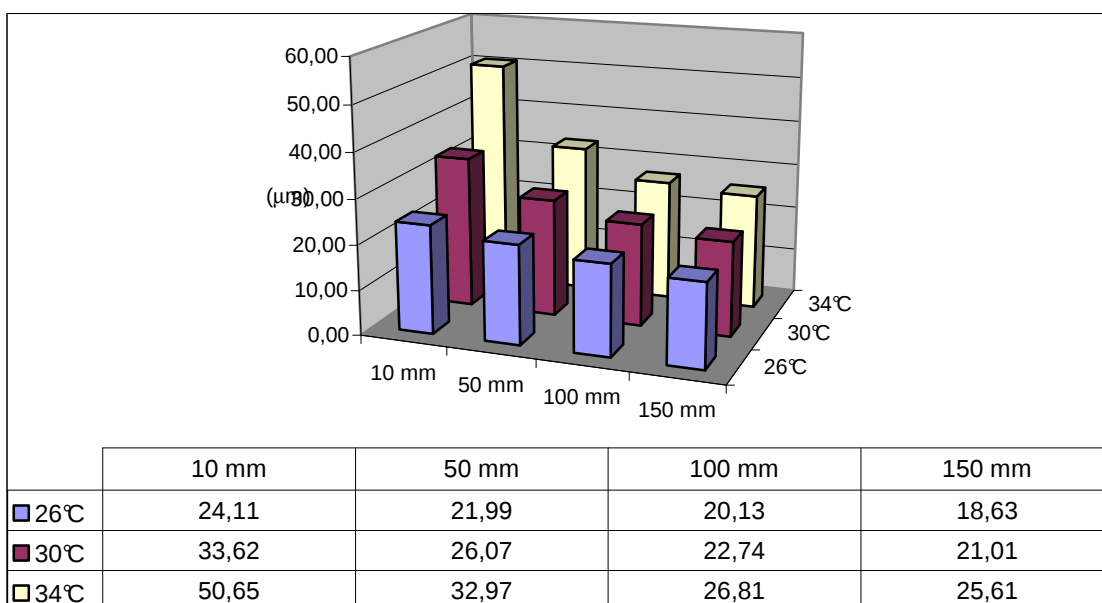
Graf 9 Vnitřní vrstva barvy EP 2000 + 0,5% rozpouštědel

Z grafu 9 vyplývá, že i vnitřní vrstva barvy při konstantní teplotě roste se vzrůstajícím časem nanášení. Stejně tak vrstva barvy narůstá s teplotou barvy.

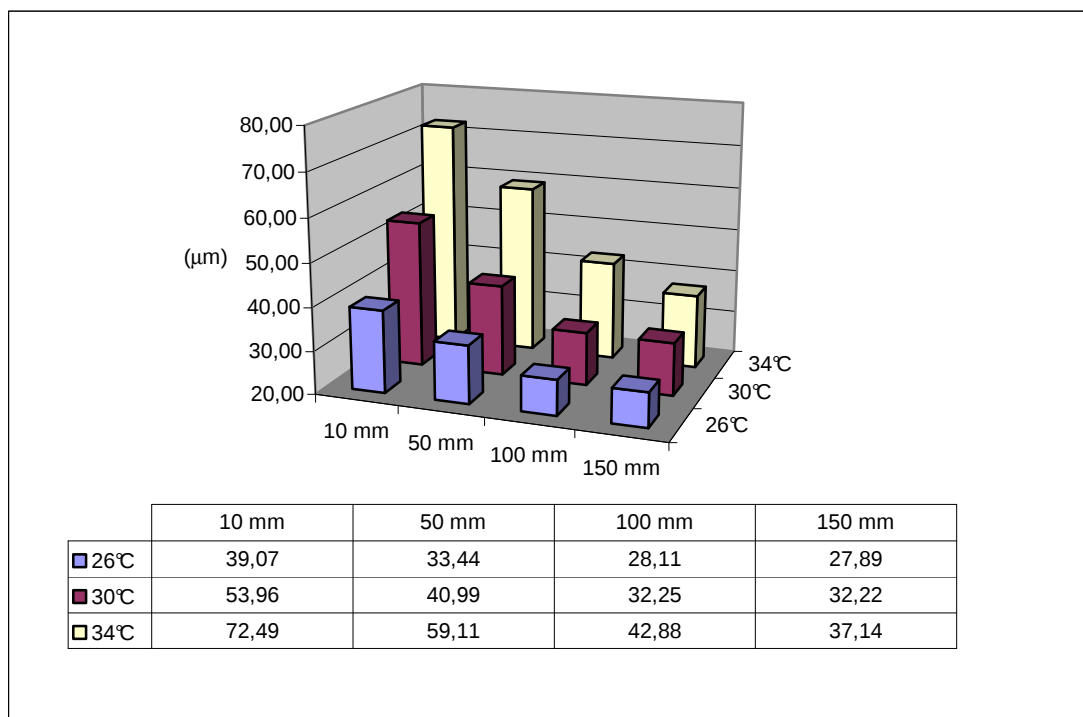
Stejně jako grafy 3, 4 a 5 sledují i grafy 10, 11 a 12 tloušťku vrstvy barvy uvnitř vzorku ve vzdálenostech 10, 50, 100 a 150 od okraje vzorku. Pro každý čas nanášení barvy je jeden graf, kde jsou graficky znázorněny tloušťky vrstvy barvy při každé teplotě. Předpokládám, že tloušťka vrstvy barvy se bude snižovat s narůstající vzdáleností od okraje.



Graf 10 Závislost vnitřní vrstvy barvy na vzdálenosti od okraje EP 2000 + 0,5% rozpouštědel čas nanášení 90 s



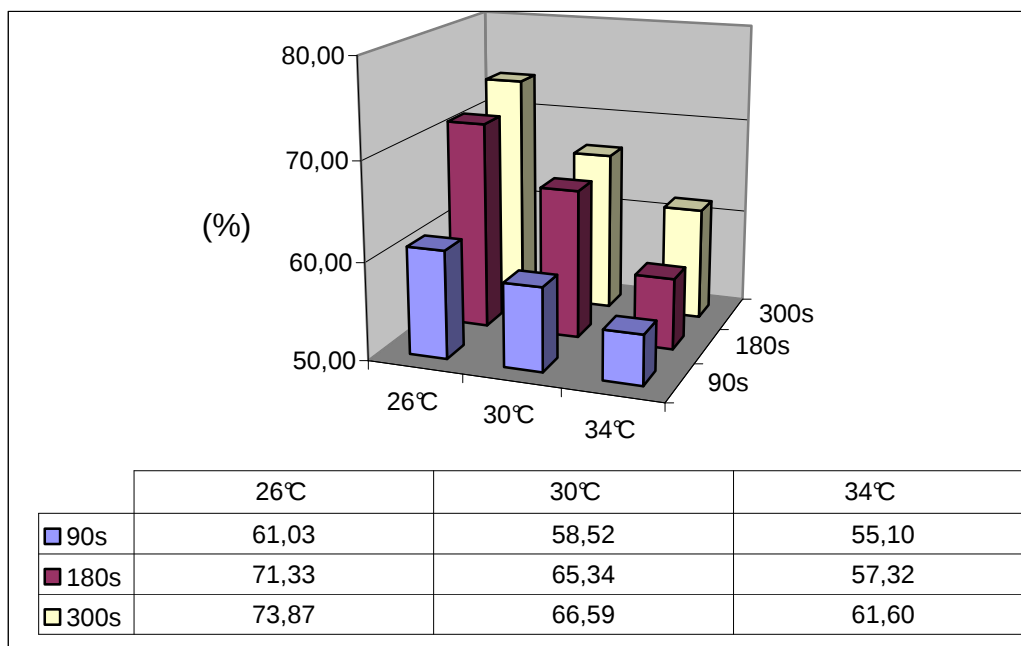
Graf 11 Závislost vnitřní vrstvy barvy na vzdálenosti od okraje EP 2000 + 0,5% rozpouštědel čas nanášení 180 s



Graf 12 Závislost vnitřní vrstvy barvy na vzdálenosti od okraje EP 2000 + 0,5% rozpouštědel čas nanášení 300 s

Z grafů 10, 11 a 12 jasně plyne, že vrstva barvy uvnitř vzorku klesá se vzdáleností od okraje vzorku, což potvrzuje předpoklad.

V grafu číslo 13 je opět sledována závislost poměru průměrné tloušťky vrstvy barvy uvnitř vzorku vůči průměrné vnější tloušťce barvy v závislostech na teplotě lázně a na čase nanášení barvy. Tento poměr je v praxi celkem důležitý, protože je třeba dosáhnout v dutinách výrobku minimální potřebné tloušťky vrstvy barvy zajišťující požadovanou korozní odolnost a zároveň nanášet optimální vrstvu barvy na vnějším povrchu výrobku. Tento parametr do značné míry souvisí s hospodárností provozu KTL procesu.

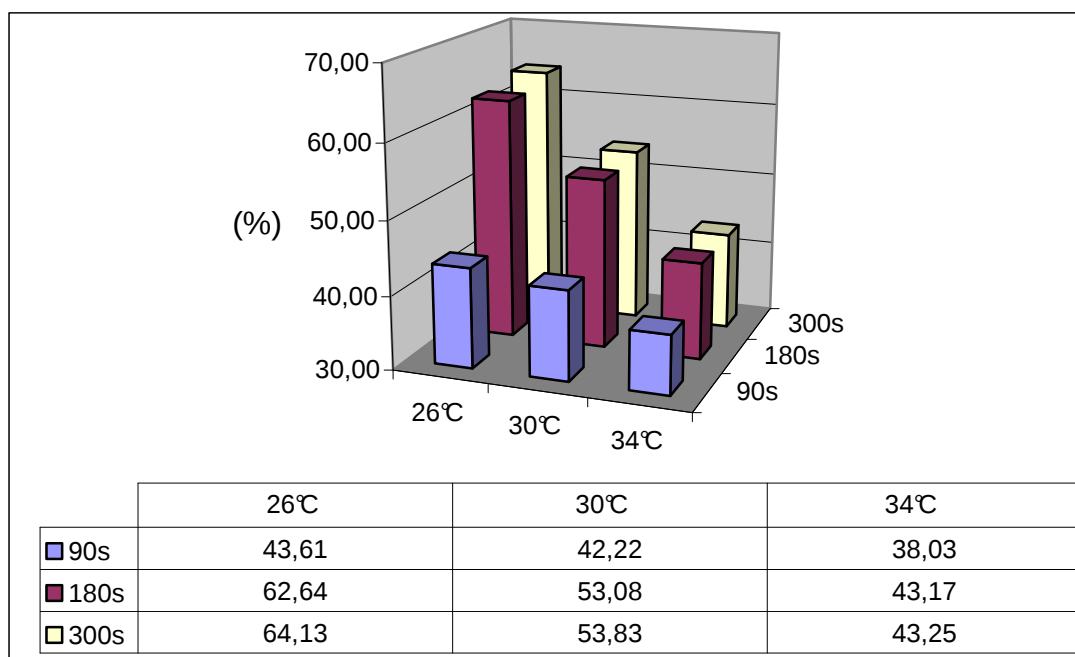


Graf 13 Poměr vnitřní vrstvy ku vnější EP 2000 + 0,5% rozpouštědel

Z grafu 13 lze vyčíst závislosti poměru průměrné vnitřní vrstvy ku průměrné vnější vrstvě barvy. Při konstantní teplotě barvy 26°C vidíme, že poměr vrstev je nejnižší při čase nanášení 90 s, maxima dosahuje při čase 300 s. Při teplotách 30°C a 34°C je opět poměr nejnižší při čase nanášení 90 s, ale výrazně naroste při 180 s i při čase 300 s. Teplotní závislost je taková, že. Při všech časech je maximální poměr vrstev při 26°C a s rostoucí teplotou klesá, což odpovídá předpokladu.

V grafu číslo 14 podobně jako v grafu 7 je sledována závislost poměru tloušťky vrstvy barvy uvnitř vzorku ve vzdálenosti 150 mm od okraje vzorku (nejdále od okraje) vůči průměrné vnější tloušťce barvy v závislostech na teplotě lázně a na čase nanášení barvy. Pokus se liší pouze obsahem rozpouštědel v lázni. V závislosti na tvaru dutiny může být tloušťka vnitřní vrstvy barvy víceméně homogenní, anebo se může dramaticky měnit. Proto je důležitá i nejslabší tloušťka barvy v dutině obvykle v nejdelší vzdálenosti od okraje dutiny.

Stejně jako u průměrné tloušťky vrstvy barvy je třeba dosáhnout v dutinách výrobku minimální potřebné tloušťky vrstvy barvy zajišťující požadovanou korozní odolnost a zároveň nanášet optimální vrstvu barvy na vnějším povrchu výrobku. I tento parametr do značné míry souvisí s hospodárností provozu KTL procesu.

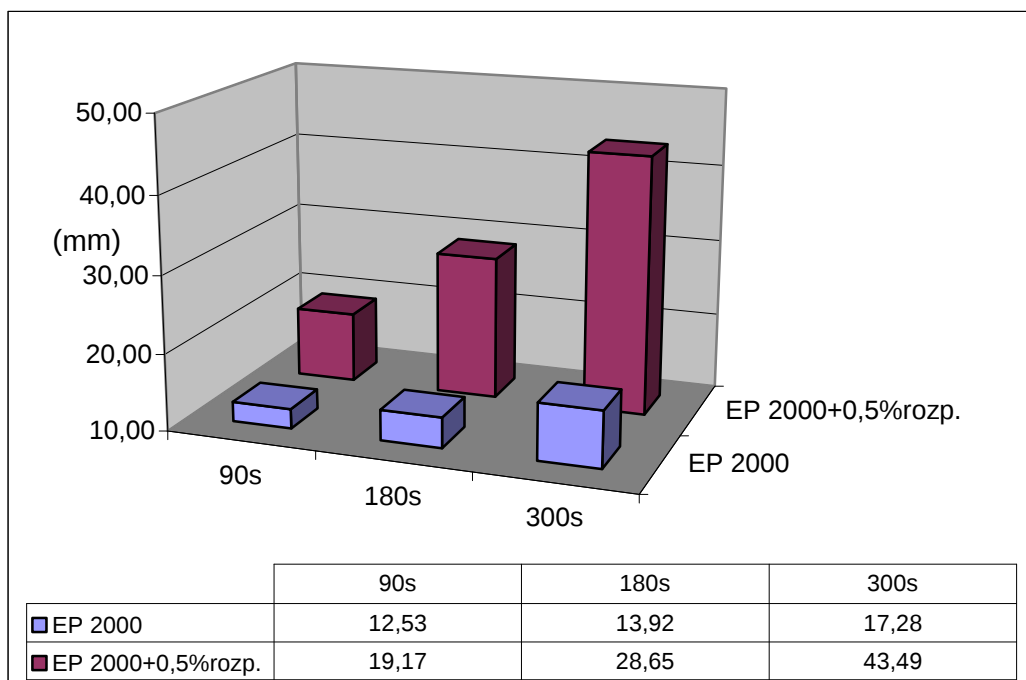


Graf 14 Poměr vnitřní vrstvy ve vzdálenosti 150 mm od okraje ku vnější vrstvě EP 2000 + 0,5% rozpouštědel

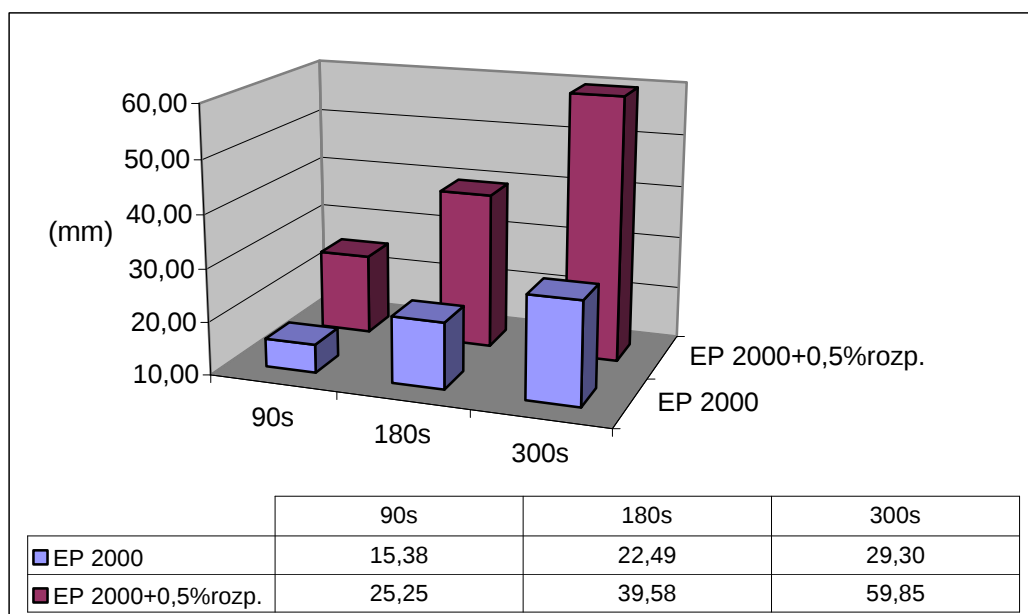
Z grafu 14 lze vyčíst závislosti poměru vnitřní vrstvy barvy ve vzdálenosti 150 mm od okraje ku průměrné vnější vrstvě barvy. Při konstantní teplotě je opět poměr nejnižší při čase nanášení 90 s, ale výrazně naroste při 180 s a nejvyšší je při čase 300 s. Teplotní závislost je taková, že Při konstantním čase je maximální poměr vrstev při 26°C a s rostoucí teplotou klesá, což odpovídá předpokladu.

V předcházejících grafech je možné si povšimnout, že vzorky povlakované za stejných podmínek v lázních s rozdílným množstvím rozpouštědel mají odlišné tloušťky vrstev barvy, stejně tak i poměry tloušťek uvnitř a vně vzorků se vzájemně liší. Závislosti sledovaných hodnot na obsahu rozpouštědel jsou zpracovány v následujících grafech.

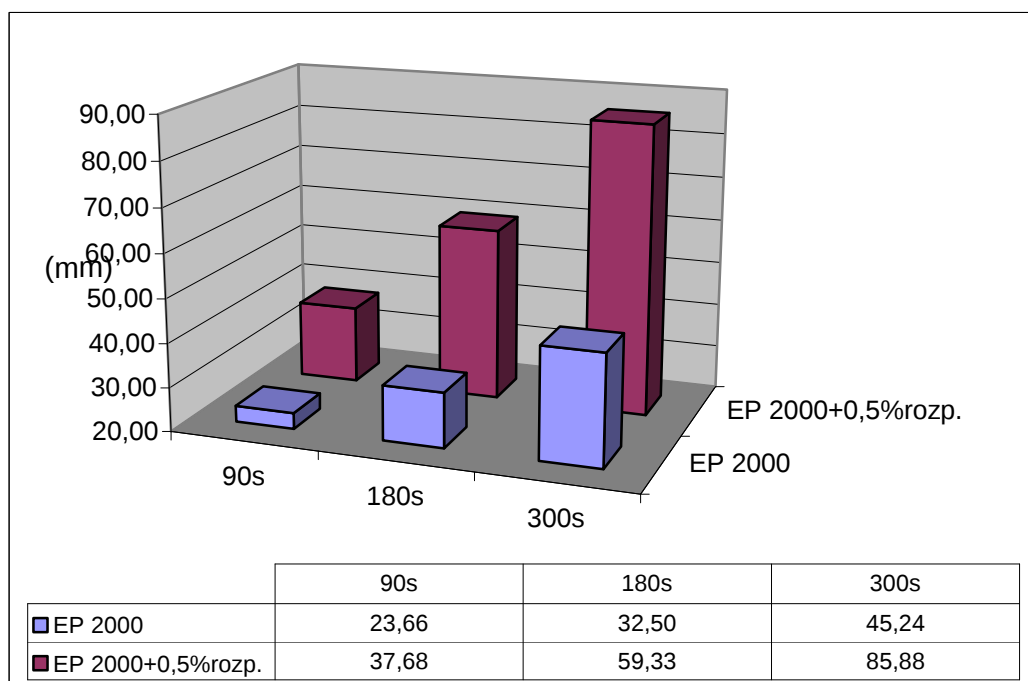
V grafech 15, 16 a 17 je možno sledovat závislost tloušťky vnější vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel v lázni. Každé teplotě náleží jeden graf se třemi časy nanášení barvy.



Graf 15 Závislost vnější vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel při 26°C



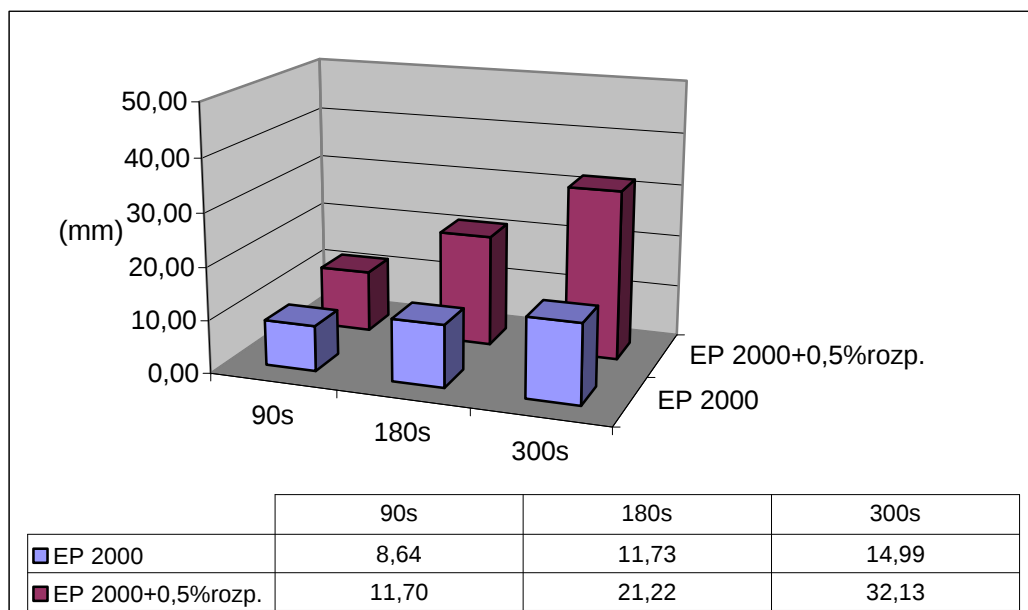
Graf 16 Závislost vnější vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel při 30°C



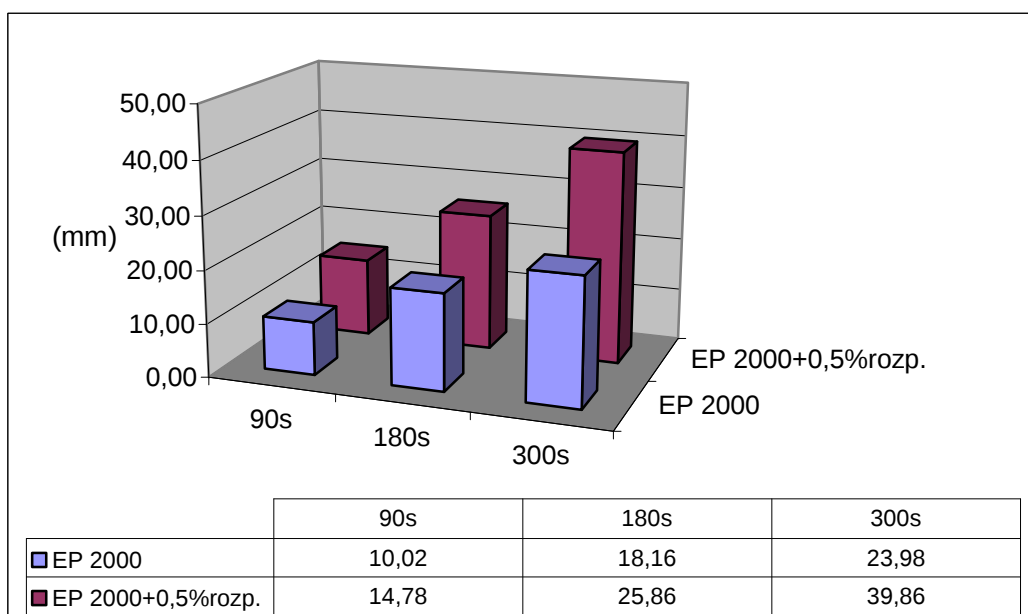
Graf 17 Závislost vnější vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel při 34°C

Z grafů 15, 16 a 17 je možno vyčíst, že tloušťka vnější vrstvy barvy je vyšší u vzorků nanášených v lázni s vyšším obsahem rozpouštědel.

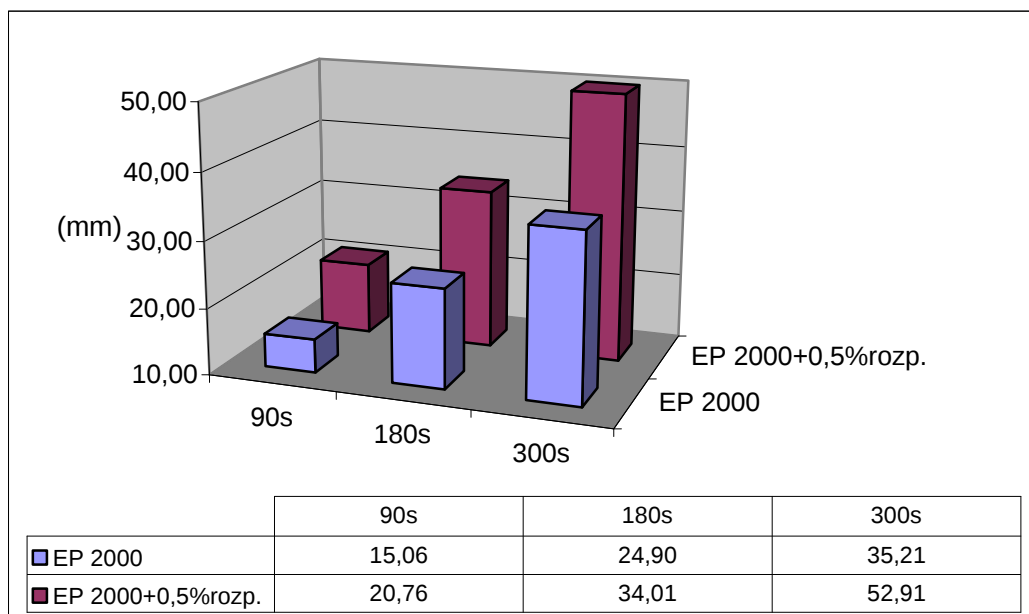
V grafech 18, 19 a 20 je znázorněna závislost tloušťky průměrné vnitřní vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel v lázni. Každé teplotě náleží jeden graf se třemi časy nanášení barvy.



Graf 18 Závislost vnitřní vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel při 26°C



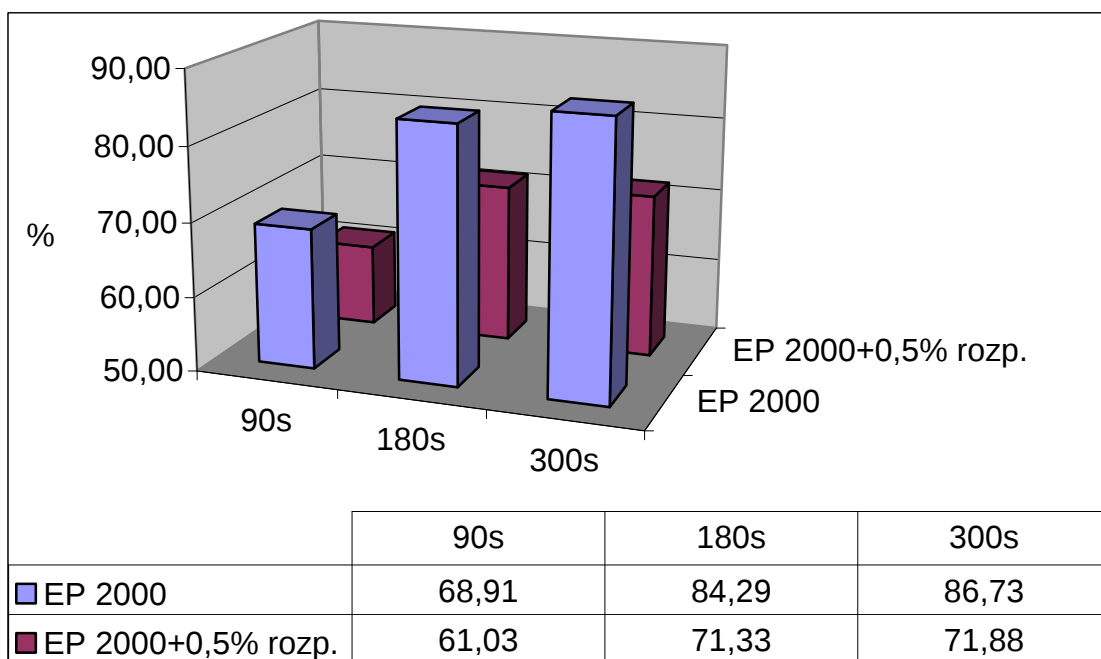
Graf 19 Závislost vnitřní vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel při 30°C



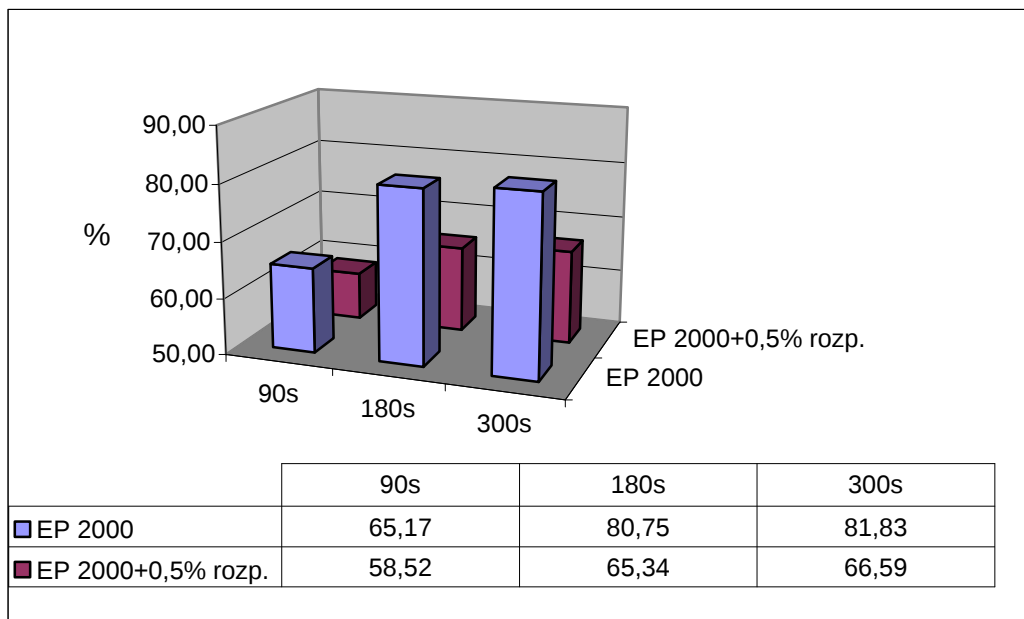
Graf 20 Závislost vnitřní vrstvy barvy na obsahu rozpouštědel při 34°C

Z grafů 18, 19 a 20 je možno vyčíst, že tloušťka vnitřní vrstvy barvy je vyšší u vzorků nanášených v lázni s vyšším obsahem rozpouštědel, což odpovídá předpokladu.

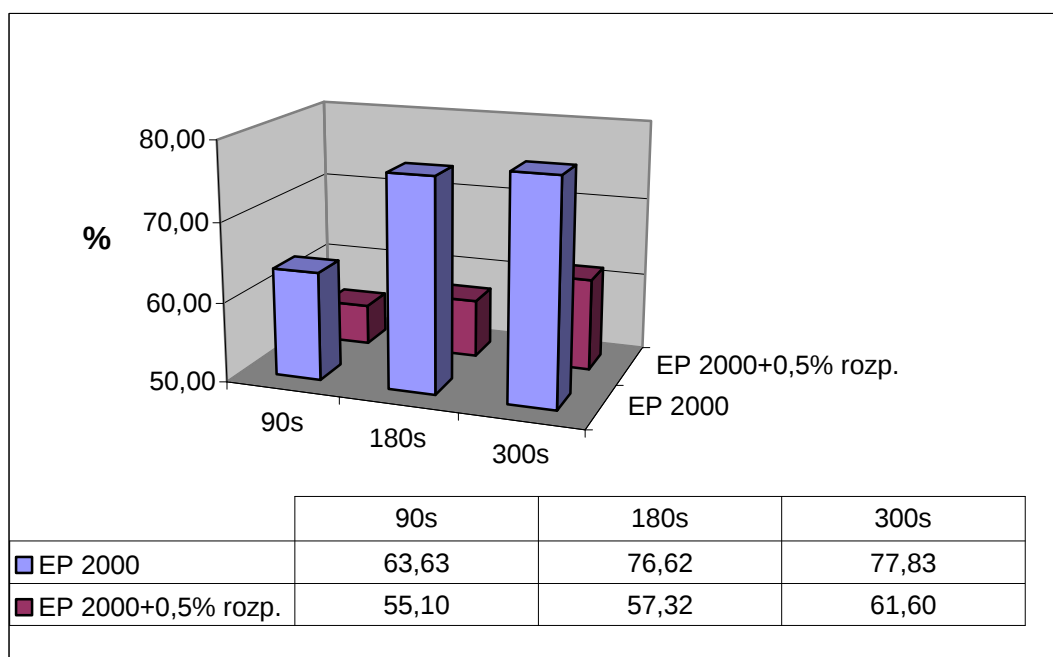
V grafech 21, 22 a 23 je znázorněna závislost poměru tloušťky průměrné vnitřní vrstvy barvy ku vnější vrstvě barvy na obsahu rozpouštědel v lázni. Každé teplotě náleží jeden graf se třemi časy nanášení barvy.



Graf 21 Poměr vnitřní vrstvy ku vnější v závislosti na obsahu rozpouštědel při teplotě 26°C



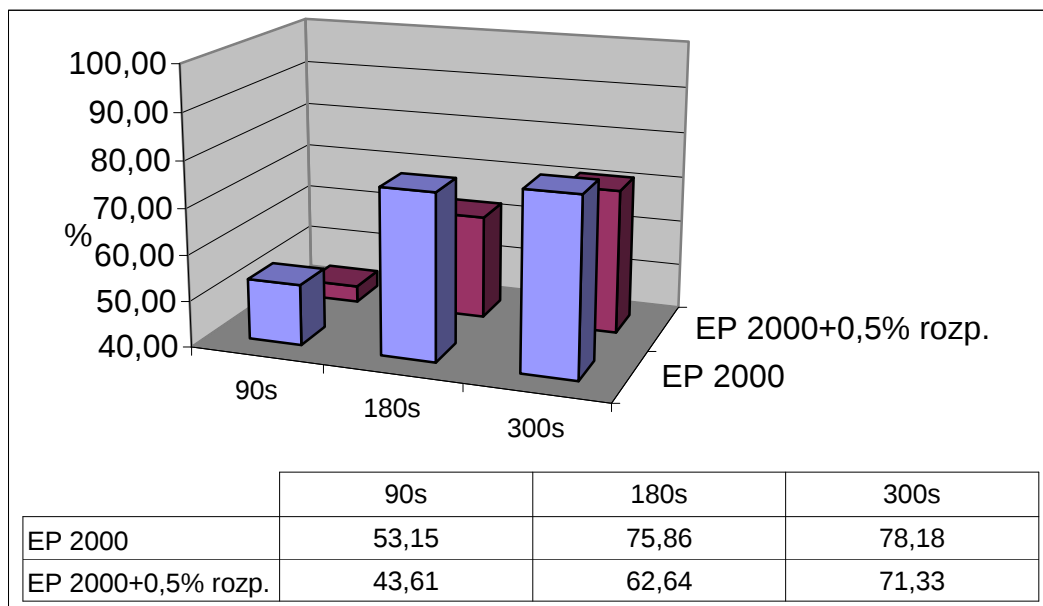
Graf 22 Poměr vnitřní vrstvy ku vnější v závislosti na obsahu rozpouštědel při teplotě 30°C



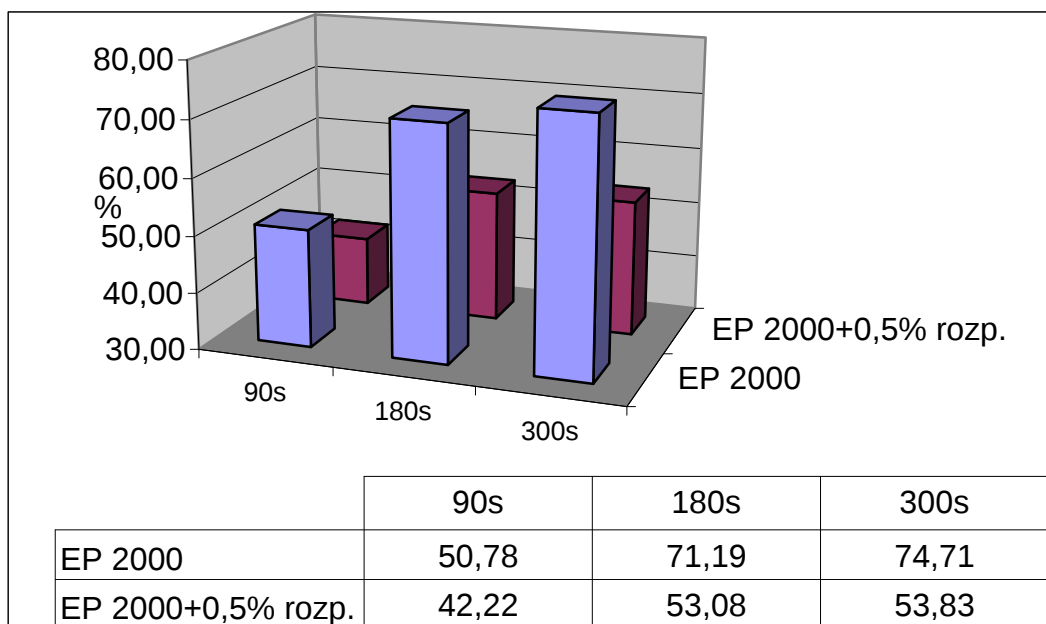
Graf 23 Poměr vnitřní vrstvy ku vnější v závislosti na obsahu rozpouštědel při teplotě 34°C

Z grafů 21, 22 a 23 lze vyčíst, že poměr průměrné tloušťky vnitřní vrstvy barvy ku vnější tloušťce je nižší u lázně s vyšším obsahem rozpouštědel. To potvrzuje předpoklad, že tomu tak bude.

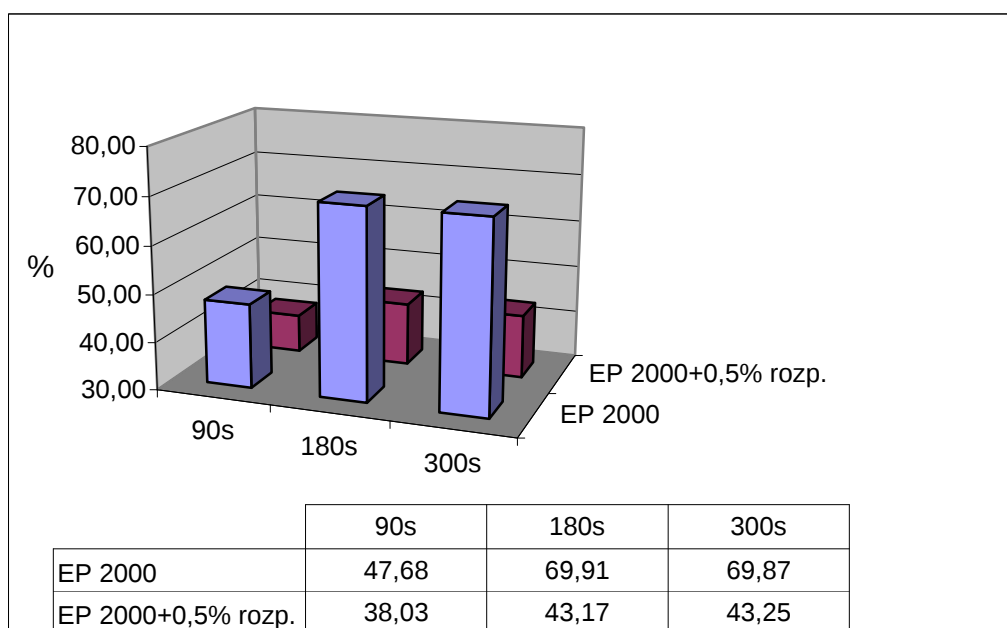
V grafech 24, 25 a 26 je znázorněna závislost poměru tloušťky vnitřní vrstvy barvy 150 mm od okraje vzorku ku vnější průměrné vrstvě barvy na obsahu rozpouštědel v lázni. Každé teplotě náleží jeden graf se třemi časy nanášení barvy



Graf 24 Poměr vnitřní vrstvy 150 mm od okraje ku vnější v závislosti na obsahu rozpouštědel při teplotě 26°C



Graf 25 Poměr vnitřní vrstvy 150 mm od okraje ku vnější v závislosti na obsahu rozpouštědel při teplotě 30°C



Graf 26 Poměr vnitřní vrstvy 150 mm od okraje ku vnější v závislosti na obsahu rozpouštědel při teplotě 34°C

Z grafů 24 až 26 lze vyčíst , že poměr tloušťky vnitřní vrstvy v hloubce 150 mm ku průměrné vnější vrstvě je nižší u vzorků povlakovaných v lázni s vyšším obsahem rozpouštědel než v lázni s nižším obsahem rozpouštědel. I toto zjištění odpovídá předpokladu.

4 ZÁVĚR

V této práci jsem stanovil následující hypotézy:

Hypotéza 1: S rostoucí teplotou barvy se zhoršuje její penetrační schopnost.

Tato hypotéza byla potvrzena.

Hypotéza 2: Se zvyšující se koncentrací rozpouštědel se zhoršuje penetrační schopnost barvy.

Tato hypotéza byla potvrzena.

Hypotéza 3: S narůstajícím časem povlakování se zlepšuje penetrace barvy.

Tato hypotéza byla potvrzena.

V laboratorních podmínkách jsme si mohli ověřit, jak se chová kataforézní barva při změně některých parametrů. I když z důvodu malého počtu měření skutečnou vědecky podloženou vypovídací hodnotu tento experiment nemá, výsledky nám umožní si v praxi udělat obrázek o tom, jaký efekt na skutečném výrobku bude mít změna toho či onoho parametru a mohou být nápomocné při efektivním rozhodování o optimálním nastavení parametrů povlakování.

Na základě této práce tedy víme, že penetrační schopnost barvy ovlivníme změnou teploty lázně tak, že snížením teploty dosáhneme zlepšení penetrace barvy a naopak zvýšením teploty barvy penetrační schopnost zhoršíme. Stejně tak prodloužením času olakování zlepšíme penetrační schopnosti barvy a jejím zkrácením zhoršíme. Obsah rozpouštědel v lázni ovlivní penetrační schopnost barvy tak, že jeho zvýšením se penetrace zhorší a naopak.

Samozřejmě výsledkem tohoto experimentu nejsou absolutní čísla, pouze trendy, přičemž v praxi se optimálního nastavení parametrů lakování dosáhne v podstatě zkusmo na základě proměření prvního lakovaného kusu.

Kombinací úprav všech těchto sledovaných parametrů například i se změnou povlakovacího napětí lze dosáhnout kvalitního prolakování při zachování hospodárnosti celého procesu.

Z hlediska ověření chování kataforézní lázně při změně některých jejích parametrů byly cíle této práce splněny.

5 LITERATURA A PRAMENY

- [1] EC TEAM PPG. *Electrocoating by cataphoresis I*, 1997
- [2] EC TEAM PPG. *Electrocoating by cataphoresis II*, 1997
- [3] LARDEN, K. *Electrocoat Technical assistance manual – Enviropriime 2000*. Marseille: PPG, 1999.
- [4] WWW.Karosa.cz
- [5] ČERVINKA, O. *Organická chemie*. Praha: SNTL, 1969.
- [6] WWW.PPG.com
- [7] WWW.Mega.cz
- [8] KŘÍŽ, R., VÁVRA, P. *Strojírenská příručka*. Praha: Scientia, 1996.
ISBN 80-7183-024-0