

# بررسی رفتار گرمایی لاکهای پودری بر پایه رزینهای پلی استر و اپوکسی - پلی استر

## Study of Thermal Behavior of Polyester and Epoxy/Polyester Powder Lacquers

روزبه مافی<sup>۱</sup>، محمدرضا محمدزاده عطار<sup>۱</sup>، سید مجتبی میرعابدینی<sup>۲</sup>، سیامک مرادیان<sup>۱</sup>

۱- تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی پلیمر و رنگ، صندوق پستی ۱۵۸۷۵/۴۴۱۳

۲- تهران، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، پژوهشکده فرایند، گروه رنگ و روکشهای سطح، صندوق پستی ۱۴۹۶۵/۱۱۵

دریافت: ۸۱/۱۱/۲۹، پذیرش: ۸۲/۷/۵

### چکیده

در این پژوهش، نیمرخ پخت پوششهای پودری بدون رنگدانه بر پایه رزینهای پلی استر و اپوکسی - پلی استر با استفاده از فن DSC مورد بررسی قرار گرفته است. همچنین، با پاشش الکتروستاتیکی پودر روی سطح فولاد، خواصی از قبیل: سیالیت، مقاومت در برابر خوردگی، چسبندگی و خواص فیزیکی و مکانیکی پوششها مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج DSC نشان می دهد که با تغییر در برنامه زمانبندی پخت، تغییر زیادی در رفتار گرمایی پوششهای پودری مورد بررسی بوجود نمی آید، حال آنکه با تغییر الگوی گرمایی پخت، خواصی از قبیل سیالیت و مقاومت در برابر خوردگی آنها تغییر می کند. همچنین، در نتایج خواصی مانند چسبندگی پوشش به زیرآیند و خواص فیزیکی و مکانیکی پوشش تفاوتی مشاهده نمی شود.

### واژه های کلیدی

لاکهای پودری،  
اپوکسی - پلی استر،  
پخت، سیالیت،  
پاشش مه نمک

### مقدمه

رو به رشد استفاده از این نوع پوششها در سالهای آینده نیز ادامه یابد [۲].

مشخصات و خواص فیلم پخت شده پوششهای پودری گرماسخت، وابسته به برنامه زمانبندی پخت است که دما و زمان پخت را شامل می شود. نه تنها خواص مکانیکی نظیر

در سالهای اخیر پوششهای پودری گرماسخت به علت وضع قوانین زیست محیطی برای کاهش یا حذف حلال [۱] و نیز برخی مزایای دیگر نسبت به پوششهای مایع متداول [۲]، کاربردهای زیادی در صنایع پوشش دهی یافته اند. همچنین، پیش بینی می شود که روند

### Key Words

powder Lacquers,  
epoxy-polyester,  
curing, fluidity,  
salt spray

پلی استر و هیبرید پلی استر - اپوکسی مورد بررسی قرار گرفته است.

## تجربی

### مواد و دستگاهها

لاک پودری بر پایه هیبرید اپوکسی - پلی استر با نام تجاری EZ 6001 از شرکت آکرونوبل و لاک پودری پلی استری با نام تجاری Supermel HS 4000 از شرکت پارس الوان تحت لیسانس شرکت هیوندایی تهیه گردید. برای انجام آزمون گرمایی و گرمایی مکانیکی - دینامیکی از دستگاههای DSC و DMTA ساخت شرکت پلیمر لاب انگلستان استفاده شد. پاشش لاکهای پودری با دستگاه افشانه الکتروستاتیکی مدل Staget 405 از شرکت بینکس و آزمون پاشش مه نمک در دستگاه Salt Spray از شرکت پارس هرم، مدل 5V/109 انجام گرفت. ضخامت فیلمهای پخت شده روی زیرآیندهای فلزی با استفاده از دستگاه ضخامت سنج Elcometer 345 از شرکت بریواینسترومنتس اندازه گیری شد. همچنین، برای اندازه گیری سختی نمونه های پوشش پخت شده از دستگاه سختی سنج König Persoz Pendulum Hardness Tester و برای آزمونهای جامی شدن از دستگاه Cupping، خمش از دستگاه مندرل مدل 312 و مقاومت در برابر ضربه از دستگاه Falling Ball استفاده شد که همه آنها ساخت شرکت اریکسن بودند.

### روشها

آزمونهای DSC به دو صورت ناهمدما و همدما انجام شد. در آزمون ناهمدما ابتدا چند میلی گرم از پودرهای پخت نشده در ظرف نمونه آلومینیمی DSC قرار داده شد. سپس، آزمون از دمای محیط تا دمای 250°C با سرعتهای گرمادهی 5، 10، 15 و 20°C/min انجام شد. با توجه به نتایج بدست آمده از طیف ناهمدمای DSC، نقاط شروع، میانه و انتهای پیک پخت گرمازا به عنوان نقاط مورد استفاده برای آزمایش همدما در نظر گرفته شد. مشابه روش ناهمدما، پس از توزین نمونه و قرار دادن آن در ظرف ویژه، گرمانگاشتهای DSC در حالت همدما تا رسیدن به حالتی یکنواخت در منحنی ادامه پیدا کرد.

برای بررسی خواص پوشش، با استفاده از دستگاه افشانه الکتروستاتیکی، پوشش پودری روی زیرآیندهایی از جنس فولاد نرم اعمال و طبق برنامه زمانبندی بدست آمده از آزمون DSC پخت گردید.

### آزمون جریان پذیری پودر

حدود 1 g از پودر در درون دستگاه قرص ساز قرار گرفت و سپس، با

سختی، انعطاف پذیری و مقاومت در برابر ضربه بلکه خواص ظاهری سطح فیلم، سیالیت آن در حین تشکیل فیلم، مقاومت شیمیایی فیلم پخت شده، حفظ براقیت و عمر کاربری پوششهای پودری نیز بطور مستقیم از فرایند پخت تأثیر می پذیرند [1]. بنابراین، برای یک متخصص و کاربر این نوع پوششها اهمیت ویژه ای دارد که با شیوه ای مناسب، فرایند پخت را پیگیری کند تا داده های بدست آمده به درستی تفسیر شود و از آنها به عنوان اطلاعاتی مفید در فرمولبندی پوشش پودری استفاده کند.

برای دنبال کردن فرایند پخت در زمانهای متوالی و معین یا بطور مداوم و ارزیابی میزان پخت فنون مختلفی توسعه یافته است. بعضی از این روشها عبارتند از: طیف سنجی زیر قرمز (IR)، رزونانس مغناطیسی هسته (NMR)، تجزیه شیمیایی، تجزیه دی الکتریکی و اندازه گیری خواص مکانیکی مانند سختی، انعطاف پذیری و مقاومت در برابر ضربه، تعیین میزان مقاومت در برابر حلال و نرم شدگی فیلم پخت شده، گرماسنجی پویشی تفاضلی (DSC)، تجزیه گرماورزی (TG) و تجزیه گرما مکانیکی مانند تجزیه گرمایی مکانیکی - دینامیکی (DMTA) [1].

بیشتر این فنون برای شناخت و پیگیری فرایند پخت پوشش پودری مناسب اند. اما از بسیاری از آنها داده های کافی و مناسب برای تفسیر کمی فرایند پخت پوشش بدست نمی آید یا اینکه نتایج بدست آمده از آنها را نمی توان بطور مستقیم به پدیده تشکیل فیلم ارتباط داد. از میان روشهای یاد شده، گرماسنجی پویشی تفاضلی جایگاه ویژه ای در بررسی سینتیک پخت بویژه در پوششها، رزینها و سایر ترکیبات پلیمری پیدا کرده است [2-8]. با استفاده از اطلاعات بدست آمده از DSC، می توان بهترین برنامه دما - زمان را برای رسیدن به بیشترین میزان شبکه ای شدن پوشش ارائه داد. DSC جزء آن گروه از روشهای تجزیه گرمایی است که بر پایه شناسایی اثر گرمایی نمونه مورد آزمایش است. به عبارتی، تغییرات شیمیایی - فیزیکی به عنوان تابعی از دما در نظر گرفته می شود که معمولاً به شکل خطی برنامه ریزی می شود. اصول اولیه این فن براساس تعیین انرژی لازم برای برابر نگاه داشتن دمای نمونه مورد آزمایش و نمونه مرجع است. برای بررسی سینتیک یک واکنش شیمیایی با استفاده از DSC دو روش وجود دارد: روش دینامیکی یا ناهمدما و روش ایستا یا همدما. به دلایلی در روشهای تجزیه گرمایی، از روش دینامیکی بیشتر از روش همدما استفاده می شود. زیرا آزمایش به این روش سریعتر انجام گرفته و نتایج حاصل از آن به آسانی قابل تفسیر است. همچنین، واکنش در محدوده ای وسیع از دما انجام می گیرد و چند مرحله از یک واکنش را می توان در یک آزمون مشاهده کرد [3]. در این تحقیق، با استفاده از فن DSC در کنار آزمونهای تعیین خواص مکانیکی، پاشش مه نمک و سیالیت، رفتار پوشش پودری بر پایه رزینهای

چسبندگی قرار گرفتند. ضخامت تقریبی نمونه‌های اعمال شده در محدوده  $45 \mu\text{m}$  با انحراف معیار  $2/5$  بود.

### آزمونهای مکانیکی

نمونه‌های پخت شده در شرایط مختلف دما - زمان مورد آزمونهای ضربه مستقیم و غیرمستقیم طبق استاندارد ASTM D2794، خمش مخروطی (conical bending) مطابق با ASTM D522، سختی به روش ASTM D4366 و جامی شدن (cupping test) بر طبق ASTM D4145 قرار گرفتند. آزمونهای یاد شده برای هر یک از نمونه‌ها، پنج بار تکرار گردید.

### نتایج و بحث

شکل ۱ منحنی DSC ناهمدمای برای لاک پودری هیبرید اپوکسی - پلی استر و لاک پودری پلی استر با سرعت گرمادهی  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  را نشان می‌دهد.

هر کدام از منحنیهای DSC، بطور مشخص دارای یک پیک گرمگیر (دمای ذوب) و یک پیک گرم‌مازا (پخت یا شبکه‌ای شدن) هستند. با شروع گرمادهی، ابتدا یک تغییر فیزیکی گرم‌ماگیر که حاکی از ذوب شدن ذرات پودری است در نمونه‌ها انجام می‌گیرد. نتیجه این فرایند، ظهور پیکی گرم‌ماگیر در منحنیهای DSC در دماهای  $71/6^\circ\text{C}$  و  $71/5^\circ\text{C}$  است. در آزمون DSC، آنتالپی نمونه مرجع (خالی) و نمونه مورد آزمون با یکدیگر مقایسه می‌شود. به علت اینکه در مرحله ذوب، تغییر فیزیکی با جذب گرما و بدون افزایش دما صورت می‌گیرد، بنابراین خط مبنای منحنی DSC کاهش جریان گرما را نشان می‌دهد. با ادامه گرمادهی به سیستم، انرژی لازم برای انجام واکنشهای شیمیایی و شبکه‌ای شدن سیستم فراهم می‌گردد. از آنجا که واکنشهای پخت اکثر سیستمهای

اعمال فشاری برابر با  $10 \text{ ton}/\text{m}^2$ ، قرصی به ضخامت  $6 \text{ mm}$  و قطر  $9 \text{ mm}$  تهیه شد. قرصهای تهیه شده روی سطح شیشه‌ای به حالت افقی نگهداری و پس از آن مجموعه یاد شده به مدت  $30 \text{ s}$  در کوره در دمای  $90^\circ\text{C}$  قرار داده شد. پس از ذوب قرص و چسبیدن آن به سطح شیشه، مجموعه در زاویه  $65^\circ$  قرار داده شد [1,7] و در سه برنامه دما - زمان بدست آمده از آزمایش DSC قرار گرفت. در پایان، نمونه‌های مورد آزمون از کوره خارج و پس از سرد شدن طول مسیر جریان یافته اندازه‌گیری شد. این آزمون، برای هر یک از شرایط آزمایش سه بار انجام گرفت.

### آزمونهای زمانمندی شتاب یافته

در آزمون رطوبت و پاشش مه نمک برای ارزیابی میزان مقاومت نمونه‌های پخت شده در شرایط مختلف دما - زمان در برابر شرایط محیطی انجام گرفت. به منظور آماده‌سازی نمونه‌ها برای این آزمون، مخلوط ۳ به ۱ موم زنبور عسل - کلوفان تهیه و پوششی در پشت و لبه‌های نمونه ایجاد شد تا از نفوذ عوامل خوردنده و ایجاد خوردگی در لبه‌ها جلوگیری شود و نیز اثر قرار گرفتن فلز در محیط پشت نمونه‌ها در بررسی میزان خوردگی ناحیه مورد نظر (فلز پوشیده شده با پوشش پودری) برطرف گردد. برای هر کدام از شرایط پخت اعمال شده در هر نمونه پودری، سه نمونه با خراش و سه نمونه بدون خراش آماده شد.

### آزمون پاشش مه نمک

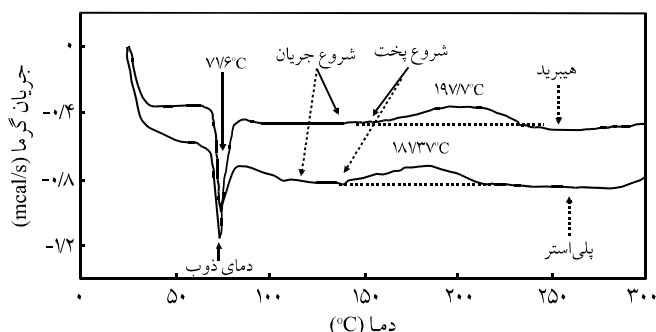
آزمون پاشش مه نمک طبق استاندارد ASTM B 117 انجام شد. آزمون تا رؤیت اختلاف در نمونه‌ها ادامه پیدا کرد. پس از خروج نمونه‌ها از دستگاه پاشش مه نمک، سطح نمونه‌ها با آب مقطر شستشو و از نمونه‌ها عکسبرداری شد. همچنین، با استفاده از یک سطح شیشه‌ای مدرج، میزان سطح خورده شده (زنگ زده) هر نمونه اندازه‌گیری و نتایج مطابق استانداردهای ASTM D 1654 و ASTM D 610 گزارش شد.

### آزمون رطوبت

مطابق با استاندارد ASTM D 2247، نمونه مورد آزمایش بمدت معینی در دمای  $38 \pm 2^\circ\text{C}$  و رطوبت نسبی ۹۷-۱۰۰ درصد با زاویه  $15^\circ$  از محور عمودی در محفظه رطوبت قرار گرفت. تغییرات چسبندگی و براقیت نمونه‌ها پس از آزمون بررسی شد.

### آزمون چسبندگی برشی

بنابر استاندارد ASTM D 3359، آزمون چسبندگی برشی (cross-cut) در دو حالت پیش از قرار گرفتن در شرایط آزمون رطوبت و پس از آن انجام گرفت. فیلمهای پخت شده در دماهای مختلف مورد آزمون



شکل ۱ - گرمانگشتیهای DSC ناهمدمای برای لاکهای هیبرید و پلی استر با سرعت گرمادهی  $20^\circ\text{C}/\text{min}$ .

جدول ۱- نتایج حاصل از آزمونهای DSC ناهمدمای لاکهای پودری پلی استر و هیبرید.

نوع لاک	سرعت گرمادهی (°C/min)	دمای ذوب (°C)	دمای شروع پخت (°C)	دمای پایان پخت (°C)	محدوده دمای پخت (°C)	محدوده زمان پخت (min)	ماکسیمم دمای پخت (°C)	سطح زیرمنحنی (mcal/mg)
لاک پودری پلی استر	۵	۶۸/۹	۱۱۶	۱۹۸	۸۲	۱۶/۴	۱۴۷/۵	۲/۷۳
	۱۰	۶۹/۵	۱۲۲	۲۰۴	۸۲	۸/۲	۱۷۰/۷	۳/۵۷
	۱۵	۷۱/۳	۱۲۸	۲۲۵	۹۷	۶/۴	۱۷۵/۸	۳/۵۴
	۲۰	۷۱/۶	۱۳۵	۲۳۲	۹۷	۴/۹	۱۸۱/۴	۳/۵۱
لاک پودری هیبرید	۵	۶۸/۹	۱۱۷	۲۰۵	۸۸	۱۷/۷	۱۵۹/۱	۶/۹۱
	۱۰	۶۹/۵	۱۲۸	۲۲۷	۹۹	۹/۹	۱۸۴/۵	۶/۷۴
	۱۵	۷۱/۳	۱۳۴	۲۳۴	۱۰۰	۶/۷	۱۸۸/۲	۷/۱۰
	۲۰	۷۱/۶	۱۵۷	۲۴۱	۸۴	۴/۲	۱۹۷/۷	۷/۲۶

ناهمدما، از محدوده پخت سه دمای نزدیک به ماکسیمم دمای پخت برای انجام آزمون DSC همدمای انتخاب شد. در این آزمون در دمای ثابت به نمونه گرما داده شد و تغییرات گرمایی نمونه در برابر زمان ثبت گردید. در نتیجه، زمان پخت مناسب در دمای مشخصی بدست آمد. شکل‌های ۲ و ۳ منحنیهای DSC همدمای در دمای ۱۸۰°C به ترتیب برای لاکهای پودری هیبرید اپوکسی - پلی استر و پلی استر را نشان می دهد. همچنین، در جدول ۲ نتایج حاصل از آزمون DSC همدمای برای پودرهای هیبرید و پلی استر آمده است.

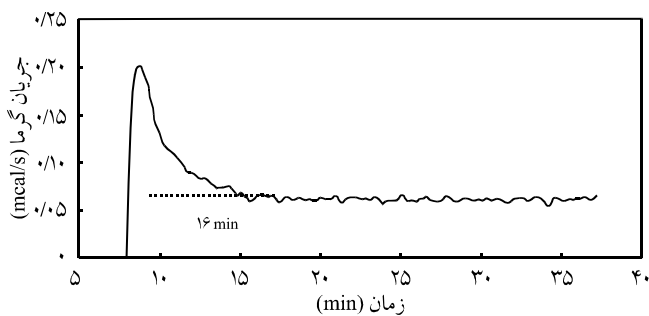
نتایج حاصل از آزمون DSC همدمای نشان می دهد که با افزایش دمای آزمون، زمان کامل شدن واکنشهای پخت کاهش می یابد. بطوری که در مورد لاک پودری هیبرید، زمان ۱۸ min در دمای ۱۵۰°C به زمان ۹ min در دمای ۲۰۰°C کاهش می یابد.

برای اطمینان از کافی بودن میزان پخت نمونه‌های پودری در دماهای مختلف، پس از هر آزمون DSC همدمای نمونه پخت شده به سرعت سرد شده و مجدداً به حالت ناهمدما گرما داده شد. شکل ۴ نمونه‌ای از منحنی ناهمدمای پس از پخت نمونه پودری هیبرید را نشان

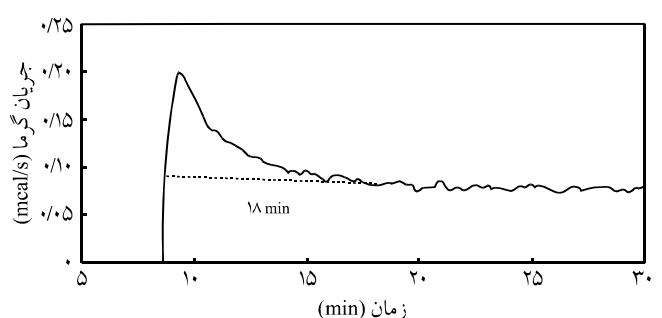
پودری گرماگیر است، بنابراین ظهور یک پیک گرماگیر در منحنیهای DSC نشان دهنده انجام واکنشهای پخت است. سطح زیر منحنیهای پخت، نشان دهنده مقدار آنتالپی این واکنشهاست. همان طور که در این منحنیها مشاهده می شود، واکنشهای پخت برای هر دو لاک پودری مختلف از دمای حدود ۱۵۰°C شروع و در دمای ۲۴۰°C خاتمه می یابد.

نتایج آزمون DSC در سرعتهای گرمادهی مختلف در جدول ۱ خلاصه شده است. مشاهده می شود که داده‌ها و اطلاعات بدست آمده از آزمون DSC برای لاکهای پودری هیبرید و پلی استر در سرعتهای مختلف گرمادهی متفاوت است. در سرعتهای بیشتر گرمادهی، به علت اینکه پلیمر فرصت کمتری برای ذوب دارد، دمای ذوب به دماهای بالاتر منتقل می شود. با گرمادهی بیشتر یک پیک گرمازا در منحنی DSC مشاهده می شود که نمایانگر واکنشهای پخت نمونه پودری است. با افزایش سرعت گرمادهی، شروع واکنشهای پخت و نیز نقطه ماکسیمم در پیک گرمازا به دماهای بالاتر انتقال می یابد، اگر چه سطح زیر منحنی پخت تغییرات کمی دارد [۸، ۱۵].

با توجه به پیکهای گرمازای مشاهده شده در منحنیهای DSC



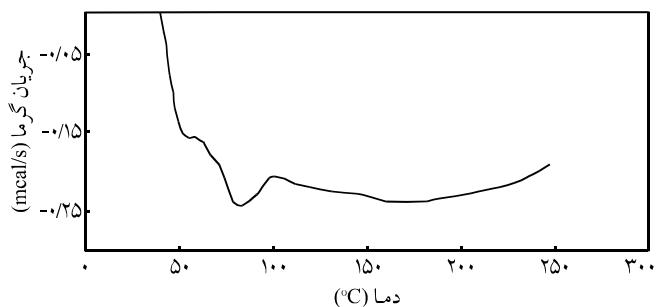
شکل ۳- آزمون DSC همدمای برای پودر پلی استر در دمای ۱۸۰°C



شکل ۲- آزمون DSC همدمای برای پودر هیبرید در دمای ۱۸۰°C

جدول ۲- نتایج حاصل از آزمون DSC همدمای.

پلی استر	هیبرید	نوع پوشش
		شرایط پخت پودری
۱۶۰°C، ۲۵ min	۱۵۰°C، ۳۰ min	دمای آزمون و زمان
۱۸۰°C، ۲۰ min	۱۸۰°C، ۲۰ min	انجام واکنش پخت
۲۰۰°C، ۱۵ min	۲۰۰°C، ۱۵ min	



شکل ۴- طیف DSC ناهمدمای مربوط به نمونه پخت شده در دمای ۱۵۰°C.

و صرف زمان کمتر برای واکنشهای پخت و تشکیل شبکه در نمونه های لاکها دمای بیشتری برای ایجاد شرایط انجام واکنش، مانند غلبه بر انرژی فعال سازی، مورد نیاز است. بنابراین، به دلیل وابستگی مستقیم واکنش پخت به زمان، واکنش در دماهای بالاتری آغاز می شود و گرمای حاصل از انجام واکنش نیز در دمای بیشتری نسبت به سرعت های گرمادهی کمتر آزاد می گردد. در نتیجه، همان گرمایی دستگاه DSC در دمای بالاتر اقدام به کاهش گرمادهی می کند که سبب ظهور یک پیک گرمازا در محدوده بالاتر در گرمانگاشت DSC می گردد. افزایش سرعت گرمادهی باعث شروع و تکمیل واکنشهای پخت در دمای بالاتر، افزایش سرعت میزان تبدیل و نیز انتقال ماکسیمم دمای پخت به دمای بالاتر می شود که بیشترین سرعت میزان تبدیل در این دماست.

### بررسی خواص فیزیکی و مکانیکی

#### آزمون جریان پذیری

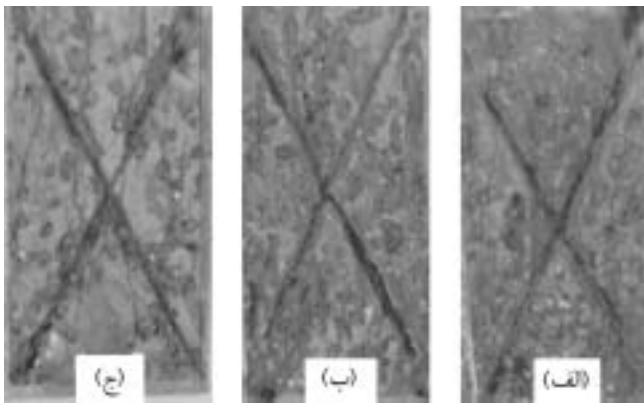
نتایج حاصل از بررسی میزان سیالیت پودر در جدول ۳ آمده است. نتایج نشان می دهد که با افزایش دمای پخت، میزان جریان پذیری و در نتیجه همترازی (leveling) پودر افزایش می یابد و تشکیل فیلم در زمان پخت به شکل یکنواخت تری انجام می گیرد. افزایش جریان پذیری ناشی از

می دهد. همان طور که ملاحظه می شود، پیک گرمازای مشخصی در محدوده پخت برای نمونه مورد نظر بدست نمی آید که حاکی از عدم تغییر شیمیایی در ساختار نمونه پخت شده است. بنابراین، می توان نتیجه گیری کرد که شرایط دما - زمان برای پخت نمونه ها کافی بوده است.

با افزایش سرعت گرمادهی، دمای ذوب، دمای شروع پخت و ماکسیمم دمای پخت به دماهای بالاتر منتقل می شوند. بالا رفتن دمای ذوب در اثر افزایش سرعت گرمادهی ممکن است به این دلیل باشد که در سرعت های گرمادهی بیشتر، زمان ذوب نمونه کاهش می یابد. مثلاً، در سرعت گرمادهی ۵°C/min، نمونه در حدود ۲ min برای ذوب شدن فرصت دارد، در حالی که در سرعت گرمادهی ۱۰°C/min این زمان در حدود ۱ min است. برای جبران این کاهش زمان، همان گرمایی دستگاه DSC، گرمای بیشتری به نمونه اعمال می کند تا انرژی لازم برای ذوب نمونه در مدت زمان محدودتری فراهم آید و افزایش دمای نمونه با افزایش دمای مرجع برابر گردد. همچنین، با افزایش سرعت گرمادهی، همان گونه که در جدول ۱ مشاهده می شود، محدوده زمان پخت کاهش و به دماهای بالاتر منتقل می گردد. ماکسیمم دمای پخت نیز به عنوان معیار محدوده دمای پخت در نظر گرفته می شود. به دلیل کاهش محدوده زمان پخت در اثر افزایش سرعت گرمادهی

جدول ۳- نتایج حاصل از سیالیت لاکهای پودری پلی استر و هیبرید.

انحراف معیار	متوسط مسیر طی شده (mm)	طول مسیر طی شده برای سه اندازه گیری (mm)			شرایط پخت	نوع لاک
		۷۹	۸۲/۵	۸۲		
۱/۴۱	۸۱/۰	۷۹	۸۲/۵	۸۲	۱۶۰°C، ۲۵ min	لاک پودری پلی استر
۲/۳۶	۸۷/۷	۹۱	۸۶	۸۹	۱۸۰°C، ۲۰ min	
۱/۶۳	۹۶/۲	۹۴	۹۶	۹۸/۵	۲۰۰°C، ۱۵ min	
۲/۸۷	۱۱۱/۶۷	۱۱۵	۱۰۸	۱۱۲	۱۵۰°C، ۳۰ min	لاک پودری هیبرید
۲/۰۵	۱۲۲/۳۳	۱۲۲	۱۲۰	۱۲۵	۱۸۰°C، ۲۰ min	
۳/۰۹	۱۳۳/۶۷	۱۳۱	۱۳۸	۱۳۲	۲۰۰°C، ۱۵ min	

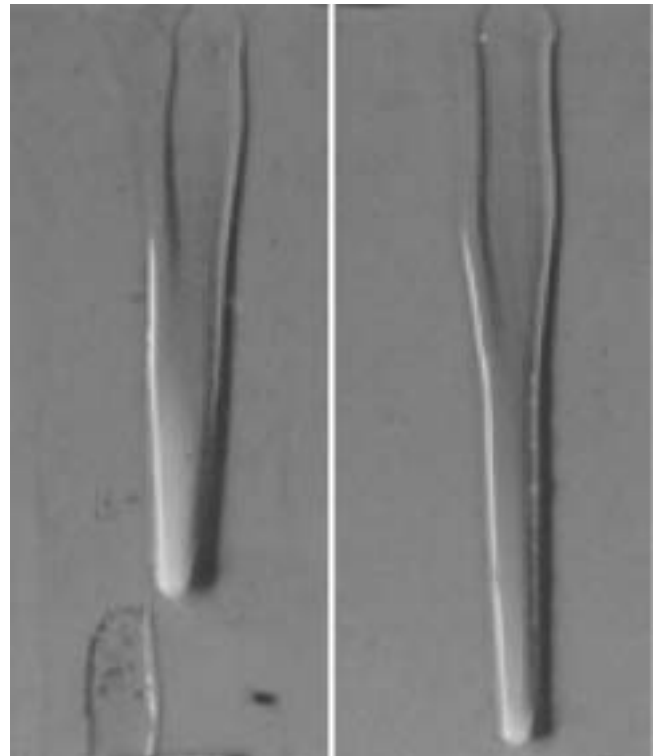


شکل ۶ - حالت ظاهری نمونه های هیبرید پس از ۹۰۰ ساعت آزمون مه نمک: (الف) نمونه ۱، (ب) نمونه ۲ و (ج) نمونه ۳.

شده از لاکهای پودری با شروع واکنشهای پخت کند شده و پس از ژل شدن مذاب متوقف می شود. بنابراین، تصور می شود که در برنامه های پخت با دمای پایینتر، به دلیل فاصله زمانی بیشتر بین ذوب پودر و پخت آن، زمان جریان یافتن افزایش می یابد. اما، با توجه به نتایج بدست آمده از این آزمون بنظر می رسد که کاهش گرانیوی مذاب نسبت به زمان جریان یافتن (زمان بین ذوب پودر تا توقف جریان) اثر بیشتری بر میزان جریان پذیری پودر مذاب داشته است. شکل ۵ تصویری از نمونه پس از انجام آزمایش را نشان می دهد.

#### آزمون مه نمک

میزان مقاومت در برابر خوردگی فیلمهای حاصل، با انجام آزمون پاشش مه نمک انجام گرفت. در شکل ۶ تصاویر نمونه های پخت شده هیبرید در شرایط دما - زمان مختلف پس از انجام ۹۰۰h آزمون مه نمک نشان داده شده است. تجزیه و تحلیل حالت ظاهری نمونه ها از نظر بوجود آمدن محصولات خوردگی در زیرآیند پوشش پودری و تغییر رنگ در سطح نمونه انجام پذیرفت. نتایج بدست آمده از این بررسی در جدول ۴ برای نمونه های پودری هیبرید و پلی استر آورده شده است.



(الف) (ب)

شکل ۵ - جریان پذیری پودر هیبرید قرار داده شده در شرایط پخت مختلف: (الف) ۱۵min و ۱۸۰°C و (ب) ۳۰min و ۱۵۰°C.

کاهش گرانیوی و بهبود سیالیت پودر است.

در لاکهای پودری پلی استر و اپوکسی - پلی استر، با افزایش دمای برنامه پخت اعمال شده، طول مسیر طی شده بوسیله پودر مذاب افزایش می یابد. افزایش سرعت گرمادهی، سبب کاهش مقدار عددی حداقل گرانیوی پوشش پودری می شود. در برنامه های دما - زمان پخت لاکهای یاد شده نیز، با افزایش دما زمان پخت کوتاهتر می شود. به بیانی دیگر، افزایش سرعت گرمادهی به پودر سبب کاهش گرانیوی و جریان پذیری بیشتر در دماهای بالاتر می گردد. از سوی دیگر، در آزمون جریان پذیری مشاهده شده است که جریان یافتن قرص مذاب ساخته

جدول ۴ - تجزیه و تحلیل آزمون پاشش مه نمک برای پودرهای هیبرید و پلی استر.

پوشش پودری پلی استر			پوشش پودری هیبرید اپوکسی - پلی استر			نمونه
درصد خوردگی	درجه خوردگی	شرایط پخت	درصد خوردگی	درجه خوردگی	شرایط پخت	
بیش از ۷۵	۰	۱۶۰°C، ۲۵ min	بیش از ۷۵	۰	۱۵۰°C، ۳۰ min	۱
"	۰	۱۸۰°C، ۲۰ min	بین ۵۶ تا ۷۵	۱	۱۸۰°C، ۲۰ min	۲
"	۰	۲۰۰°C، ۱۵ min	بین ۳۱ تا ۴۰	۳	۲۰۰°C، ۱۵ min	۳

جدول ۷ - خواص مکانیکی نمونه های پخت شده در شرایط مختلف دما - زمان.

خواص مکانیکی		شرایط پخت		نوع نمونه
جامی شدن* (mm)	ضربه (lbin)	دما (°C)	زمان (min)	
۸	۶۰	۱۵۰	۳۰	هیبرید
۸	۶۰	۱۸۰	۲۰	
۸	۶۰	۲۰۰	۱۵	
۸	۶۰	۱۶۰	۲۵	پلی استر
۸	۶۰	۱۸۰	۲۰	
۸	۶۰	۲۰۰	۱۵	

\* ارتفاع طی شده توسط گوی.

است.

در حالت خشک، چسبندگی برای تمام نمونه ها طبق استاندارد ASTM D ۳۳۵۹ برابر ۵ b است. ۵ b بدان معناست که هیچ گونه جدایش رنگ از روی سطح فلز انجام نگرفته است. نتایج آزمونهای چسبندگی نیز مؤید عدم تأثیر برنامه های دما - زمان گوناگون بر خواص فیلم پخت شده لاکهای پودری پلی استر و اپوکسی - پلی استر است. این دو آزمون، پس از ۱۰۰۰h آزمون رطوبت مجدداً انجام شده اند. چسبندگی هر دو نوع لاک پودری آزمایش شده، پس از آزمون رطوبت کاهش یافته است که میزان افت چسبندگی در لاک پودری پلی استر بسیار مشهودتر است. این امر ممکن است به دلیل مقاومت کمتر فیلم این لاک نسبت به لاک پودری اپوکسی - پلی استر در برابر عبور بخار آب باشد که منجر به ضعف اتصال فیلم به زیرآیند خواهد شد.

جدول ۵ - چسبندگی لاکهای پودری پلی استر و هیبرید پخت شده در شرایط مختلف دما - زمان.

نوع لاک	شرایط پخت نمونه		میزان چسبندگی					
	دما (°C)	زمان (min)	پیش از آزمون رطوبت		پس از آزمون رطوبت		۲ b	۳ b
	۱۶۰	۲۵	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b		
لاک پودری پلی استر	۱۶۰	۲۵	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b	۲ b	۳ b
	۱۸۰	۲۰	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b	۲ b	۳ b
	۲۰۰	۱۵	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b	۲ b	۳ b
لاک پودری هیبرید	۱۵۰	۳۰	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b	۴ b	۵ b
	۱۸۰	۲۰	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b	۴ b	۵ b
	۲۰۰	۱۵	۵ b	۵ b	۵ b	۵ b	۴ b	۵ b

بررسی نمونه ها نشان می دهد که نمونه پخت شده در شرایط ۲۰۰°C به مدت ۱۵ min (نمونه ۳)، از لحاظ مقاومت در برابر خوردگی نتایج بهتری را نشان می دهد. بنظر می رسد که این نتیجه، به دلیل شبکه ای شدن بهتر نمونه پودری است. حال آنکه نتایج مربوط به لاک پلی استر نشان می دهد که برنامه های مختلف پخت، فیلمهایی با مقاومت یکسان در برابر خوردگی بوجود می آورد و این امر گویای میزان شبکه ای شدن یکسان نمونه پودری پلی استر است.

#### چسبندگی برشی

نتایج آزمون چسبندگی برشی لاکهای پودری پلی استر و اپوکسی - پلی استر در برنامه های دما - زمان مختلف پخت، پیش و پس از قرار گرفتن بمدت ۱۰۰۰h در شرایط آزمون رطوبت در جدول ۵ ارائه شده

جدول ۶ - میزان سختی لاکهای پودری هیبرید و پلی استر بدست آمده از دستگاه آونگی.

انحراف معیار	متوسط عددی	دفعات اندازه گیری					شرایط پخت نمونه		نوع لاک
		۵	۴	۳	۲	۱	دما (°C)	زمان (min)	
۲/۳۱	۱۸۸/۸	۱۸۵	۱۹۲	۱۸۸	۱۹۰	۱۸۹	۱۶۰	۲۵	لاک پودری پلی استر
۳/۱۸	۱۸۹/۲	۱۸۳	۱۹۱	۱۹۲	۱۹۰	۱۹۰	۱۸۰	۲۰	
۲/۷۳	۱۸۸/۹	۱۸۸	۱۹۲	۱۹۰	۱۸۷	۱۸۶	۲۰۰	۱۵	
۰/۹۸	۱۸۲/۲	۱۸۲	۱۸۲	۱۸۴	۱۸۲	۱۸۱	۱۵۰	۳۰	لاک پودری هیبرید
۰/۸۰	۱۸۵/۶	۱۸۴	۱۸۶	۱۸۶	۱۸۶	۱۸۶	۱۸۰	۲۰	
۲/۷۲	۱۸۵/۴	۱۸۸	۱۸۹	۱۸۳	۱۸۵	۱۸۲	۲۰۰	۱۵	

## نتیجه گیری

برای بدست آوردن پوشش محافظ مناسب برای سطوح فلزی که دارای بیشترین میزان مقاومت در برابر عوامل خوردنده محیطی و بهترین خواص مکانیکی و ظاهری باشد، فرایند پخت باید بدقت کنترل شود. با استفاده از آزمون DSC، شرایط نسبی مناسب برای پخت پوششهای پودری بدون رنگدانه بر پایه پلی استر و هیپرید اپوکسی - پلی استر بدست آمد. آزمونهای مکانیکی برای هر دو نوع پودر در شرایط مختلف نتایج مشابهی را بدست می دهند. نتایج آزمون پاشش مه نمک نشان می دهد که برنامه های مختلف پخت اثری بر مقاومت در برابر خوردگی پوشش پلی استر ندارد. حال آنکه در نمونه پودری هیپرید نمونه پخت شده در  $200^{\circ}\text{C}$  بمدت 15 min مقاومت بهتری در برابر محیط خوردنده نسبت به دو شرایط پخت دیگر دارد. بنظر می رسد که این امر در نتیجه شبکه ای شدن بهتر نمونه پودری است. آزمون جریان پذیری نشان می دهد که با افزایش دمای پخت، میزان سیالیت و همترازی پودر بهبود می یابد.

## آزمونهای مکانیکی

نتایج حاصل از اندازه گیری سختی برای نمونه های پخت شده در دماها و زمانهای مختلف در جدول 6 آمده است. معیار سختی فیلم پخت شده، تعداد نوسانات آونگ است. اندازه گیری سختی نشان می دهد که در نمونه لاکها، شرایط پخت هیچ اثری بر سختی آنها ندارد.

نتایج حاصل از آزمونهای ضربه و جامی شدن برای لاکهای پودری پلی استر و هیپرید مختلف پخت شده در دماها و زمانهای مختلف در جدول 7 نشان داده شده است.

نتایج آزمونهای تعیین سختی، مقاومت در برابر ضربه، خمش مخروطی و جامی شدن نشان می دهد که پخت در شرایط دما - زمان مختلف بدست آمده از آزمونهای DSC، اثری بر خواص مکانیکی فیلم پخت شده نداشته است. بنابراین، با تعیین دما و زمان مناسب پخت، بسته به محدودیتهای دمایی (نظیر حساسیت گرمایی قطعه یا عدم وجود کوره ای با دمای بالا) و محدودیتهای زمانی (نظیر سرعت خط تولید) می توان برنامه دما - زمان مناسبی انتخاب کرد که بهترین خواص مکانیکی و در نتیجه بیشترین میزان شبکه ای شدن، از پوشش پودری مورد استفاده بدست آید.

## مراجع

- Misev T.A., *Powder Coatings: Chemistry and Technology*, John Wiley and Sons, UK, 1-79, 1991.
- Gherlone L., Rossini T. and Stula V., Powder Coatings and Differential Scanning Calorimetry: The Perfect Fit, *Prog. Org. Coat.*, **34**, 57-63, 1998.
- Belder E.G., Rutten H.J.J. and Perra D.Y., Cure Characterization of Powder Coatings, *Prog. Org. Coat.*, **42**, 142-149, 2001.
- Ishrat Ali S. and Nadeem M., Investigation of the Cure Behavior of an Epoxy-Polyester Powder Coating, *Proceedings of 2nd International Symposium on Advanced Material*, 539-545, 1993.
- Vander L.R. and Belder E.G., Thermal Analysis of the Curing of Polyester Powder Coatings with Epoxies, *Ind. Eng. Chem.*, **48**, 359-379, 1986.
- Delange P.G., Film Formation and Rheology of Powder Coatings, *J. Coat. Technol.*, **56**, 23-33, 1984.
- Fisher G.C. and Mckinney L.M., New Epoxy Resin For Ultra-Smooth Hybrid Powder Coatings, *J. Coat. Technol.*, **60**, 134-142, 1988.
- Adams D.C., Cure Behavior of Unsaturated Polymer Resin Composites, *J. Compos. Mater.*, **15**, 510-520, 1992.