

## کیفیت پوشش پلی اتیلن سنگین بر روی فولاد و نقش زیرلایه

محمد علی گل‌گذار\* و روح الله باقری\*

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

دانشکده مهندسی شیمی، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۷۷/۱۲/۱۰ - دریافت نسخه نهایی: ۷۸/۱۲/۱۱)

چکیده - در این مقاله اثرات دما، زمان پخت و همچنین زیرلایه‌های مختلف بر دوام پوشش‌های پلی اتیلن با چگالی بالا روی نمونه‌های فولاد کربنی ساده ارزیابی شده است. هدف از این تحقیق افزایش چسبندگی، بهبود انعطاف پذیری و ایجاد پوششی عاری از نقص است که مقاومت فولاد در برابر محیط‌های خورنده را افزایش دهد. برای این منظور، پس از آماده‌سازی سطح و اعمال یک زیرلایه (از نوع فسفات روی، پلی وینیل الکل، رزول، اسید استتاریک و پلی یورتان)، با استفاده از روش الکترواستاتیک پاشش پودری، پوشش پلیمر به سطح نمونه‌ها اعمال شد. سپس پوشش به دست آمده با ضخامت یکنواخت ۳۰۰ میکرون، تحت عملیات حرارتی موسوم به پخت اولیه و ثانویه قرار داده شد. آنگاه آزمایش‌های چسبندگی، انعطاف پذیری و مقاومت در برابر محیط‌های خورنده مختلف، بر اساس استاندارد ASTM انجام شد. همچنین نقایص سطحی پوششها و فصل مشترک پوشش / نمونه توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مطالعه شد.

نتایج حاصل نشان داد که میزان تخلخل پوشش و پیوستگی فصل مشترک پوشش / فلز تابع رژیم پخت شامل دما، زمان و اتمسفر کوره و حتی نوع زیرلایه است. پوشش یکنواخت با بیشترین چسبندگی بر سطح نمونه‌ها در دما و زمان پخت ثانویه برابر با ۲۳۰°C و 45 min به دست آمد. مقایسه اثر زیرلایه‌های مختلف با توجه به میزان چسبندگی و انعطاف پذیری به ترتیب از کم به زیاد بدون زیرلایه، اسید استتاریک، رزول، پلی وینیل الکل و پلی یورتان را نشان داد. انجام آزمونهای مه آب نمک و غوطه‌وری نمونه‌های پوشش شده در محیط‌های مختلف خورنده شامل کلریدفریک، اسید سولفوریک و آب مقطر به مدت ۶۰ شبانه‌روز، هیچ‌گونه اثری از خوردگی نمونه‌های فلزی را نشان نداد.

## Quality of High Density Polyethylene on Plain Carbon Steel and the Role of Primers

M. A. Golozar and R. Bagheri

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology

Department of Chemical Engineering, Isfahan University of Technology

**ABSTRACT-** *In this paper, the effect of curing time and temperature as well as various primers on durability of high density polyethylene on plain carbon steel have been investigated. The aim is to increase adhesion, improve durability and also to produce a defect-free coating in order to improve the corrosion*

\* - دانشیار

resistance of steel substrate. For this purpose, after surface preparation and applying a primer (zinc phosphate, polyvinylalcohol, resol, stearic acid, and polyurethane) polymer coating was applied using electrostatic powder coating system. Coatings having 300  $\mu$  thickness were produced and then subjected to primary and secondary curing treatments. In addition to adhesion, ductility, and corrosion tests, quality of coatings were studied using scanning electron microscopy. The results obtained revealed that, surface porosity and uniformity of metal/coating interface is a function of curing time and temperature, as well as of the primers used. The best results obtained after curing for 45 min at 230°C. The effects of primers were as follows: no primers < Stearic acid, < resol, < polyvinylalcohol, < polyurethane. Results of corrosion tests showed no sign of corrosion on the steel substrate after 60 days immersion in sulfuric acid, ferric chloride, distilled water, and salt spray.

## ۱- مقدمه

امروزه پلی اتیلن به عنوان پوشش بر روی فلزات و آلیاژهای مختلف نظیر فولاد و آلومینیم کاربرد صنعتی زیادی را پیدا کرده است [۱]. ارزان بودن، سهولت فرایند شکل دهی، خواص نارسانایی الکتریکی، مقاومت عالی در برابر مواد شیمیایی و محیطهای آبی و خاکی، چقرمگی و انعطاف پذیری خوب در دماهای پایین، شفافیت بالا در ضخامتهای کم موجب استفاده از این نوع پلیمر به عنوان پوشش سطوح لوازم و تجهیزات صنعتی نظیر مخازن؛ لوله ها، وسایل الکتریکی، قطعات خودرو ابزارهای صنعتی شده است [۲]. خواص مکانیکی پلی اتیلن تابعی از چگالی آن است. بدین ترتیب که با افزایش چگالی حد تسلیم، استحکام نهایی و مدول یانگ آن افزایش می یابد. چگالی پلیمر به درصد تبلور آن وابسته است و میزان چنین تبلوری با شرایط فرایند پخت پوشش پلیمر تغییر می کند [۳].

اعمال پوشش پلی اتیلن بر روی فلزات و آلیاژها می تواند به روشهای مختلف انجام گیرد. از جمله می توان به روشهای بستر سیال، بستر سیال الکترواستاتیکی و الکترواستاتیک پاشش پودری و بالاخره روش غوطه وری اشاره کرد [۴]. هر کدام از این روشها مزیت های خاص خود را داشته و بالطبع محدودیتهایی را نیز دارد. در این پژوهش با توجه به امکانات موجود از روش الکترواستاتیک پاشش پودری استفاده شد. از جمله مزایای عمده این روش تهیه پوششهایی با ضخامت کم در مقایسه با روشهای دیگر پوشش دهی است.

بدون توجه به روش پوشش دهی، کارایی، کیفیت و کاربرد پوشش پلی اتیلن بستگی به پارامترهای مختلفی دارد. در این رابطه

می توان به چسبندگی، انعطاف پذیری، میزان تخلخل و داشتن پیوند مستحکم بین پوشش و نمونه، یکنواختی ضخامت پوشش و داشتن سطحی صاف و عاری از عیوب سطحی و همچنین مقاومت در برابر محیطهای خورنده اشاره کرد [۵ و ۶]. در روش الکترواستاتیک پاشش پودری، پارامترهایی نظیر شرایط سطحی نمونه ها، وجود مواد افزودنی (مانند پایدارکننده های حرارتی) نوع و درصد زیر لایه و همچنین دما و زمان پخت از جمله پارامترهای تعیین کننده خواص این نوع پوشش است [۷ و ۸]. به علاوه گزارش شده است که زبری و توپوگرافی سطح هم از اهمیت ویژه ای برخوردار است [۹].

از آنجایی که یکی از شرایط اولیه لازم برای پوشش دادن فلزات و آلیاژها، وجود چسبندگی کافی و برقراری پیوند محکم بین پوشش و نمونه فلزی و همچنین انعطاف پذیری پوشش است [۵، ۶، ۱۰]، در این مقاله تحقیق در زمینه اثر زیر لایه های مختلف بر روی دو پارامتر چسبندگی و انعطاف پذیری پوشش پلی اتیلن سنگین به سطح نمونه های فولاد کربنی ساده مدنظر است. با توجه به اینکه هم خواص یاد شده و هم خواص دیگر نظیر میزان حفاظت نمونه فلزی در برابر محیطهای خورنده مستقیماً مرتبط با میکروساختار آن است [۱۱]، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نیز کیفیت پوشش پلی اتیلن تهیه شده مطالعه شد.

## ۲- مواد و روش کار

### ۲-۱- مواد

دو نوع نمونه مورد استفاده برای اعمال پوشش از ورق فولاد کربنی ساده (St37) به ضخامت 2 mm و ابعاد به ترتیب 250×150

پودر پلیمر فقط با نیروی الکترواستاتیک بر روی سطح نمونه‌ها قرار گرفته است و لذا ثبات لازم را ندارد، بلافاصله پس از پوشش‌دهی، پخت اولیه در  $160^{\circ}\text{C}$  و به مدت 15 min انجام شد.

#### ۲-۵- پخت ثانویه

پس از پخت اولیه، پلی اتیلن هنوز به صورت ذرات ذوب نشده بر روی سطح نمونه مشاهده می‌شود. برای بهبود کیفیت و بهینه کردن خواص، پخت ثانویه‌ای بر روی نمونه‌های پوشش شده انجام شد. برای این منظور، نمونه‌ها در ورقه‌های نازک آلومینیم پیچیده شد (برای جلوگیری از اکسایش) و در دماهای 180 و  $230^{\circ}\text{C}$  برای زمانهای مختلف (تا بیشینه 50 min) حرارت داده شد. شمایی از فرایند پخت اولیه و ثانویه انجام شده بر روی پوشش پودری پلی اتیلن در شکل (۱) نشان داده شده است. دما و زمانهای استفاده شده بر اساس نتایج به دست آمده قبلی [۷] و با توجه به دمای ذوب پلی اتیلن ( $125^{\circ}\text{C}$ ) انتخاب شد.

#### ۳- آزمونها

##### ۳-۱- آزمون چسبندگی به روش خراشی

چسبندگی پوشش بر روی نمونه‌ها توسط آزمون چسبندگی خراشی با کد استاندارد ASTM D2197-86 اندازه‌گیری شد. برای این منظور از دستگاه سایش رفت و برگشتی و با اعمال تغییرات مورد نیاز استفاده شد. در این آزمون مقدار نیروی لازم برای کنده شدن پوشش از سطح نمونه‌ها در دمای اتاق اندازه‌گیری شد.

##### ۳-۲- آزمون انعطاف پذیری

انعطاف‌پذیری پوشش توسط آزمون تعیین انعطاف‌پذیری طبق استاندارد ASTM B786-68 تعیین شد. در این رابطه از آزمون خمش توسط دستگاه پرس هیدرولیک با استفاده از سنبه‌های U شکل و با قطرهای ۶ الی 50 mm کم‌کم گرفته شد. در این آزمون میزان انعطاف‌پذیری پوشش (E) از رابطه  $E = \frac{100T}{(D+T)}$  محاسبه شد. در این رابطه، T مجموع ضخامت پوشش نمونه و D قطر سنبه استفاده شده است. محاسبه بالا بر روی کوچکترین قطر سنبه‌ای که منجر به ترک برداشتن پوشش شود انجام شد.

و  $15 \times 200 \text{ mm}$  تهیه شد. پلی (وینیل الکل) با متوسط وزن ملکولی عددی  $10^4 \times 2/7$  و اسید استتاریک، محلولهای چربی‌زا و حلالهای آلی از شرکت مرک آلمان خریداری شد. محلول فسفات روی توسط شرکت تابکم در تهران اهدا شد. رزول طبق دستورکار سنتز شد [۱۲]. از یک نوع پلی‌یورتان تجاری موسوم به اکسپندانت P20 اهدایی ذوب‌آهن اصفهان استفاده شد. پودر پلی اتیلن سنگین با اندازه متوسط ذرات ۲۲۵ میکرون (H.D6070) بدون افزودنی اهدایی مجتمع پتروشیمی اراک بود. پایدارکننده حرارتی (تحت نام تجارتي ارگانوکس ۱۰۱۰) از شرکت سیباگایگی، سوئیس تهیه شد.

#### ۲-۲- آماده‌سازی

با توجه به نتایج حاصل قبلی [۸]، سطوح کلیه نمونه‌ها توسط کاغذ سنباده ۱۰۰ تمیزکاری مکانیکی شد. سپس شستشوی قلیایی به مدت 5 min در محلول چربی‌زدای تجارتي در دمای  $50^{\circ}\text{C}$  و آن‌گاه شستشو در آب مقطر به مدت 1 min انجام شد. پس از آن نمونه‌ها در محلول اسید سولفوریک ۵ درصد به مدت 1 min قرار داده شد و در پایان شستشوی مجدد در آب مقطر به مدت 1 min انجام شد [۷].

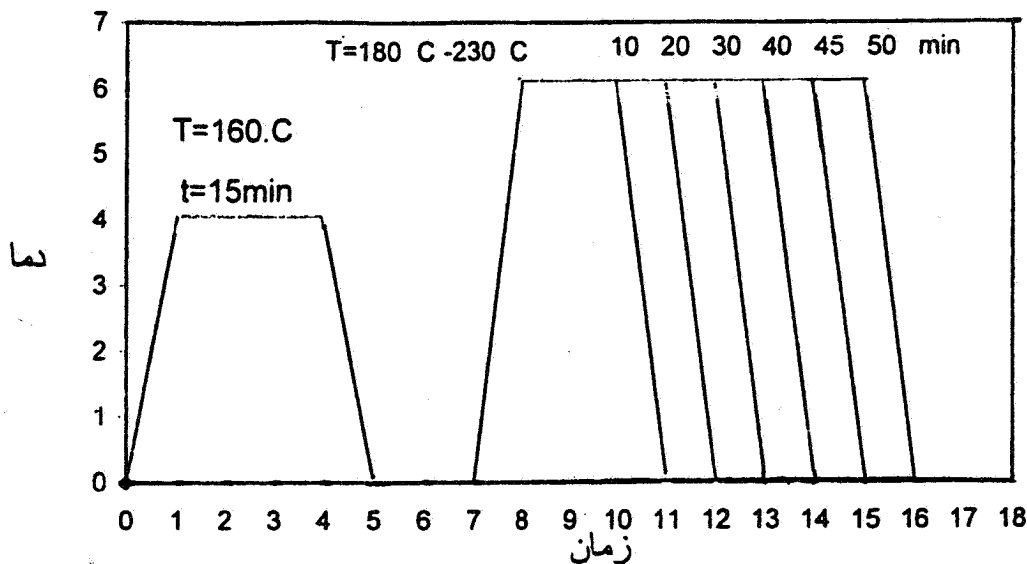
#### ۲-۳- اعمال زیرلایه

الف) زیرلایه فسفات روی- نمونه‌ها به مدت 5 min در محلول فسفات روی با دمای  $70^{\circ}\text{C}$  قرار داده شد. سپس به مدت 5 min در کوره  $100^{\circ}\text{C}$  خشک شدند.

ب) زیرلایه‌های دیگر- ابتدا محلولهایی از رزول در الکل اتیلیک (۱/۰، ۲/۰، ۴/۰، و ۵/۰ درصد وزنی)، پلی (وینیل الکل) در آب مقطر (۱/۰، ۲/۰، ۴/۰، و ۵/۰)، پلی‌یورتان تجاری در الکل اتیلیک (۱/۰، ۲/۰، ۴/۰ درصد وزنی) تهیه شد. سپس نمونه‌های فولادی در محلولهای تهیه شده به مدت 30 sec غوطه ور شده و آن‌گاه در کوره‌ای با دمای  $100^{\circ}\text{C}$  به مدت 5 min خشک شدند.

#### ۲-۴- پوشش دادن

پوشش‌دهی نمونه‌ها توسط پودر پلیمر حاوی ۰/۵ درصد پایدارکننده حرارتی (ارگانوکس ۱۰۱۰) با استفاده از دستگاه الکترواستاتیک پاشش پودری انجام شد. از آنجایی که در این مقطع



شکل ۱- شمایی از فرایند پخت اولیه و ثانویه انجام شده بر روی پوشش پلی اتیلن بر روی فولاد

کاهش عیوب سطحی نظیر تخلخل و میکروتَرَکهای سطحی است. همچنین با افزایش دما و زمان پخت از میزان ناهمواریهای سطحی کاسته می‌شود. مع‌هذا در دماهای بالاتر از  $230^{\circ}\text{C}$  و زمانهای طولانیتر از 45 min، خطر به وجود آمدن عیوب دیگر سطحی مانند موجدار شدن پوشش وجود دارد. علت این امر به سرعت جریان زیاد پوشش بر روی سطح نمونه تحت گرمایش بیش از حد مربوط می‌شود. (شکل ۲)، تصویر میکروسکوپی الکترونی از سطح نمونه پس از انجام فرایند پخت ثانویه به مدت 30 min در  $180^{\circ}\text{C}$  را نشان می‌دهد. حضور ذرات ذوب نشده پودر پلی اتیلن بر روی سطح کاملاً مشهود است. گرچه افزایش زمان پخت ثانویه تا 50 min در دمای  $180^{\circ}\text{C}$  همراه با کاهش تدریجی ذرات ذوب نشده پودر پلی اتیلن بر روی سطح و همچنین یکنواخت شدن بیشتر سطح پوشش بود، مع‌هذا حتی در زمانهای بیشتر باز هم عدم ذوب کامل پودر پلی اتیلن بر روی سطح کاملاً مشهود است. گواه میکروسکوپی این امر حضور میکروتَرَکها و حفره‌های ریز در پوشش است.

مطالعات میکروسکوپی الکترونی سطوح پوشش شده نمونه‌ها پس از پخت ثانویه در  $230^{\circ}\text{C}$  بیانگر ذوب کاملتر و در نتیجه یکنواختی بیشتر به ویژه در زمانهای طولانیتر پخت بود. مع‌هذا حتی در زمان پخت 40 min، باز هم حفره‌هایی در سطح پوشش مشاهده شد که این امر به دلیل کافی نبودن زمان پخت برای سیلان

### ۳-۳- مطالعات میکروسکوپی

مورفولوژی و وضعیت سطوح پوششهای پلی اتیلن تهیه شده و همچنین فصل مشترک آنها با نمونه فولادی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (فیلیپس مدل XL30) مطالعه شد. هدف از مطالعه میکروسکوپی تعیین تخلخل سطحی و مشخص شدن وجود و میزان ذرات پلی اتیلن ذوب نشده بر روی سطح و همچنین بررسی یکنواختی و ضخامت چسبندگی پوشش بر روی نمونه‌ها بود.

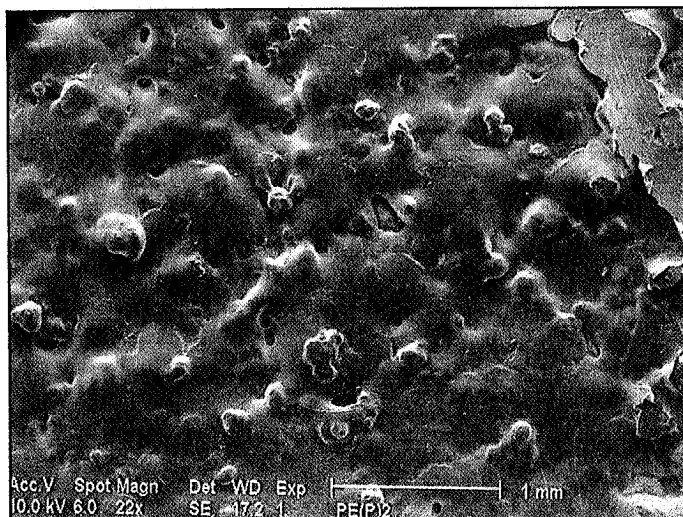
### ۳-۴- آزمونهای خوردگی

مقاومت پوشش پلی اتیلن در برابر انواع محیطهای خوردنده و همچنین رفتار خوردگی نمونه‌ها با استفاده از آزمونهای زیر ارزیابی شد، آزمون مه آب نمک (ASTM D 117)، آزمون غوطه‌وری در آب (SATM، D870)، آزمون غوطه‌وری در محلولهای آبی اسید سولفوریک ۲۰ درصد و فریک کلرید ۵۰ درصد.

### ۴- نتایج و بحث

#### ۴-۱- تأثیر دما و زمان پخت ثانویه به کیفیت پوشش

نتایج حاصل از بررسی پوششها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که در گستره دماها و زمانهای پخت ثانویه انتخاب شده، با افزایش دما و یا زمان پخت از میزان ذرات ذوب نشده پودر پلی اتیلن بر روی سطح نمونه‌ها کاسته می‌شود. این امر همراه با



شکل ۲- تصویر میکروسکوپی الکترونی از ذرات ذوب نشده پودر پلی اتیلن بر روی پوشش پخت ثانویه شده در دمای  $180^{\circ}\text{C}$  و به مدت 30 min، زیر لایه فسفات روی.

شده (55 min) همچنان ادامه می‌یابد. چگونگی روند تغییرات انعطاف‌پذیری مؤید بر افزایش آن تا زمان پخت 45 min که حداکثر انعطاف‌پذیری را خواهیم داشت و سپس افت آن با افزایش بیشتر زمان پخت است. علت این امر احتمالاً به خاطر اکسید شدن پلی اتیلن در زمانهای طولانیتر پخت بوده است [۱۳].

در رابطه با چسبندگی اعتقاد بر این است که، در زمانهای اولیه پخت به دلیل کافی نبودن زمان، اولاً نفوذ ذرات پلی اتیلن در یکدیگر به طور کامل صورت نگرفته و ثانیاً رسوخ پلی اتیلن مذاب به درون خلل و فرج سطح زمینه فولادی نیز کامل نشده و لذا چسبندگی کم است [۱۴]. در واقع حتی در دمای پخت ثانویه  $230^{\circ}\text{C}$ ، اگر زمان پخت کافی نباشد، به دلیل گرانی پایین، پوشش نمی‌تواند به اندازه کافی سطح نمونه را ترکند. لذا اولین قدم لازم در جهت ایجاد یک پیوند مستحکم بین پوشش و فولاد که همانا ترشدن کامل فلز است انجام نگرفته و بنابراین فصل مشترک پوشش - زمینه یک فصل مشترک ضعیف با چسبندگی کم خواهد بود. با گذشت زمان، پلی اتیلن مذاب می‌تواند سطح نمونه را ترکند و لذا طبق نظریه جذب سطحی چسبندگی افزایش می‌یابد [۱۰]. همچنین اعتقاد دیگر بر این است که با گذشت زمان، رسوخ پلیمر مذاب به درون ناهمواریهای سطح زمینه، چسبندگی بیشتر می‌شود. در نهایت،

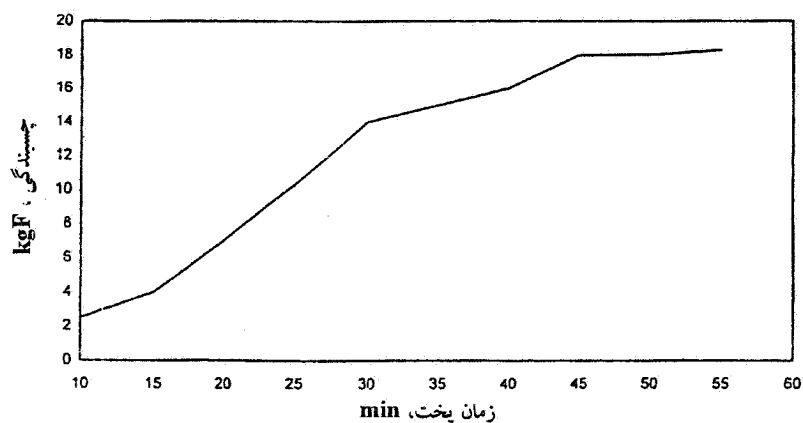
کامل پلی اتیلن تا تر شدن یکنواخت سطح تشخیص داده شد. در نهایت، پس از زمان 45 min پخت ثانویه در  $230^{\circ}\text{C}$  پوشش کاملاً یکنواخت و بدون خلل و فرج یا ترک به دست آمد، شکل (۳). افزایش زمان پخت از 45 به 50 min در این دما هم همراه با موجدار شدن سطح پوشش بود. علت این امر را همان طوری که در بالا اشاره شد می‌توان به کاهش بیش از حد گرانی مذاب پلیمر نسبت داد. با عنایت به مشاهدات و نتایج حاصل از مطالعات میکروسکوپی الکترونی، می‌توان نتیجه گرفت که دما و زمان پخت ثانویه  $230^{\circ}\text{C}$  و 45 min برای پوشش پودری پلی اتیلن سنگین (H.D. 6070) مناسب است.

برای اطمینان بیشتر از اثرات زمان در دمای پخت ثانویه  $230^{\circ}\text{C}$  آزمونه‌های چسبندگی و انعطاف‌پذیری بر روی پوششهای پخت ثانویه شده برای زمانهای 10 الی 55 min انجام شد. در شکل (۴) چگونگی تغییرات چسبندگی و در شکل (۵) نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری انعطاف‌پذیری بر حسب زمان پخت ثانویه نشان داده شده است. روند تغییرات چسبندگی حاکی از این است که در زمانهای اولیه پخت، چسبندگی کم ولی با افزایش زمان پخت چسبندگی به تدریج افزایش می‌یابد. گر چه روند افزایش در مقاطع زمانی مختلف متفاوت است، ولی تا حداکثر زمان پخت استفاده

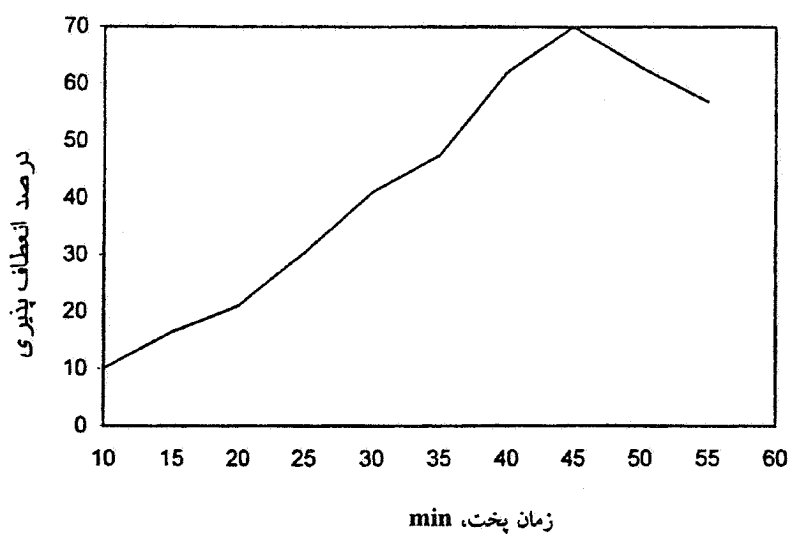


20 μm

شکل ۳- تصویر میکروسکوپی الکترونی از پوشش پلی اتیلن پس از پخت ثانویه در  $230^{\circ}\text{C}$  و زمان 45 min. پوشش یکنواخت عاری از خلل و فرج و ترک سطحی، زیر لایه فسفات روی.



شکل ۴- تأثیر زمان پخت بر چسبندگی در دمای پخت ثانویه  $230^{\circ}\text{C}$  درصد وزنی پایدارکننده ۰/۵، زیر لایه فسفات روی، زبری سطح سنباده  $100$ ، دمای پخت  $230^{\circ}\text{C}$ .



شکل ۵- تأثیر زمان پخت بر انعطاف پذیری در دمای پخت  $230^{\circ}\text{C}$  درصد وزنی پایدارکننده ۰/۵، زیر لایه فسفات روی، زبری سطح سنباده  $110$ ، دمای پخت  $230^{\circ}\text{C}$ .

ترتیب حضور زیرلایه‌های رزول و پلی (وینیل الکل) با غلظت‌های کم، افزایش ولی در غلظت‌های زیادتر کاهش تدریجی چسبندگی و انعطاف‌پذیری را به همراه دارد. مع‌هذا، آهنگ کاهش مشاهده شده کمتر از اثرات اسید استتاریک است. نتایج به دست آمده مؤید بر این مطلب است که بهترین کارایی را زیرلایه تجارتي اکسپندانت P20 دارد. حضور این زیرلایه در غلظت ۰/۱ درصد افزایش قابل ملاحظه‌ای را در چسبندگی و انعطاف‌پذیری داشته، در حالی که افزایش غلظت زیرلایه بیشتر از ۰/۱ درصد. اثرات افزایش‌دهنده کمتری را در این دو خاصیت نشان می‌دهد.

به عنوان جمع‌بندی، تمامی زیرلایه‌ها در غلظت‌های کم ( $<0.1\%$ ) اثرات مفیدی در این رابطه دارند. در شکل‌های (۹) و (۱۰) اثرات غلظت بهینه زیرلایه‌های آزمایش شده جمع‌آوری شده‌اند که مؤید بر این مطلب است. در رابطه با نقش زیرلایه‌ها می‌توان گفت که برای افزایش چسبندگی و احتمالاً انعطاف‌پذیری پلیمرهای غیرقطبی (نظیر پلی اتیلن) به سطح فلز از زیرلایه‌هایی که خود مواد آلی قطبی هستند، استفاده می‌شود. چنین زیرلایه‌هایی که موجب افزایش میزان ترشوندگی زمینه توسط پلیمر مذاب می‌شوند، افزایش چسبندگی و انعطاف‌پذیری را نیز به دنبال دارند. موادی که به عنوان زیرلایه استفاده می‌شوند، بایستی در ضخامت بسیار کم به کار روند که معمولاً آنها را در حلال حل کرده و سپس به صورت اسپری، غوطه‌وری و ... بر روی سطح زمینه اعمال می‌کنند. در اثر تبخیر حلال، یک لایه بسیار نازک که اصطلاحاً تک لایه گفته می‌شود بر روی سطح زمینه باقی می‌ماند. چنانچه غلظت زیرلایه افزایش یابد و از حالت تک‌لایه‌ای خارج شود چسبندگی و انعطاف‌پذیری پوشش با زمینه افت می‌کند. بنابراین تأثیر زیرلایه به عنوان افزایش‌دهنده چسبندگی و انعطاف‌پذیری در مقادیر بسیار کم مطرح است [۱۵ و ۱۶].

زیرلایه‌های استفاده شده، یعنی اسید استتاریک، رزول، پلی (وینیل الکل) و زیرلایه تجاری اکسپندانت P20 که مبنای پلی‌یورتان دارد، همگی در غلظت‌های پایین باعث افزایش چسبندگی و انعطاف‌پذیری شده‌اند. (نسبت به موقعی که زیرلایه‌ای اعمال نشده است) در غلظت‌های بیشتر، چسبندگی و انعطاف‌پذیری افت می‌کند.

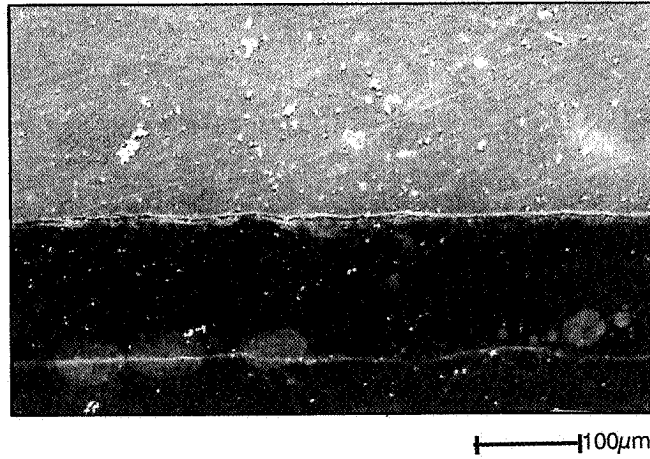
نتایج به دست آمده نشان می‌دهد که برای مثال، اسید استتاریک

وقتی که رسوخ پلی اتیلن درون خلل و فرج سطح کامل شد، حداکثر چسبندگی به دست می‌آید [۱۲]. همان گونه که شکل (۴) نشان می‌دهد، تا زمان 45 min چسبندگی به طور قابل ملاحظه‌ای زیاد می‌شود. به عقیده ما این امر می‌تواند به دلیل خیس شدن کامل سطح و در نتیجه صفر شدن (یا نزدیک به صفر شدن) زاویه تماس مذاب پلیمر یا سطح زمینه باشد. مع‌هذا پس از زمان 45 min چسبندگی افزایش قابل ملاحظه‌ای را نشان نمی‌دهد.

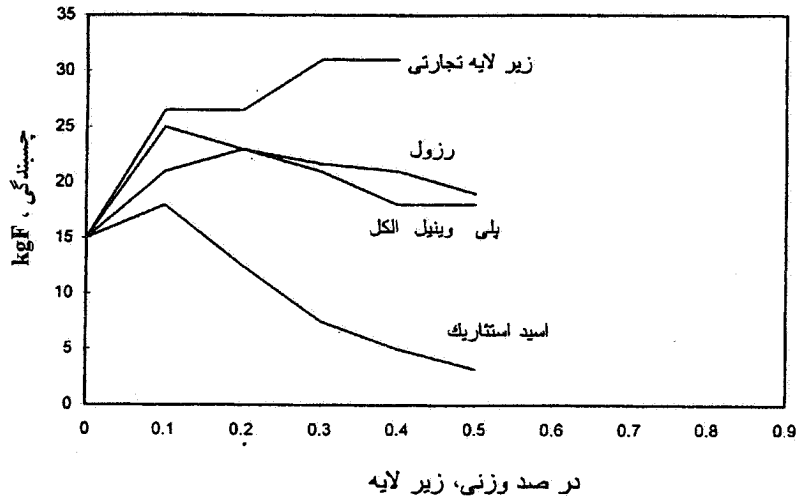
مشابه با چسبندگی، در رابطه با انعطاف‌پذیری نیز اعتقاد بر این است که در زمانهای کوتاه پخت ثانویه به دلیل تر نشدن کامل سطح زمینه توسط پوشش، انعطاف‌پذیری پایین است [۷ و ۱۰]. در واقع در نقاطی که پوشش نتوانسته سطح زمینه را به طور کامل تر کند، به عنوان محل‌های جدایش در آزمون انعطاف‌پذیری عمل می‌کند. مع‌هذا، با گذشت زمان و کاهش گرانیوی مذاب سطح زمینه به طور کامل تر شده و همزمان با چسبندگی، انعطاف‌پذیری نیز افزایش می‌یابد. روند افزایش انعطاف‌پذیری تا زمان پخت 45 min ادامه یافته و سپس معکوس می‌شود. همان گونه که اشاره شد، علت کاهش انعطاف‌پذیری می‌تواند در اکسیده شدن پوشش باشد [۱۳]. تصویر میکروسکوپی الکترونی گرفته شده از فصل مشترک پوشش - زمینه پس از زمان پخت 45 min در دمای  $230^{\circ}\text{C}$ ، مؤید بر تر شدن کامل سطح زمینه است، شکل (۶). همان گونه که از تصویر مشخص است، فصل مشترک پوشش - زمینه کاملاً یکنواخت بوده و مناطقی که حاکی از عدم ترشوندگی باشد وجود ندارد.

#### ۴-۲- تأثیر زیرلایه‌ها بر چسبندگی و انعطاف‌پذیری

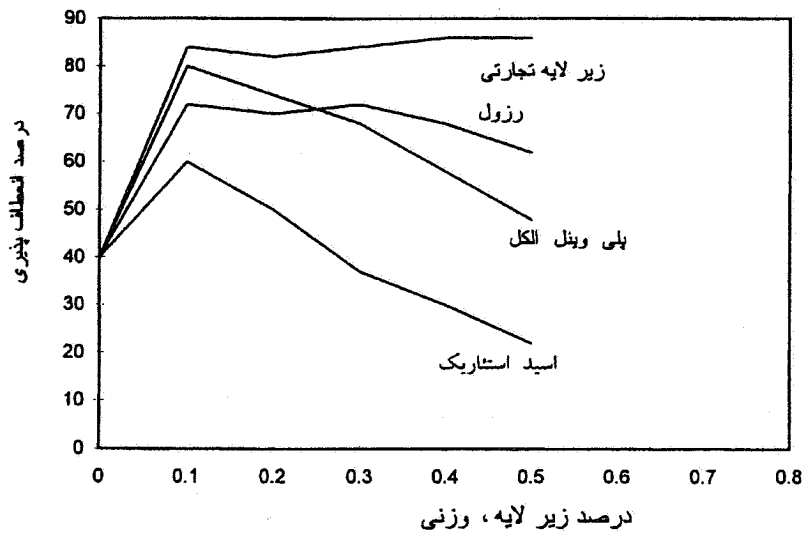
نتایج حاصل از انجام آزمون‌های چسبندگی و انعطاف‌پذیری بر روی نمونه‌های پوشش پلی اتیلن داده شده همراه با زیرلایه‌های مختلف به ترتیب در شکل‌های (۷) و (۸) ارائه شده است. همچنین اثر مقادیر بهینه زیرلایه‌های مختلف بر چسبندگی و انعطاف‌پذیری به ترتیب در شکل‌های (۹) و (۱۰) نشان داده شده است. نتایج ارائه شده در شکل‌های یاد شده مؤید بر این است که به طور کلی حضور زیرلایه اسید استتاریک در حد غلظت ۰/۱ درصد افزایش چسبندگی و انعطاف‌پذیری را به دنبال دارد، ولی غلظت‌های بیشتر این زیرلایه باعث افت شدید این دو خاصیت می‌شود. به همین



شکل ۶- تصویر میکروسکوپی الکترونی از فصل مشترک پوشش - فلز پس از 45 min پخت ثانویه در 230°C پیوستگی کامل در فصل مشترک کاملاً مشهود است.

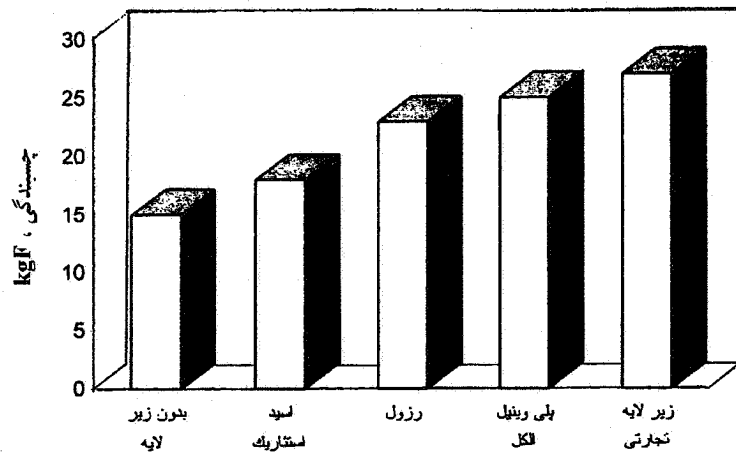


شکل ۷- تأثیر زیرلایه‌های مختلف بر چسبندگی پوشش پلی اتیلن بر فولاد. زمان و دمای پخت ثانویه به ترتیب 45 min و 230°C.

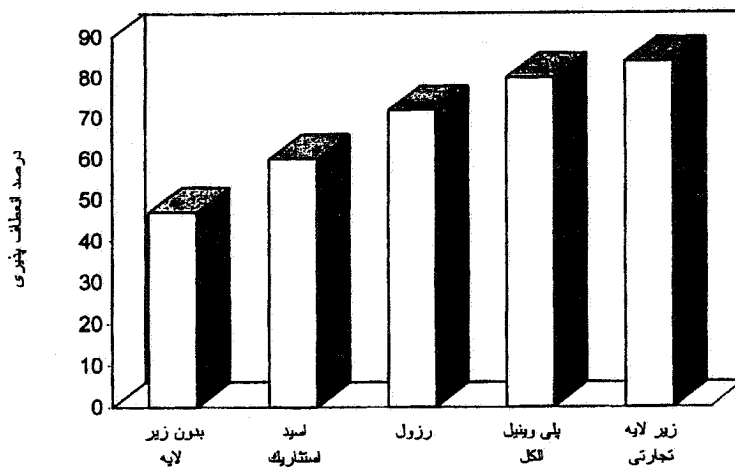


شکل ۸- تأثیر زیرلایه‌های مختلف بر انعطاف پذیری پوشش پلی اتیلن بر فولاد. زمان و دمای پخت ثانویه به ترتیب 45 min و 230°C.





شکل ۹- اثرات غلظتهای بهینه زیرلایه‌های مختلف بر چسبندگی. درصد وزنی پایدارکننده ۰/۵، زیرلایه فسفات روی، زبری سطح سنباده ۱۰۰۰، دمای پخت 230°C



شکل ۱۰- اثرات غلظتهای بهینه زیرلایه‌های مختلف بر انعطاف پذیری. درصد وزنی پایدارکننده ۰/۵، زیرلایه فسفات روی، زبری سطح سنباده ۱۰۰۰، دمای پخت 230°C

محلولهای خورنده استفاده شده است. تمامی نمونه‌های تحت آزمایش در شرایط خورنده مختلف به طور روزانه بازرسی شد. نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری تغییرات وزن و مطالعات چشمی و میکروسکوپی الکترونی مؤید بر عدم خوردگی پس از ۶۱ روز در شرایط خورنده (غوطه‌ور در محلول اسیدی، آبی و یا در دستگاه مه آب نمک) بود. به علاوه اثری از جدایش پوشش از نمونه، ترک خوردن پوشش و یا تاول زدن پوشش ملاحظه نشد. همچنین طیف IR اسپکتروسکوپی گرفته شده از پوشش نمونه‌ها پس از پایان زمان غوطه‌وری در محلول خورنده مؤید بر عدم تغییرات ساختاری پلیمر بود؛ تشکیل گروه کربنیل در  $1720\text{ cm}^{-1}$  مشاهده نشد [۱۳]. بازرسی دقیق نمونه‌های غوطه‌ور شده در محلولهای خورنده

تنها در مقادیر بسیار کم (کمتر از ۰/۱ درصد) می‌تواند میزان ترشوندگی زمینه را افزایش دهد و در نتیجه باعث افزایش چسبندگی و انعطاف‌پذیری پوشش شود. اما زیرلایه‌های رزول، پلی (وینیل الکل) و زیرلایه تجاری اکسپندات P20، نه تنها باعث افزایش ترشوندگی زمینه شده‌اند بلکه احتمالاً نوعی پیوند (شیمیایی) بین پوشش و زمینه را ایجاد کردند. چنین احتمالی مخصوصاً در مورد پلی (وینیل الکل) و اکسپندات P20، بیشتر است، شکل‌های (۹) و (۱۰).

نتایج به دست آمده از انجام آزمایش‌های غوطه‌وری در محلولهای شیمیایی خورنده مختلف نشان دهنده مقاومت عالی پوشش در تمامی محلولهای یاد شده و توانایی آن در حفاظت از فولاد در برابر

روش اسپری الکترواستاتیک پاشش پودری تابع دما و زمان پخت ثانویه است. در این رابطه دما و زمان بهینه به ترتیب  $230^{\circ}\text{C}$  و 45 min مشخص شد.

۴- با استفاده از زیرلایه مناسب می توان کیفیت (چسبندگی و انعطاف پذیری) پوشش پلی اتیلن بر روی فولاد را بهبود بخشید. در این رابطه اثر زیرلایه ای استفاده شده به سمت شرایط مناسبتر به ترتیب زیر است:

بدون زیرلایه > اسید استتاریک > رزول > پلی (وینیل الکل) > اکسپندانت P20

۵- زیرلایه هایی که چسبندگی و انعطاف پذیری پوشش پلی اتیلن بیشتر را افزایش دهند خوردگی فولاد را نیز بیشتر کاهش می دهند.

### تشکر و قدردانی

بدین وسیله از معاونت محترم پژوهشی دانشگاه صنعتی به خاطر تأمین بودجه طرح تحقیقاتی برای انجام این پژوهش تشکر و قدردانی می شود. همچنین از کادر آزمایشگاهها و کارگاههای دانشکده مهندسی مواد و مهندسی شیمی به خاطر کمکهای بی دریغ آنها سپاسگزاری می شود.

1. Jezl, J. L., *In Encyclopedia of polymer Science and Technology*, Vol. 11, Ed. N. M. Bikales, P. 611, John Wiley and Sons, 1969.
2. Birley, A. W., Heath, R. J., and Scott, M., *Plastic Materials Properties and Applications*, 2nd Ed., 1988.
3. Brydson, J. A., *Plastic Materials*, 3rd. Ed., Chap. 10., The White Friars Press, Ltd, London, 1975.
4. Miller, E., *Powder Coating*, 2nd Ed., Society of Manufacturing Engineering, 1987.
5. Kinlock, A. J., *Adhesion and Adhesive Science and Technology*, Chapman and Hall, London. 1990.
6. Packham. D. F., *Adhesion of Polymeric Coatings*, K. L. Mittal, Ed. Plenum Press, New York, P. 19, 1981.
7. Golozar, M. A., and Bagheri, R., "High Density

قوی نظیر کلریدفریک در دمای  $42^{\circ}\text{C}$  و برای زمانهای طولانی نظیر ۶۰ روز نشان داد که اگر چه قسمت اعظم پوشش هنوز سالم است و اثری از نفوذ محلول خورنده به زیر آن و یا خوردگی نمونه فولادی مشاهده نمی شود، مع هذا، در لبه های نمونه که چسبندگی و یکنواختی پوشش کمتر است، نواحی پراکنده خورده شده دیده می شود. لکن این نواحی به طور ایزوله شده و پراکنده و آن هم صرفاً در لبه ها یا نواحی مجاور آن ملاحظه شد. همچنین مشاهده شد که حضور زیرلایه هایی که چسبندگی پوشش را افزایش می دهند، میزان نواحی ایزوله و پراکنده خوردگی در لبه های نمونه ها را نیز کاهش می دهند.

### ۵- خلاصه و نتیجه گیری

نتایج به دست آمده از مطالعات، بررسیها و آزمونهای انجام شده در این تحقیق را می توان به صورت زیر خلاصه کرد:

- ۱- از پوشش پلی اتیلن سنگین می توان به عنوان یک پوشش محافظ برای فولاد در محیطهای خورنده آبی استفاده کرد.
- ۲- از روش الکترواستاتیک پاشش پودری می توان پوشش پلی اتیلن سنگین با کیفیت خوب بر روی نمونه های فولادی اعمال کرد.
- ۳- کیفیت پوشش پلی اتیلن سنگین اعمال شده بر روی فولاد توسط

### مراجع

- Polyethylene Coating on Carbon Steel by Electrostatic Powder Spray System," *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 70, pp. 2507- 2513, 1998.
۸. باقری، ر.، گلغزار، م.ع.، و خلقی، م.، "پوشش مقاوم پلی اتیلن بر فولاد ساده کربنی با روش الکترواستاتیک پاششی پودری"، مجموعه مقالات دومین سمینار ملی مهندسی سطح، دانشکده فنی، دانشگاه تهران، ص. ۳۶۱-۳۶۸، ۸-۱۱ اردیبهشت ۱۳۷۶.
  9. Golozar, M. A., and Bagheri, R., "Spray Electrostatic Powder Coating of High Density Polyethylene on Plain Carbon Steel," *Proceedings of the International Symposium*, The Metallurgical Society of CIM, Materials Solutions for Environmental Problems, pp. 189-199, 1997.
  10. Fourche, G., *Polymer Engineering and Science*, Vol. 35, No. 12, P. 968, 1995.

۱۱. خلقی، م.، گلعداز، م.ع.، و باقری، ر.، "محافظت از فولاد ساده کربنی در محیطهای مرطوب توسط پوششهای پلی اتیلن با دانسیته بالا"، مجموعه مقالات پنجمین گنگره ملی خوردگی، دانشکده مهندسی متالورژی، دانشگاه صنعتی شریف، ص. ۱۴۵-۱۵۵، ۱۱-۱۳ شهریور ۱۳۷۶.

12. Sorensen, W. R., and Campbell, T. W., *Preparative Methods of Polymer Chemistry*, Wiley- Inter. Ltd, 1968.

13. Aleen, N. S., *Degradation and Stabilization of Polyolefins*, Appl. Sci. Pub. Ltd, London., Chaps. 1,3

and 6, 1983.

14. Currie, J., Pelesnaire, P., Goleau, R., and Sacher, E., *Journal of Colloid Interface Science*, Vol. 97, P. 410, 1989.

15. Ball, F. M., and Curtis, G. L., *Journal of Powder Coatings*, Vol. 2, No. 1, 1979.

16. Kinloch, A. J., *Adhesion and Adhesives, Science and Technology*, Chapman and Hall, Ltd, Chaps. 2 and 4, 1990.