

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická

Předúprava kovových adherendů

Matěj Kovrzek

Bakalářská práce

2018

University of Pardubice
Faculty of Chemical Technology

Pretreatment of metal adherends

Matěj Kovrzek

Bachelor work

2018

Univerzita Pardubice
Fakulta chemicko-technologická
Akademický rok: 2017/2018

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Matěj Kvrzek**

Osobní číslo: **C15158**

Studijní program: **B2831 Povrchová ochrana stavebních a konstrukčních materiálů**

Studijní obor: **Povrchová ochrana stavebních a konstrukčních materiálů**

Název tématu: **Předúprava kovových adherendů**

Zadávající katedra: **Ústav chemie a technologie makromolekulárních látek**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Popište základní typy předúprav povrchů adherendů.
2. Předupravte povrch dvou kovových adherendů, ze slitiny hliníku a z uhlíkaté oceli, podle odpovídající normy.
3. V jednotlivých krocích předúpravy, podle postupu uvedených v příslušné normě, podrobně charakterizujte povrchy obou kovových adherendů. Použijte několik nezávislých metod.
4. Získané výsledky zpracujte a diskutujte.

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

Vedoucí bakalářské práce:

doc. Ing. Eva Černošková, CSc.

Společná laboratoř chemie pevných látek

Datum zadání bakalářské práce: **2. prosince 2017**

Termín odevzdání bakalářské práce: **4. července 2018**



prof. Ing. Petr Kalenda, CSc.
děkan

L.S.



Ing. David Veselý, Ph.D.
vedoucí katedry

V Pardubicích dne 28. února 2018

Prohlašuji:

Tuto práci jsem vypracoval samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využil, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Byl jsem seznámen s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména se skutečností, že Univerzita Pardubice má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona, a s tím, že pokud dojde k užití této práce mnou nebo bude poskytnuta licence o užití jinému subjektu, je Univerzita Pardubice oprávněna ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložila, a to podle okolností až do jejich skutečné výše.

Souhlasím s prezenčním zpřístupněním své práce v Univerzitní knihovně.

V Pardubicích dne:

.....

Matěj Kovrzek

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucí práce doc. Ing. Evě Černoškové, CSc. za odborné vedení při psaní této bakalářské práce, za její cenné rady, připomínky a trpělivost. Rád bych poděkoval Ing. Petru Kutálkovi, Ph.D. a Ing. Janě Machotové, Ph. D. za odbornou asistenci při experimentálních a praktických měřeních. Rád bych poděkoval svojí rodině a přátelům, kteří mě po celou dobu studia podporují.

Souhrn

Předmětem předložené bakalářské práce je (bylo) předupravit povrch hliníkového adherendu a adherendu z uhlíkaté oceli podle normy ČSN EN ISO 1514. Povrchy obou kovových adherendů byly postupně charakterizovány v jednotlivých krocích daných normou ČSN EN ISO 1514, a to v surovém stavu, po odmaštění povrchu, po mechanickém odírání povrchu a po moření povrchu. Nad rámec normy ČSN EN ISO 1514 byl po odmaštění povrch adherendů mechanicky odírán dalšími třemi typy brusných papírů o různé velikosti zrna. Pro charakterizaci povrchů bylo použito několik metod: skenovací elektronová mikroskopie, energiově disperzní analýza, profilometrie, tenziometrie a byly provedeny odtrhové zkoušky pro vodou ředitelný a epoxidový nátěr.

Klíčová slova

kovové adherendy, předúprava, smáčivost, odtrhové zkoušky,
norma ČSN EN ISO 1514

Summary

The subject of the bachelor thesis is the pretreatment of the surface of aluminum and carbon steel adherends according to ČSN EN ISO 1514 standard. The surfaces of both metal adherends were gradually characterized in the individual steps of this standard i.e. in the raw state, after degreasing of surface, after mechanical abrasion of surface and after surface pickling. Beyond this standard, the surfaces of the adherends were subjected to the mechanical abrasion using abrasive papers with the different grain size. Several methods were used to characterize the surfaces: scanning electron microscopy, energy dispersive analysis, profilometry, tensiometry and the pull-off adhesion tests for water-dilutable and epoxy coatings.

Keywords

metal adherends, pretreatment, wettability, pull-off adhesion testing,
ČSN EN ISO 1514 standard

Seznam použitých zkratk a symbolů

R_a	– average roughness
SEM	– skenovací elektronová mikroskopie
EDX	– energiově disperzní analýza
LED	– světelná dioda (z ang. Light Emitting Diode)
s	– pevná fáze
l	– kapalná fáze
g	– plynná fáze
γ_{sg}	– mezifázová energie pevná fáze-plyn
γ_{ls}	– mezifázová energie kapalina-pevná fáze
γ_{lg}	– mezifázová energie kapalina-plyn
Θ	– kontaktní úhel
RV	– relativní vlhkost
γ^{tot}	– celkové povrchové napětí kapalin
γ^{d}	– disperzní složka povrchového napětí kapalin
γ^{p}	– polární složka povrchového napětí kapalin

Obsah

Úvod	12
1. Teoretická část	13
1.1. Předúpravy adherendů	13
1.2. Mechanické předúpravy.....	13
1.2.1. Broušení a leštění.....	14
1.2.2. Kartáčování.....	15
1.2.3. Omílání	16
1.3. Chemicko-fyzikální předúpravy	20
1.3.1. Odmašťování.....	20
1.3.2. Moření.....	22
1.3.3. Odrezování.....	24
1.4. Předúprava kovových adherendů před nanášením nátěrových hmot.....	25
1.4.1. Adherend z hliníku – postup dle ČSN EN ISO 1514	25
1.4.2. Adherend z uhlíkaté oceli - postup dle ČSN EN ISO 1514.....	25
1.5. Konzervační předúpravy.....	26
1.5.1. Chromátování.....	26
1.5.2. Fosfátování.....	27
1.6. Použití alternativních technologií	27
1.6.1. Otryskávání směsí suchého ledu a abraziva	27
1.6.2. Chemické odjehlování	27
2. Experimentální část	29
2.1. Použité materiály – adherendy.....	29
2.2. Použité experimentální metody	30
2.2.1. Skenovací elektronová mikroskopie a energiově disperzní rentgenová analýza	30

2.2.2. Optická mikroskopie	31
2.2.3. Profilometrie	31
2.2.4. Optická tenziometrie – smáčivost.....	32
2.2.5. Odtrhové zkoušky	34
3. Výsledky a diskuze	36
3.1. Charakterizace hliníkového adherendu.....	37
3.2. Charakterizace adherendu z uhlíkaté oceli	50
4. Závěr.....	62
Literatura	65

Úvod

Předúprava povrchu adherendů je důležitou součástí celého nátěrového systému. Má rozhodující vliv na přilnavost nátěru k povrchu. Tím se podílí na celkovém vzhledu, odolnosti a životnosti nátěrového systému. Např. z kovových materiálů se odstraňují nečistoty, upravuje se přilnavost nebo se prodlužuje antikorozi ochrana.

Obecně platí, že povrch materiálu určeného k povrchové úpravě musí být absolutně suchý a čistý. Nesmí být znečištěn ropnými produkty, mazivy, chemickými látkami, např. silikonem, solemi, impregnačními a tažnými prostředky, okujemi a produkty koroze. Aby bylo možné tento požadavek splnit, je před samotným nanášením velmi důležité zajistit kvalitní předúpravu.

Interakce mezi adherendem a nátěrem hraje klíčovou roli v mnoha chemických a fyzikálních procesech. Řada technologických procesů, např. čištění, barvení, lepení a pájení je závislá například na tom, jak dobře povrch pevné látky smáčí.

Z pohledu samotné technologie aplikace nátěrů, především ve vztahu k předúpravě povrchu, je potřeba jistý specifický přístup. Jeho podcenění má vliv na celou řadu vlastností konečného povlaku, včetně výsledné mechanické a korozi odolnosti a přilnavosti.

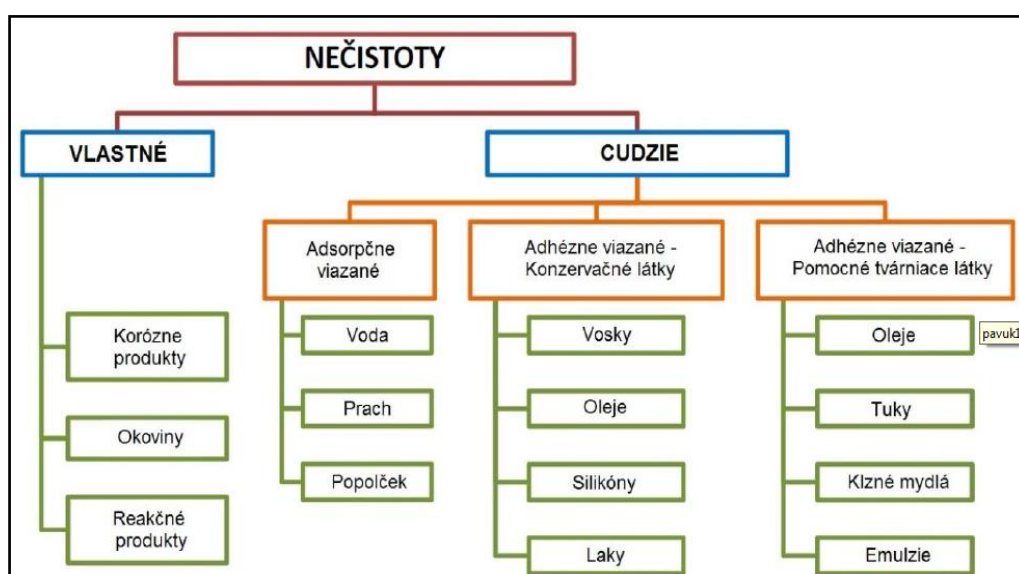
Cílem této bakalářské práce je charakterizace povrchu hliníkového adherendu a adherendu z uhlíkaté oceli v jednotlivých krocích procesu předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514.

1. Teoretická část

1.1. Předúpravy adherendů

Předúpravou adherendu jsou myšleny určité technologické postupy, díky kterým lze zlepšit vstupní vlastnosti a podmínky povrchu do další technologické fáze. Správnou a důkladnou přípravou lze například významně prodloužit trvanlivost lepeného spoje, ochranné vrstvy ve formě laku a v případě sváření kovů/plastů kvalitu sváru [1].

Předúpravou se odstraní nečistoty nacházející se na povrchu adherendu. Rozdělení nečistot je znázorněno na obrázku 1.

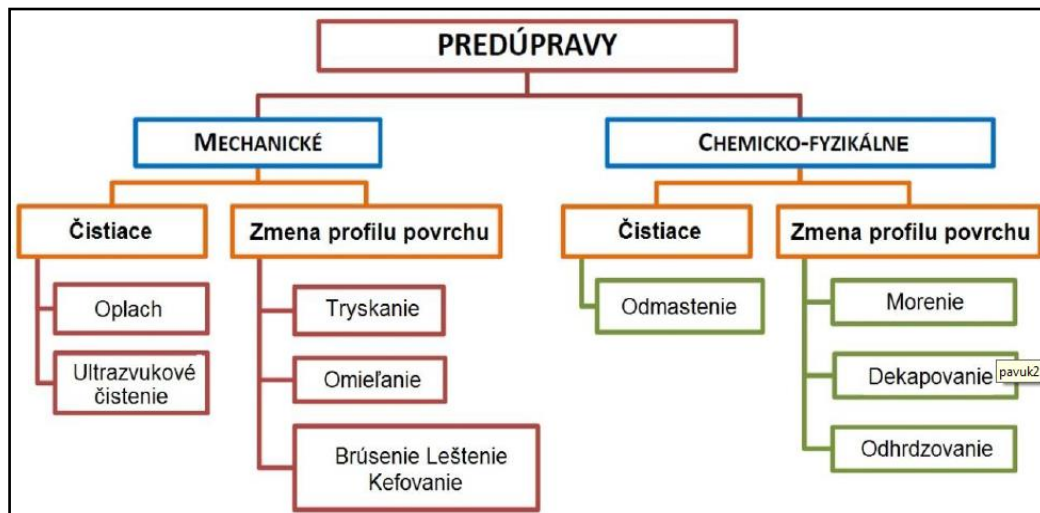


Obrázek 1. Rozdělení nečistot [2].

1.2. Mechanické předúpravy

Základní mechanické předúpravy jsou broušení a leštění, kartáčování, omílání a tryskaní [3], viz obrázek 2. Těmito předúpravami nelze dosáhnout přesně stanovený tvar a rozměr částic na povrchu, ale docílí se požadované jakosti povrchu materiálu. Mechanické předúpravy se provádějí za účelem:

- odstranění nečistot z podkladu,
- zajištění nejvyšší možné adheze mezi povrchem a dalšími vrstvami,
- zlepšení antikoročních podmínek a snížení opotřebení materiálu,
- dosažení požadovaného vzhledu.



Obrázek 2. Rozdělení předúprav [2].

1.2.1. Broušení a leštění

Broušení je metoda [3], při které se brusným papírem nebo ocelovým kartáčem homogenizuje povrch materiálu od hrubých nerovností a nečistot. Podle typu poruchy povrchu adherendu nebo podle charakteru nečistot se určuje postup, podle kterého se zvolí počáteční hrubost brusného papíru. Pro hrubé nečistoty je nutné použít ocelový kartáč. Hrubost brusiva charakterizuje veličina Ra (střední aritmetická výchylka hrubosti povrchu).

Technologii broušení smirkovým papírem lze rozdělit na: hrubé obrušování (hrubování) – broušení brusivem o zrnitosti v rozmezí 24 – 100 μm za sucha. Jemné broušení (vyhlazování) – broušení brusivem o zrnitosti v intervalu 120 – 240 μm . Kvůli snížení tření a zahřívání povrchu se brusné kotouče přimazávají olejem. Provádí se i tzv. předlešťování – broušení brusivem o zrnitosti v rozmezí 280 – 500 μm .

Leštění

Leštění je speciální případ broušení [3]. V této poslední fázi dochází k odstraňování nejjemnějších částic ($\sim 0,1 \mu\text{m}$), čímž se získá požadovaná jakost povrchu a lesku.

Leštění se provádí pomocí látkových leštících kotoučů, viz obrázek 3. Výsledek leštění ovlivňuje rychlost otáčení leštícího kotouče, jeho velikost a typ použité leštící pasty. Pro speciální účely se leští ručně bavlněným hadrem.



Obrázek 3. Příklady leštících kotoučů [4].

Leštění [3] se provádí i z estetických důvodů na nanášených ochranných vrstvách. Po ukončení leštění se vytvoří tenký film odrážející světlo. Intenzitu odraženého světla od leštěného adherendu ovlivňují rychlost otáčení leštícího nástroje, velikost jeho plochy a typ leštící pasty. Leštidlo se skládá ze stejnorodých tuků a abraziv. Mezi abrazivní látky se řadí:

- leštící zeleň (Cr_2O_3),
- leštící červen (Fe_2O_3),
- umělý korund (Al_2O_3),
- vídeňské vápno (CaO),
- jemná křemelina,
- pemza.

1.2.2. Kartáčování

Kartáčování je mechanický způsob čištění [5] jež se provádí za účelem:

- očištění povrchu adherendu od hrubých nečistot (rzi a starých nátěrů),
- zjemnění povrchu po broušení nebo před leštěním od produktů oxidace.

Pro kartáčování se používají drátěné kartáče. Podobně jako u broušení se nejprve čistí tvrdými a hrubými kartáči. Postupně se přechází k měkkým a pružným kotoučům z umělých a přírodních vláken. Složitě tvarované výrobky se kartáčují elastickými nástroji. Druhy kartáčů jsou zobrazeny na obrázku 4.



Obrázek 4. Kartáčovací nástroje [6].

Ocelové výrobky se opracovávají kartáči z rovného nebo vlnitého ocelového drátu. Ocelové dráty by poškodily neocelové výrobky, proto je nutné použít kartáčovací nástroje z jiných materiálů, např.: měď, mosaz a fosfor-bronz. S přihlédnutím na typ a velikost adherendu se volí kartáčování ruční, pneumatické a elektrické. Nevýhodou kartáčování je, že v pórech adherendu zůstávají zbytky koroze.

1.2.3. Omílání

Broušení a leštění lze nahradit omíláním [5]. Při metodě omílání je povrch materiálu opracováván pomocí omílacích prostředků: kapalin (nejčastěji voda), tělísek a různých materiálů (přírodní, umělé a ostatní – což jsou organické, kožené odpady, textil, dřevěné hobliny). Umělé omílací materiály jsou většinou z umělého korundu (Al_2O_3) nebo z kovu. Přírodní omílací materiály jsou na ústupu. Doba jejich životnosti je krátká. Zástupci přírodních omílacích prostředků jsou např. křemen, žula, čedič apod.

Na základě dané technologie omílání je nutné zvolit vhodné omílací prostředky. Pro získání hrubé struktury povrchu je potřeba použít tvrdých tělísek s vyšší hrubostí, naopak pro leštění se používají jemně zrnité měkké elementy.

Omílací médium obrousí a vyleští povrch až na hrubost ($\sim 0,3 \mu\text{m}$). V praxi se tento způsob mechanického čištění využívá pro hromadnou úpravu menších dílců ve větších sériích. Na konci omílání je povrch adherendu zbavený ostřin a okují a má zaoblené hrany a vykazuje vyšší povrchovou pevnost. Příklady omílacích strojů jsou na obrázku 5. Omílací technologie, se dělí na:

- odstředivé,
- vibrační,
- rotační.



Obrázek 5. Příklady omílacích strojů [7].

1.2.4. Otryskávání

Předúprava otryskáváním [8] spočívá ve vrhání drobných částic proti upravovanému povrchu. Povrch upravovaného adherendu reaguje na sérii nárazů, až vzniká charakteristický vzhled. Konečná podoba povrchu je dána:

- tvarem dopadajících zrn,
- jejich tvrdostí,
- velikostí,
- typem materiálu a hmotností.

Taktéž záleží na rychlosti tryskacího média, úhlu dopadu a jakosti adherendu.

Aby bylo možno provést další úpravy adherendu po otryskávání, např. pro specifické účely, je nutné dokonale očistit povrch od vrhaných částic. Po dopadu tryskacího média by měl mít adherend homogenní povrch.

Rozeznáváme několik druhů otryskávacích materiálů. Druhy otryskávacích materiálů se volí dle nároků na výrobek, přičemž se zohledňuje tloušťka stěny výrobku, typ materiálu, znečištění a reliéf povrchu. Jako materiál pro otryskávání se používá

např. karbid křemíku, tvrdé zrno, ořechové skořápky a plastový granulát [9]. Otryskávání nezaručí antikorozi vlastnosti a je potřebné povrch opatřit další ochrannou vrstvou např.: fosfátováním, nátěrem apod.

Použití kulatých zrn způsobí jen nepatrný úběr materiálu. Povrch po dopadu kulatých zrn je hladký a zpevněný, odolnější vůči korozi. Reliéf povrchu tvoří mělké důlky, což se může projevit zatlačením nečistot do povrchu substrátu. Úprava pomocí kulatých zrn je nevhodná pod nátěrové systémy. Ostrohranná zrna čistí povrch důkladněji, reliéf povrchu je rozčleněn krátery, které mají ostré hrany. Adheze mezi nátěrovým systémem a substrátem roste oproti mělkým důlkům. Negativním jevem ostrohranných zrn je jejich zasekávání do povrchu adherendu.

Dalším tryskacím médiem je suspenze vody a brusiva. Upravování povrchu pomocí suspenze se používá na konci tryskacího procesu. Abrazivní složka suspenze ubírá malé vrstvy materiálu. Výsledkem je hladší povrch než při použití kulatých zrn, dochází k homogenizaci povrchu. Tato operace se označuje jako „hydrofiniš“.

1.2.4.1. Otryskávání vodou

Metoda otryskávání vodou [10] je založena na stejném principu jako klasické otryskávání, pouze abrazivní látky byly nahrazeny vodním paprskem.

Aplikace vodního paprsku probíhá přes trysku nebo soustavu trysek. V některých případech lze použít rotační trysku. U vodního otryskávání se voda běžně tlakuje na 800 – 2 500 bar (80 – 250 MPa). Optimální průtok vody pro čisticí účely je 18 – 30 l/min. Jedná se o univerzální levnou metodu čištění, proto ji lze použít např. při čištění výztuží, čištění degradovaného betonu apod. Před začátkem otryskávání je potřebné zkontrolovat, jestli je povrch adherendu zbaven nečistot (mastnota, olej, sole apod.) [2]. Pokud tomu tak není, hrozí zamaštění tryskacího media a zamezení jeho recyklace. Vyplatí se odstranit i pevně přilnuté nečistoty, poněvadž hrozí jejich zaražení do povrchu adherendu. Oblasti povrchu s konečnou úpravou je nutné chránit před otryskávaným médiem (zakrýt). Před nanášením nátěrových systémů je nutné odstranit zbytky všech částic přilnutých na povrchu substrátu (u mokrého otryskávání umýt vodou, u suchého otryskávání okartáčovat a odsát prach).

1.2.4.2. Otryskávání suchým ledem

Oproti klasickému tryskání pomocí abraziv zde nedochází k mechanickému poškození povrchu [11]. Oxid uhličitý dopadající na povrch má teplotu $-79\text{ }^{\circ}\text{C}$, tím dochází k jeho intenzivní sublimaci, jež je podobná malým výbuchům. Povrch adherendu se šokově ochladí, dojde k délkové kontrakci, nečistoty zkřehnou a vlivem proudění vzduchu odpadnou. Oproti konvenčním metodám se výrazně zkrátí čas úpravy. Pro otryskávání se suchý led používá nejčastěji ve formě pelet (válečky o průměru 3 mm a délce 5 – 8 mm; viz obrázek 6). Zvýšení účinnosti otryskávání lze dosáhnout ostrými úlomky suchého ledu, který je před použitím nadrcen.

Tryskání suchým ledem lze použít k:

- odstranění rzi a okují,
- odstranění vysoce přilnavých vrstev,
- čištění zkorodovaných nástrojů a dílů,
- restaurování povrchů.

Otryskávání pomocí CO_2 má několik výhod oproti klasickému otryskávání [13]. Částice CO_2 na povrchu adherendu sublimují, odpadávají nečistoty a povrch zůstává nepoškozen. Je to suchý proces, tudíž nevznikají žádné odpadní kapaliny, jež by bylo nutné čistit. Z toho důvodu je tato metoda ekologicky šetrná.

V praxi je tato metoda velice oblíbená, neboť očištění je rychlé a levné.



Obrázek 6. Peletky suchého ledu [12].

1.3. Chemicko-fyzikální předúpravy

Chemicko-fyzikální předúpravy se provádí s cílem:

- odstranit vlastní i cizí nečistoty z povrchu adherendu, viz obrázek 1, chemickou nebo chemicko-fyzikální cestou,
- odstranit poruchy a nedostatky povrchu,
- zaktivovat povrch.

Mezi chemicko-fyzikální předúpravy patří odmaštění, moření, chemické a elektrochemické leštění a odrezování. Jakékoliv nečistoty na povrchu zhoršují vlastnosti nanášeného laku, popřípadě lepených spojů a svárů. Je známo, že mastnota snižuje adhezi na minimum a dochází k minimální životnosti následujících úprav. Není-li dodržena homogenita povrchu, dochází ke vzniku korozních produktů adherendu a k znehodnocení výrobku [2].

1.3.1. Odmašťování

Odmašťování je technologie odstraňující mastnotu a některé další nečistoty z povrchu adherendu [14]. Nečistoty, viz obrázek 1, se na povrch dostanou již při výrobě a stykem s okolím prostředím. Např. kovy se běžně konzervují mastnými přípravky. Chemickou cestou vznikají např.: oxidy, chloridy, sírany apod.

Fyzikální cestou se na substrátu usazují saze, prach, kovové částice a zejména mastnoty ve formě kapalné a pevné fáze. Za zvýšené teploty může dojít k tvorbě tvrdé vrstvy usazenin, kterou lze jen velmi těžko odstranit. Při následném odmašťování dochází k eliminaci mastnoty na povrchu adherendu. V praxi se pod pojmem „chemické odmašťování“ rozumí ponor součástí do lázně o stanovené teplotě a pH, nebo postřikem předem připravenou směsí.

Znečištění povrchu je značně variabilní, proto je nutné přizpůsobit odmašťovací podmínky lázně, která může být:

- alkalická,
- organická,
- emulzní (tenzidová)

1.3.1.1. Odmašťování v alkalických roztocích

Proces alkalického odmaštění [15] je založen na zmýdelnění tuků a olejů. Alkalické chemikálie (lázně) tvoří zásaditý roztok ($\text{pH} > 7$), kationty napadají OH^- skupiny v mastnotě a na povrchu adherendu dochází k tvorbě mýdel. Toto ošetření je nejšetnější pro ocelové a litinové prvky. Pro barevné kovy je nutné použít báze s nižším pH z důvodu jejich rozpustnosti. Lázně se skládají z:

- hydroxidů (nejpoužívanější hydroxid sodný – NaOH)
- křemičitanů a metakřemičitanů,
- fosforečnanů a polyfosforečnanů.

Křemičitany je potřeba přizpůsobit odmašťovanému materiálu [16]. Např. poměrem $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ je možné dosáhnout maximálního odmašťujícího účinku a snížení povrchového napětí. V malé míře je naleptán povrch adherendu a pokryt tenkým povlakem zabraňující korozi v alkalickém prostředí. Nežádoucím jevem při odmašťování v křemičitanech je tvorba nerozpustného oxidu křemičitého.

1.3.1.2. Odmašťování v organických roztocích

Odmašťování pomocí organických rozpouštědel je jeden z nejjednodušších způsobů čištění povrchu adherendů [17]. Odstranění mastnot je téměř dokonalé. Velkou nevýhodou je, že organická činidla jsou lehčí než voda, proto nelze využít této metody pro vlhké povrchy. Taktéž pomocí organických rozpouštědel nelze odstraňovat anorganické sloučeniny na povrchu substrátu např.: soli, pot a otisky prstů. Další negativum organických lázní je nutnost likvidace kalů po odmaštění.

Mezi nepoužívanější organická rozpouštědla pro odmašťování patří petrolej, benzín a chlorované uhlovodíky (trichlorethylen a perchlorethylen). Ostatní rozpouštědla jsou limitována jedovatostí, hořlavostí a nestálostí. Petrolej lze použít k hrubému očištění tlustých vrstev znečištění, avšak po aplikaci je substrát pokryt tenkou vrstvou petroleje, kterou je nutné odstranit. Obdobně se používá benzín, ovšem zde je limitujícím faktorem jeho hořlavost. Proto je nutné ho používat v malém

množství. Benzín oproti petroleji lze použít již na zhotovené nátěrové systémy, protože je nerozpouští. Obě rozpouštědla se používají pro ruční odmaštění.

Naopak v průmyslu jsou rozšířené chlorované uhlovodíky (trichloethylen a perchlorethylen), které mají podobný koeficient rozpustnosti s tuky a mastnotami. Poněvadž mají narkotické účinky, nejsou určeny k ručnímu odmašťování.

1.3.1.3 Odmašťování v emulzích (tenzidové odmašťování)

Jedná se o speciální případ odmašťování v organických rozpouštědlech s přísadkou organických emulgátorů [8]. Mastnoty vlivem rozpouštědla snižují svoji viskozitu a rozpouští se. Přítomný emulgátor umožňuje rozpouštědлу se dostat do hlubších vrstev nečistot. Po určité době se substrát opláchne vodou, přičemž vzniká emulze kalu a vody. Tvorba kalů je negativním jevem u emulzního odmašťování.

1.3.1.4 Odmašťování pomocí ultrazvuku

Jednou z metod v oboru odmašťování je technologie využívající ultrazvukových vln [18], obrázek 7. Jedná se o akustické vlnění s vysokou energií a frekvencí mezi 20 - 250 kHz. Takto vysoký kmitočet vyvolá v čisticí kapalině kompresi a extenzi (kavitaci). Následkem bude intenzivní tvorba a zánik vzduchových bublin.

Nečistoty vystavené těmto podmínkám z povrchu kovu odpadávají, aniž by předmět byl poškozen. Účinnost očištění předmětů lze urychlit zvýšením teploty a přidáním čisticího prostředku. Vyšší teplota eliminuje rozpuštěný vzduch v kapalině a zvýší se tvorba bublin od ultrazvukového vlnění. Čisticí prostředek sníží povrchové napětí a dochází k lepšímu kontaktu s nečistotami. V praxi se teplota lázně pohybuje mezi 50 – 65°C. Jeden cyklus čištění bývá 20 minut. Počet cyklů záleží na znečištění.

1.3.2. Moření

Tato bakalářská práce je zaměřena na předúpravu povrchu uhlíkaté oceli a hliníku, proto bude popsáno moření těchto dvou materiálů.

Moření uhlíkaté oceli [19] se provádí v kyselých lázních, nejčastěji v kyselině sírové (H_2SO_4) a kyselině chlorovodíkové (HCl). Vlivem kyseliny dochází k rozpouštění okují a tvorbě vodíku. Uvolněný vodík z kyseliny tvoří bubliny, jenž



Obrázek 7. Ultrazvuková lázeň [18].

mechanicky odstraní nečistoty z povrchu. Dojde-li k příliš velkému uvolnění vodíku, začne interagovat s kovem a dojde k rozrušení povrchu kovu. Z tohoto důvodu se do mořící směsi přidávají inhibitory, které chrání povrch substrátu před „přemořením“. Po určitém čase se lázeň vyčerpá (kyselina s kovem zreagovala na sůl) a musí se vyměnit.

Další používaná mořící kapalina pro uhlíkatou ocel je kyselina fosforečná (H_3PO_4). Její schopnost odštěpit vodík je nižší, tudíž pravděpodobnost přemoření oceli je nižší. Na povrchu kovu se vyloučí tenký povlak nerozpustných fosfátů, který chrání částečně před korozí a jeho pórovitost zlepšuje adhezi k nátěrovým systémům.

Moření hliníku lze provádět v alkalickém i kyselém prostředí [19].

U alkalického moření je nejpoužívanější lázeň 20 % hydroxidu sodného za zvýšené teploty (50 – 80 °C). Kyselé moření hliníku je nákladnější a méně efektivní, neboť před aplikací kyselé lázně je nutné provést odmaštění.

1.3.3. Odrezování

Technologie odrezování [20] funguje na podobném principu jako moření, viz kapitola 1.3.2. Rozdíl mezi mořením a odrezováním je v koncentraci čisticí látky působící na povrch adherendu. U moření se odstraňují okuje, jež jsou chemicky odolnější než korozní produkty, naopak u odrezování se odstraňuje jemná koroze. Doba odrezování je výrazně nižší než u moření. Nejčastěji používané odrezovací kapaliny jsou HCl, H₂SO₄ a H₃PO₄. Alkalické odrezování se neprovádí, poněvadž alkálie nejsou zdaleka tak účinné jako kyseliny.

Rozpuštění korozních produktu lze provést ponorným způsobem do odrezovací lázně. Doba úpravy povrchu adherendu závisí na tloušťce a chemickém složení koroze. Časová náročnost odstranění lehké koroze je kratší než u okují. S narůstající tloušťkou koroze (mm) roste čas k rozpuštění korozních zplodin oproti okujím.

Odrezovací media lze rozdělit na:

- bezoplachové odrezovače,
- oplachové odrezovače.

Bezoplachové odrezování je založeno na lázni slabě koncentrované H₃PO₄ (do 15 hm. %), která s podkladem vytvoří nerozpustné fosfáty a pasivuje povrch. Do kyseliny fosforečné se přidávají alkoholy např. ethanol, isopropanol, butanol (do 5 hm. %) z důvodu lepší smáčivosti a rychlejšího schnutí povrchu. Schopnost kyseliny fosforečné kvalitně odrezit je velmi omezená. Její použití je vhodné pouze na substráty s tenkou vrstvičkou koroze.

Oplachové odrezovače vyčistí povrch důkladněji než bezoplachové. Po aplikaci nástřikem je nutné povrch adherendu dokonale očistit od zbytků kyselin a rozpuštěných korozních produktů. Náročnost operace závisí na velikosti upravovaného dílce. Typ odrezovače se volí podle povahy povrchu substrátu a pracovní teploty. Na základě pracovní teploty se rozlišují přípravky odrezující za studena a za zvýšené teploty.

1.4. Předúprava kovových adherendů před nanášením nátěrových hmot

Pro měření byly použity dva typy kovových adherendů – hliník a uhlíkatá ocel. Hliníkové a ocelové adherendy byly zvoleny záměrně, neboť se jedná o dva kovové materiály, které patří k nejrozšířenějším.

1.4.1. Adherend z hliníku – postup dle ČSN EN ISO 1514

Povrch hliníkového adherendu byl přeupraven podle normy ČSN EN ISO 1514.

Postup podle normy ČSN EN ISO 1514 je shrnut následovně:

- a) předběžné odmaštění pomocí textilie namočené v acetonu,
- b) odmaštění 60 minut v Soxhletově extraktoru acetonem (nejméně 4 cykly),
- c) mechanické odírání brusným papírem o velikosti částic 45 – 106 μm :
 - nejprve přímo ve směru rovnoběžném s jednou stranou,
 - poté kolmo na první směr tak dlouho, dokud nezmizí stopy po předchozím odírání,
 - nakonec kruhovým pohybem tak dlouho, dokud nezůstanou na povrchu pouze stopy po kruhovém obrušování a povrch se nejeví stejnorodý,
- a) ofouknutí čistým, suchým dusíkem,
- b) moření 20 minut při 65 – 70 °C v lázni o složení:
 - 25 hmotnostních dílů 95 % kyseliny sírové,
 - 75 hmotnostních dílů vody,
- a) opláchnutí 10 minut tekoucí vodou,
- b) opláchnutí 1 minutu proudem destilované vody,
- c) osušení v sušárně při 55 °C po dobu 30 minut.

1.4.2. Adherend z uhlíkaté oceli - postup dle ČSN EN ISO 1514

Postup podle normy ČSN EN ISO 1514 byl upraven na základě zkušeností zaměstnanců ÚChML, Univerzita Pardubice:

- a) předběžné odmaštění pomocí textilie namočené v chloroformu,
- b) odmaštění 60 minut v Soxhletově extraktoru chloroformem (nejméně 4 cykly),
- c) mechanické odírání brusným papírem o velikosti částic 45 až 106 μm :

- nejprve přímo ve směru rovnoběžném s jednou stranou,
- poté kolmo na první směr tak dlouho, dokud nezmizí stopy po předchozím odírání,
- nakonec kruhovým pohybem tak dlouho, dokud nezůstanou na povrchu pouze stopy po kruhovém obrušování a povrch se nejeví stejnorodý,
- a) ofouknutí čistým, suchým dusíkem,
- b) moření 60 min. v 3 % ním roztoku kyseliny fosforečné při laboratorní teplotě,
- c) opláchnutí 10 minut tekoucí vodou,
- d) opláchnutí 1 minutu proudem destilované vody,
- e) osušení v sušárně při 55 °C po dobu 30 minut.

1.5. Konzervační předúpravy

Následně po předúpravách se povrch stabilizuje tvorbou sloučenin s kyslíkem a halogeny (koroduje) [21]. Aby bylo zabráněno tomuto nevyhovujícímu stavu, je nutné povrch „zakonzervovat“. Z tohoto důvodu se provádí pasivace povrchu. Vytvořením pasivní vrstvy dojde k vedlejšímu pozitivnímu efektu, a to ke zvýšení adheze vrstev na takto upravený povrch.

Tvorba konzervačních povlaků se připravuje např.:

- chromováním pro neželezné kovy, měď, zinek apod.,
- fosfátováním u oceli a zinku.

1.5.1. Chromátování

Nejběžněji se chromátování používá na hliníkových substrátech. Hmotnost povlaku závisí na koncentraci roztoku v lázni, na časové délce ponoru, teplotě a pH. Rozmezí vyloučené vrstvy chromu je v mezi 0,2 - 2 g/m². V procesu chromátování se povrchový povlak tvoří nejčastěji pomocí roztoků sloučenin šestimocného chromu Cr⁶⁺ [22]. Šestimocný chrom se při kontaktu s kovem redukuje na Cr³⁺ a kovový substrát se oxiduje. Vzniknou takto nerozpustné sloučeniny stávající se základem pro pasivační vrstvu. Po vysrážení je povlak ještě měkký a hydrofobický. Po vysušení povlak postupně tvrdne a zraje.

1.5.2. Fosfátování

Fosfátování je chemická předúprava na bázi kyseliny fosforečné [17]. Využívá se zde částečného odmaštění povrchu kovu, odrezení a tvorby ochranné fosfátové vrstvy. Vliv kyseliny fosforečné na materiál přináší výhodu, neboť odpadá nutnost použití tenzidů.

Pestrá paleta technologií dala za vznik různým pracovním postupům, např. úprava pěnou, postřikem, vysokotlakým postřikem, ponorem apod.

V praxi nejrozšířenější lázni jsou dihydrogenfosforečnany alkalických kovů (např. KH_2PO_4 nebo NaH_2PO_4). Lázeň obsahuje rovněž urychlovač určený k fosfátování a odmašťování ocelí. Urychlovač – katalyzátor je běžně složen ze solí šestimocného molybdenu Mo^{6+} s organickými povrchově aktivními látkami. V lázni na substrátu se vytvoří amorfni povlak. Hmotnost povlaku činí od 0,2 - 0,5 g/m². Vzniku povlaku napomáhá odstraňovat mastnotu, avšak při silném znečištění mastnotou je nutné použít odmašťujících lázní, protože mastnota blokuje povrch kovu.

1.6. Použití alternativních technologií

1.6.1. Otryskávání směsí suchého ledu a abraziva

V principu se jedná o stejnou technologii jako v případě otryskávání suchým ledem, viz kapitola 1.2.4.2. K CO_2 se přidává abrazivní materiál [11]. Důvod použití abraziva spočívá v tom, že určité anorganické nečistoty nekřehnou vlivem CO_2 a proto je k důkladnému očištění potřeba použít určité abrazivum. Velikost abrazivních částic se pohybuje v rozmezí 0,1 - 2 mm. Jedná se především o korund, balotinu (skleněné kuličky), písek apod.

1.6.2. Chemické odjehlování

Chemické odjehlování plní podobnou funkci jako mechanické předúpravy [23]. Kladem této metody je zkrácení času úprav následujících po výrobě kovových dílců.

Chemické odjehlování se používá v případě, kdy nelze použít z hlediska tvaru a velikosti povrchu jiné mechanické metody.

Jedná o proces velmi podobný moření, neboť dané součástky se ponoří do již připravených lázní. Poněvadž otřepy a jehličky mají větší měrnou plochu, dokáže je rozpouštědlo atakovat z více směrů a rozpustit. Silným negativem je úbytek částic materiálu v celém objemu substrátu, proto je nutné přesně dimenzovat danou lázeň pro určitý typ materiálu.

U ocelových adherendů se chemické odjehlování používá ke zvýšení lesku, odstranění okují a zejména k odstranění otřepů. Využívá se kyselé lázně při standardním tlaku a provozní teplotě 20 – 25 °C. Jedná se o exotermickou reakci, proto v určitých případech je nutné použít chladicí okruh.

U hliníkových substrátů se používá lázeň na bázi hydroxidu sodného, smáčedel a regulačních přísad za normálních podmínek. Regulátory se přidávají z důvodů ochrany odjehlovací vany i k odstranění otřepů. V praxi se touto technologií ošetřují složité konstrukční prvky.

2. Experimentální část

2.1. Použité materiály – adherendy

Pro charakterizaci byly použity dva druhy kovových adherendů – hliník a uhlíkatá ocel. Hliníkové a ocelové adherendy byly zvoleny záměrně, neboť se jedná o nejrozšířenější materiály v průmyslu prostupující napříč celou paletou odvětví, např.: automobilového průmyslu až po potravinářství. V každém typu odvětví je nutné materiály přizpůsobit specifickým podmínkám.

Kovové adherendy, hliník a uhlíkatá ocel, byly postupně charakterizovány ve čtyřech fázích předúpravy.

Byly podrobně popsány na počátku, tj. v nedefinovaném stavu z výroby. Tento stav je rovněž ovlivněn skladováním, manipulací a řezáním.

Následoval postup podle normy ČSN EN ISO 1514. Adherendy byly odmaštěny a jejich stav byl rovněž charakterizován.

V třetím kroku následovalo mechanické odírání (zdrsnění povrchu) a nad rámec normy byl povrch odherendů zdrsněn dalšími třemi typy brusných papírů o různé velikosti zrna. Brusné papíry byly označeny 40, 60, 120, 240, v této řadě velikost zrna klesá.

Poslední charakterizace byla provedena po moření.

Pro studium adherendů v jednotlivých fázích předúpravy byla použita skenovací elektronová mikroskopie s energetickým disperzním analyzátozem, optická mikroskopie, profilometrie a optická tenziometrie, tj. smáčivost. Ve všech fázích byly provedeny i odtrhové zkoušky pro vodu ředitelný a dvousložkový epoxidový nátěr.

Jednotlivé kroky charakterizace adherendů dané normou ČSN EN ISO 1514 budou dále označeny čísly následovně:

- 1 – zkoušky na povrchu „surových“ adherendů,
- 2 – zkoušky na povrchu adherendů po odmaštění,
- 3 – zkoušky po mechanickém zdrsnění povrchů adherendů,
- 4 – zkoušky po moření povrchů, tedy po aplikaci všech kroků normy.

2.2. Použité experimentální metody

2.2.1. Skenovací elektronová mikroskopie a energiově disperzní rentgenová analýza

Elektronová mikroskopie (SEM) a energiově disperzní (EDX) mikroanalýza je založena na interakci urychlených elektronů se vzorkem. Při dopadu primárních elektronů na vzorek vznikají sekundární a zpětně odražené elektrony.



Obrázek 8. Elektronový mikroskop JEOL JSM-5500LV.

Sekundární elektrony vznikají při pronikání primárních elektronů hmotou jako produkt nepružných srážek. Jejich energie je v jednotkách – desítkách eV. Nesou informaci o topografii povrchu. Zpětně odražené elektrony vznikají jako produkt pružných srážek primárních elektronů s atomy vzorku. Jejich energie se přitom téměř nemění. Kromě informace o topografii povrchu nesou informaci o chemickém složení.

Povrchy obou typů kovových adherendů byly charakterizovány pomocí elektronového mikroskopu a rentgenového energiově disperzního mikroanalýzátoru ve čtyřech fázích předúpravy. Byl použit elektronový mikroskop JEOL JSM-5500LV a

rentgenový energiově disperzní mikroanalyzátor IXRF Systems (detektor GRESHAM Sirius 10), obrázek 8. Urychlovací napětí primárního svazku elektronů bylo 20 kV.

2.2.2. Optická mikroskopie

Povrch adherendů byl charakterizován i pomocí optického mikroskopu BX 60 (Olympus) spojeného s počítačem a s použitým zvětšení 200x a 500x, viz obrázek 9.



Obrázek 9. Optický mikroskop Olympus BX 60.

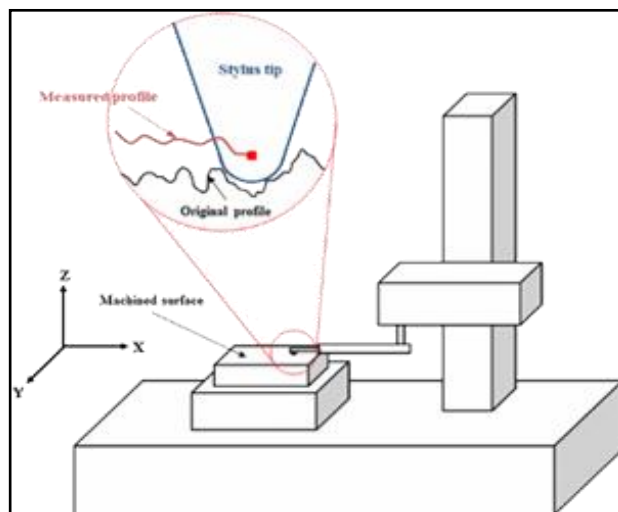
2.2.3. Profilometrie

Profilometr je měřící zařízení pro kontaktní měření profilu povrchu za účelem stanovení jeho drsnosti nebo mikroskopických objektů na povrchu. Principem metody je pohyb ostré jehly (stylusu, diamantového hrotu) po povrchu a převedení výchylek na povrchu do formy geometrického profilu. Schéma je na obrázku 10.

Hrubost materiálů byla měřena pomocí mechanického profilometru SSC-01 (R.M.I., Česká republika) pracujícím v kontaktním režimu s ocelovým stylusem. Přístroj funguje na principu měření torze nosné jehly - stylu a jejího přepočtu na výšku, což umožňuje měřit výšky v rozmezí 15 nm – 1 mm. Typické podmínky měření

topografie povrchu v jednotlivých liniích: vzdálenost 5 mm s krokem po 5 μm na každém vzorku se šesti nezávislými měřeními, ze kterých byly vypočteny průměrné hodnoty a směrodatná odchylka. Data byla proložena polynomem 2. stupně. Pro korekci naklonění a zakřivení vzorku na dlouhou vzdálenost a následně byla hrubost materiálu vypočtena jako R_a dle vzorce (1). R_a je definováno jako aritmetický střed absolutních odchylek profilu hrubosti (drsnosti) od střední hodnoty (čáry) přes celý rozsah měřené délky.

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N |r_j| \quad (1)$$

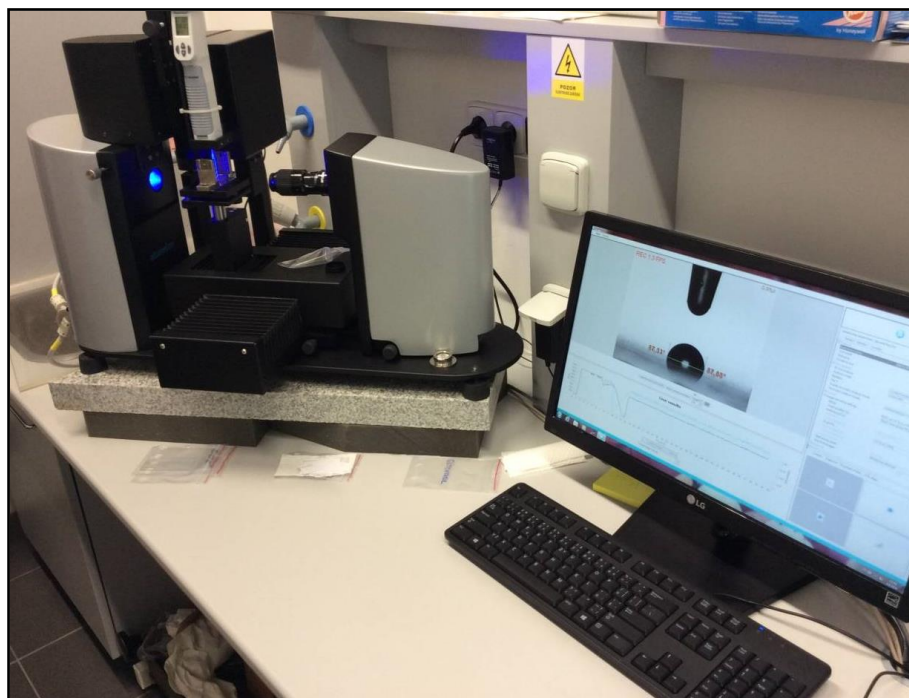


Obrázek 10. Schéma měření profilometrem.

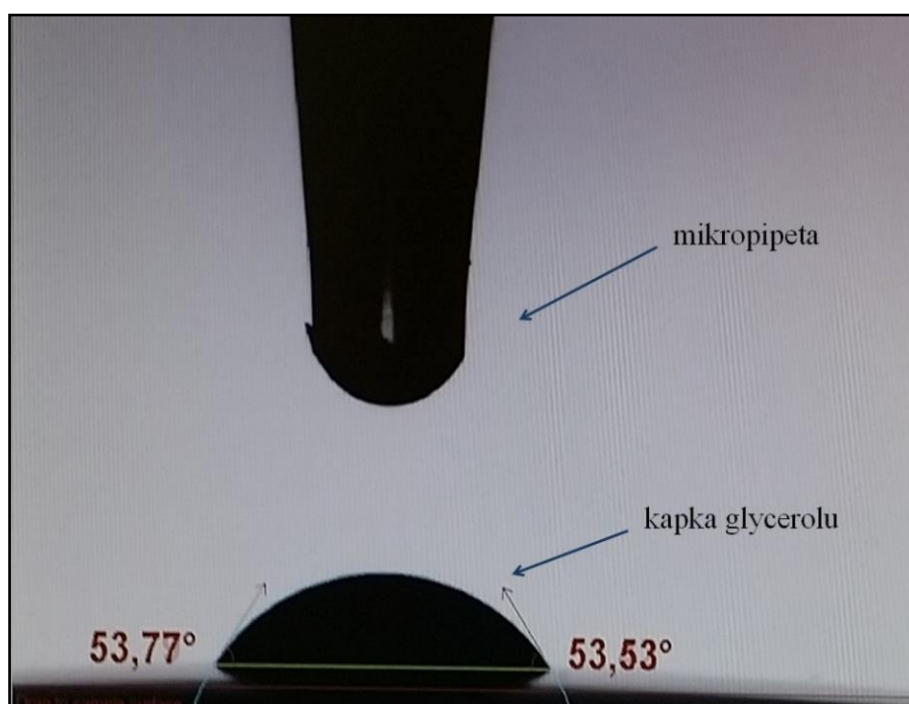
2.2.4. Optická tenziometrie – smáčivost

Smáčivost (kontaktní úhel) kovových adherendů byla měřena na optickém tenziometru Attension Theta (Biolion Scientific, Finsko), obrázek 11. Časová závislost roztékání přisedlé kapky (změny kontaktního úhlu) o objemu 1 μl byla zaznamenávána videokamerou opatřenou LED diodou. Automatická mikropipeta byla použita pro přesné dávkování kapaliny. Obrazový záznam získaných dat byl zpracován pomocí softwaru OneAttension. Byla odečtena hodnota kontaktního úhlu v ustáleném stavu, tj. pro jednotlivá měření v čase 30 – 180 s, v závislosti na rychlosti roztékání dané kapaliny na daném povrchu, obrázek 12. Přesnost určení konstantního úhlu je $\pm 1^\circ$. Pro

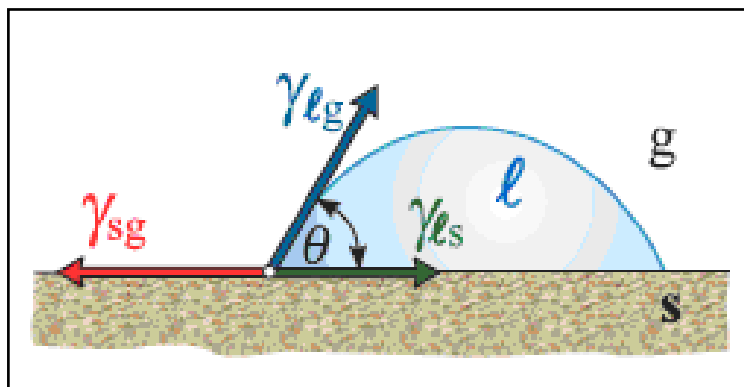
každou kapalinu a každý vzorek bylo prováděno pět měření. Ze získaných dat byly vypočítány průměrné hodnoty kontaktního úhlu a směrodatná odchylka. Pro výpočet kontaktního úhlu byla použita Youngova rovnice (2), která je podmínkou fázové rovnováhy na rozhraní pevná látka (s) - kapalina (l) - plyn (g), viz obrázek 13.



Obrázek 11. Optický tenziometr Attension Theta.



Obrázek 12. Záběr videokamery tenziometru.



Obrázek 13. Podmínka rovnováhy na rozhraní tří fází: pevná látka (s) - kapalina (l) - plyn (g).

$$\gamma_{sg} - \gamma_{ls} = \gamma_{lg} \cos \theta \quad (2)$$

V rovnici (2) je povrchová energie pevné látky γ_{sg} , mezifázová energie pevná látka-kapalina γ_{ls} a povrchová energie kapaliny γ_{lg} . Vzájemný vztah mezi jejich hodnotami ovlivňuje konečný úhel smáčení.

Pro zjištění smáčivosti dvou kovových adherendů byly použity dvě kapaliny, glycerol, jako polární kapalina a diiodmethan jako kapalina disperzní. Glycerol byl zvolen místo typické polární kapaliny, vody, protože i při podmínkách používaných při měření kontaktního úhlu (22 °C, RV ~ 38 %) se kapka vody během měření (60 s) odpařuje, čímž dochází k zmenšování kontaktního úhlu, a tedy k chybným výsledkům.

2.2.5. Odtrhové zkoušky

Metoda využívá měření síly potřebné k odtržení kruhového tělesa o definované ploše, které je přilepeno na nátěrovém systému. Odtrhová zkouška spočívá v nalepení zkušebního tělíska (terčíku) o průměru 20 mm vhodně zvoleným lepidlem na nátěrový systém, následuje vytvrzení lepidla a odtržení tělíska odtrhovým zařízením.

V této práci bylo použito lepidlo značky Araldite, což je dvousložkové epoxidové lepidlo s nízkou úrovní zápachu. Lepidlo se vyznačuje vynikající pevností v

odlupu, smykovou pevností a dobrou rázovou pevností. Doba pro dosažení úplné pevnosti je 24 hodin při 23 °C.

Odrhové zkoušky byly provedeny dle normy ČSN EN ISO 4624, na odtrhovém zařízení typu Elcometer 510, model T (Elcometer, Anglie), viz obrázek 14. Přístroj při odtrhové rychlosti 0,7 MPa s⁻¹.



Obrázek 14. Odtrhoměr Elcometer 510.

3. Výsledky a diskuze

Pro studium byly použity standardní testovací plechy Q-panel – hliník a ocel, které se používají jako substráty pro testování barev, lepidel, nátěrů a antikoročních přísad. Hliníkové a ocelové adherendy byly zvoleny záměrně, neboť se jedná o nejrozšířenější materiály v průmyslu a prostupují napříč celou paletou odvětví od automobilového průmyslu až po potravinářství. V každém typu odvětví je nutné materiály po předúpravě přizpůsobit specifickým podmínkám v závislosti na typu použití.

Norma ČSN EN ISO 1514 byla rozdělena na čtyři experimentální kroky. Testované kovové adherendy, tj. hliník a uhlíkatá ocel, byly tedy postupně charakterizovány ve všech čtyřech fázích předúpravy. Adherendy byly podrobně popsány na počátku, tj. v nedefinovaném stavu z výroby. Tento stav může být rovněž značně ovlivněn skladováním, manipulací a řezáním. V dalším kroku byl povrch adherendů odmaštěn. Ve třetím kroku byl dle normy ČSN EN ISO 1514 povrch adherendů mechanicky odírán (zdrsnění povrchu). Poslední charakterizace byla provedena po závěrečném moření.

Norma ČSN EN ISO 1514 požaduje ve třetím kroku opracování brusným papírem o velikosti částic 45-106 μm , což v našem označení odpovídá odle brusných papírů 60. Pro pochopení vlivu hrubosti povrchu na kvalitu předúpravy byly nad rámec normy použity i další 3 typy brusných papírů. Při označení hrubosti 40, 60, 120 a 240 velikost částic brusného papíru klesá.

Jednotlivé kroky charakterizace povrchů adherendů byly pro jednoduchost označeny čísly:

- 1 – zkoušky na povrchu „surových“ adherendů,
- 2 – zkoušky na povrchu adherendů po odmaštění,
- 3 – zkoušky po mechanickém zdrsnění povrchu adherendů (40, 60, 120 a 240),
- 4 – zkoušky po moření, tedy po aplikaci všech kroků podle příslušné normy.

Pro studium povrchu adherendů v jednotlivých krocích předúpravy (1-4) byla postupně použita skenovací elektronová mikroskopie (SEM) s energetickým disperzním analyzátozem (EDX), profilometrie a optická tenziometrie. V každém kroku předúpravy byly rovněž provedeny odtrhové zkoušky pro vodou ředitelný a epoxidový nátěr.

Konkrétně se jednalo o Aeronal pro 761 (vodný disperzní nátěr) a Araldite GZ 7071 X 75* COLORLAK (epoxidový nátěrový systém) polyamidovým tužidlem Epilox® - Hardener H 10-25.

3.1. Charakterizace hliníkového adherendu

Hliníkový adherend byl ve všech krocích daných normou ČSN EN ISO 1514 charakterizován pomocí několika nezávislých metod.

EDX analýza ukázala, že se jedná o čistý hliník, viz obrázek 15. Z obrázku 15 je patrné, že vlivem předúprav nedošlo k žádné chemické reakci (oxidace, hydrolýza), která by měřitelným způsobem ovlivnila chemické složení povrchu adherendu.

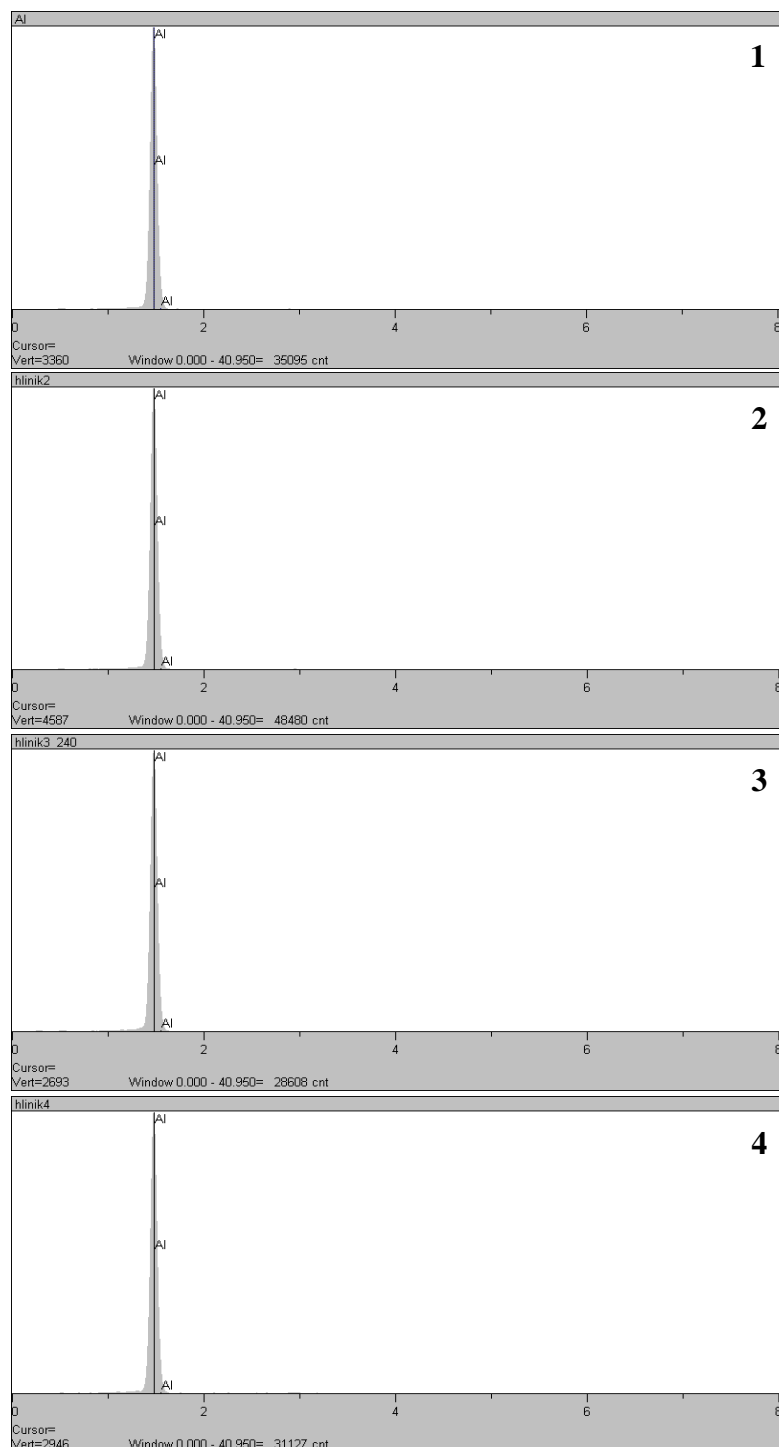
Povrchová struktura byla studována pomocí SEM analýzy, viz obrázek 16. V kroku předúpravy 1 má na strukturu povrchu hliníkového adherendu zásadní vliv původní zpracování ve výrobě. Vlastnosti povrchu výrazně ovlivňuje i manipulace s plechem, případně i nečistoty ulpělé na povrchu a jeho následné skladování.

V kroku 2 byly v souladu s normou nečistoty odstraněny pomocí odmašťující kapaliny, tj. acetonem v Soxhletu, viz kapitola 1.4.1. Vlivem odmaštění se struktura povrchu výrazně nelišila od „surového“ stavu. Odmašťující kapalina odstranila pouze částice ulpělé na povrchu, nereagovala však se samotným adherendem, což bylo prokázáno pomocí EDX analýzy (obrázek 15).

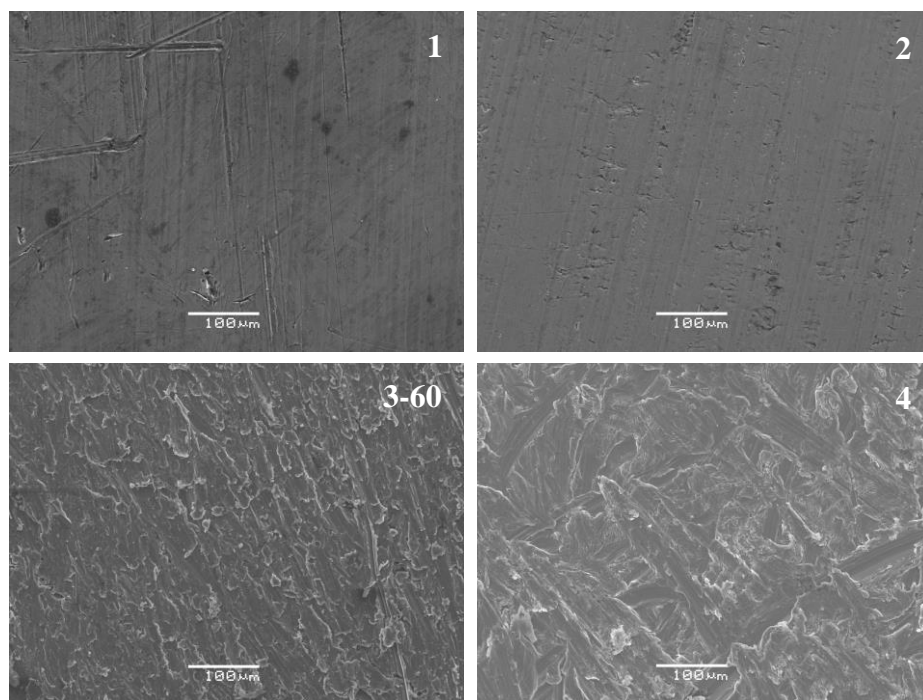
Ve třetí fázi, tj. kroku 3 dle normy ČSN EN ISO 1514, bylo provedeno zdrsnění. Zdrsnění povrchu hliníkového adherendu bylo docíleno pomocí brusných papírů. V této bakalářské práci odpovídá normě označení hrubosti brusného papíru 60, tedy broušení v kroku 3 je označeno jako 3-60.

V posledním čtvrtém kroku probíhalo moření povrchu adherendu. Proces moření byl proveden pomocí kyseliny sírové. Velmi agresivní mořící lázeň způsobila změnu hrubosti povrchu – ostré hrany povrchu adherendu byly zaobleny.

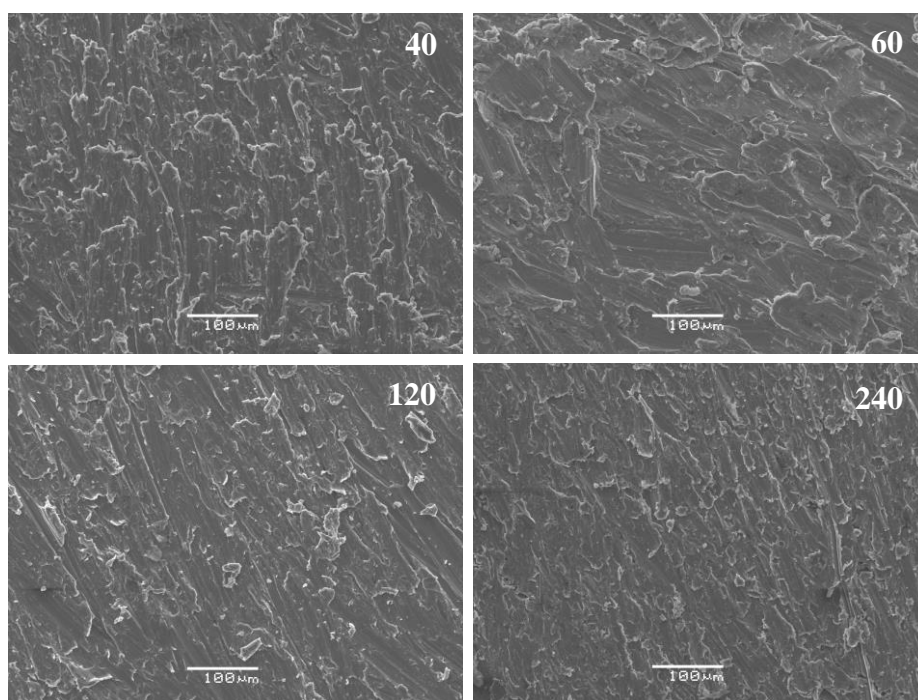
Nad rámec normy byly použity další tři různé hrubosti brusných papírů označené jako 40, 120 a 240, respektive 3–40, 3–120, 3–240. Hrubost použitých brusných papírů, resp. velikost částic, klesá v řadě 40 – 240. Změny struktury povrchu hliníku studované pomocí SEM analýzy nebylo v tomto případě zcela průkazné, viz obrázek 17. Proto byla pro přesnou charakterizaci povrchu obou adherendů zvolena další metoda – profilometrie.



Obrázek 15. Výsledky EDX analýzy adherendu z hliníku v krocích předúpravy 1 – 4.



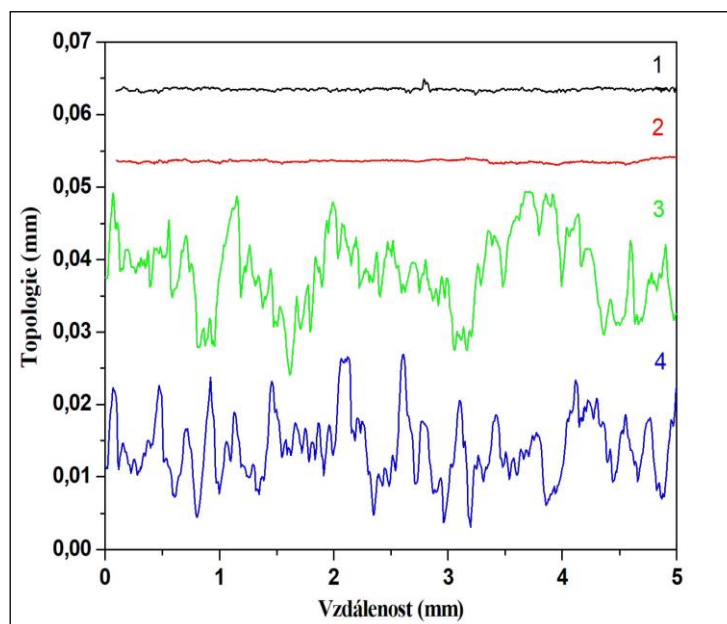
Obrázek 16. Výsledky SEM analýzy hliníkového adhérendu v jednotlivých krocích předúpravy, číslování 1 – 4.



Obrázek 17. Výsledky SEM analýzy hliníkového adhérendu v kroku 3, vliv různé hrubosti brusného papíru, 40, 60, 120, 240.

Pomocí profilometrie byla určována povrchová hrubost adhérendu, viz kapitola 2.2.3. V každém kroku předúpravy, daném normou ČSN EN ISO 1514, byl měřen profil povrchu v několika na sobě nezávislých liniích, vypočtena hrubost jako průměr R_a a

směrodatná odchylka. Výsledky získané z experimentálních dat jsou na obrázcích 18 – 20.



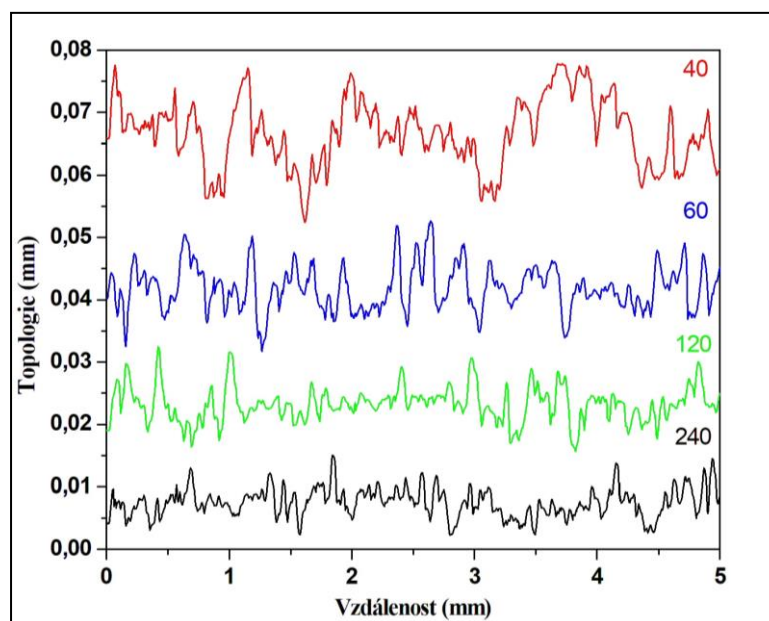
Obrázek 18. Změna topografie hliníkového adherendu v jednotlivých krocích předúpravy 1 – 4.

Na obrázku 18 je vidět, že topografie povrchu surového hliníkového adherendu (křivka 1) a odmaštěného adherendu (křivka 2) se liší jen minimálně. Důvod je ten, že proces odmaštění odstraní jen znečištění dané výrobou a skladováním, tedy prach a mastnotu, jak již bylo řečeno v kapitole 1.3.1. Odmaštění povrchu se projevilo na křivce 2 jejím vyhlazením v porovnání s křivkou 1 (obrázek 18).

Velká změna v topografii povrchu hliníkového adherendu nastává mezi krokem 2 a 3, kdy zbrúšením povrchu brusným papírem došlo k nárůstu jeho hrubosti. Takto výrazná změna hrubosti povrchu je dána tím, že hliník je relativně měkký kov a zdrsňování probíhalo výrazněji snadněji neboť, ve srovnání s použitou ocelí, je výrazně měkkší. Tvrdost hliníku je podle Vickerse 167 MPa, tvrdost oceli je 608 MPa. Vlastnosti povrchu ocelového adherendu budou popsány v následující kapitole 3.2.

Absolutní hodnota hrubosti se mezi krokem předúpravy 3 a 4 mírně snížila, rozptyl hodnot je však téměř stejný, obrázek 18. Pokles hrubosti povrchu je zde větší než mezi kroky 1 a 2, neboť dochází k rozpouštění materiálu vlivem agresivního prostředí, avšak bez ovlivnění složení, což bylo potvrzeno pomocí EDX. Největší změna hrubosti tedy nastává mezi krokem 2. a 3. krokem.

Nad rámeček normy byl hliníkový adheziv zbrúšen dalšími typy brusných papírů. Výsledky jsou uvedeny na obrázku 19 a 20. Na obrázku 19 je vidět změna profilu povrchu v závislosti na použitém brusném papíru v kroku 3. Z obrázku 19 je patrné, že topografie povrchu (profil povrchu) hliníkového adhezivu je závislá na použité hrubosti brusného papíru.

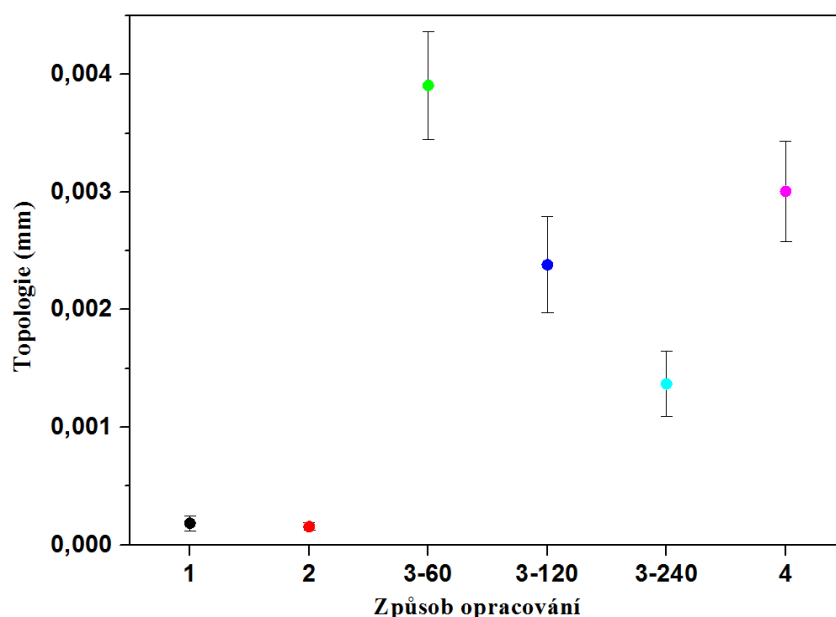


Obrázek 19. Topografie hliníkového adhezivu v závislosti na hrubosti brusného papíru 40, 60, 120 a 240.

Na obrázku 20 (boxplot) jsou shrnuty výsledky měření hrubostí povrchu v jednotlivých krocích předúpravy (body 1, 2, 3-60, 4), a také je možné pozorovat vliv použití různých hrubostí brusných papírů v kroku 3 na hrubost povrchu adhezivu, (body 3-60, 3-120, 3-240). Průměr byl počítán ze šesti měření. Rozptyl hodnot (resp. směrodatná odchylka) v krocích 1 a 2 je minimální a jeho zobrazení v obrázku 20 zaniká ve velikosti zobrazených bodů (v jejich průměrné hodnotě). Na základě normy byl ke broušení povrchu použit brusný papír označený jako 3-60 (velikost částic 45 – 106 μm), v obrázku 20 odpovídá bodu označenému 3-60. Je vidět, že v řadě 3-60 až 3-240 klesá průměrná hodnota hrubosti R_a i rozptyl hodnot hrubostí daný směrodatnou odchylkou.

Ověření reprodukovatelnosti výsledků měření hrubostí povrchu hliníkového adhezivu a také toho, že nedošlo k modifikaci povrchu vzorku působením hrotu profilometru je znázorněno na obrázku 21. Toto bylo provedeno změřením identické

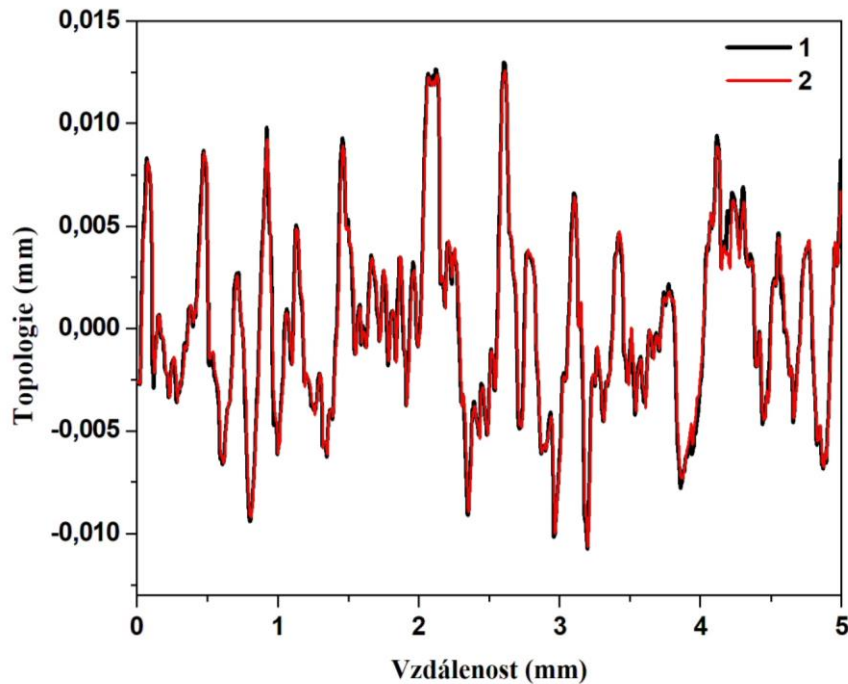
linie ve dvou po sobě jdoucích měřeních. Z výsledků je patrné, že nedošlo k modifikaci povrchu adherendu hrotem profilometru.



Obrázek 20. Průměrná hodnota hrubosti R_a adherendů včetně rozptylu v mm (Boxplot) v jednotlivých krocích předúpravy 1, 2, 3–60 a 4. Rovněž je uvedena závislost hrubosti pro brusné papíry v kroku 3 označené 3–60, 3–120 a 3–240.

Hrubost (drsnost) povrchu adherendu ovlivňuje i některé další vlastnosti, jako např. smáčivost. Při posuzování smáčivosti, resp. kontaktního úhlu by měl být zohledněn faktor hrubosti povrchu. Předmětem této bakalářské práce bylo u dvou studovaných kovových adherendů zjistit změnu smáčivosti povrchu v jednotlivých krocích předúpravy, a taktéž stanovit vliv hrubosti povrchu na velikost kontaktního úhlu.

Obecně platí, že čím menší je kontaktní úhel, tím materiál lépe smáčí. Jestliže je kontaktní úhel naměřený na povrchu menší než 90° , povrch se považuje za smáčivý. Naopak povrch je nesmáčivý, pokud je kontaktní úhel větší než 90° . Je-li použita kapalina voda, povrch se chová hydrofilně, resp. hydrofobně. Blíží-li se kontaktní úhel 0° , jedná se o povrch super-hydrofilní. Super-hydrofobní chování povrchu je pozorováno pro kontaktní úhly větší než 150° , viz kapitola 2.2.4.



Obrázek 21. Profil v identické linii ve dvou po sobě jdoucích měřeních.

Jak již bylo uvedeno v kapitole 2.2.4, pro měření kontaktního úhlu byly použity dvě odlišné kapaliny, glycerol jako polární kapalina a diiodmethan jako kapalina disperzní. Povrchové napětí použitých kapalin je uvedeno v tabulce 1. Ostatní důležité vlastnosti kapalin, z hlediska posuzování smáčivosti, jsou v tabulce 2. Při porovnání použitých kapalin má glycerol nižší hustotu a molekulovou hmotnost, na druhé straně vysokou viskozitu ve srovnání s diiodmethanem. Strukturální vzorce obou použitých kapalin jsou na obrázku 22. Polárnost glycerolu souvisí s přítomností OH^- skupin.

Chování kapalin na hladkém povrchu je popsáno v kapitole 2.2.4. Pro vysvětlení chování kapalin na hrubém povrchu existuje několik teorií, z nichž nejpoužívanější jsou Wenzelova a Cassieho [24].

Podle Wenzelovy teorie jsou prohlubně (hrubost) povrchu zaplněny kapalinou, viz obrázek 23. V případě, že kontaktní úhel na hladkém povrchu je menší než 90° , pak na hrubém povrchu je kontaktní úhel ještě menší. Jestliže je však kontaktní úhel na hladkém povrchu větší než 90° , na hrubém povrchu je větší.

Z Cassieho teorie vyplývá, že je-li kontaktní úhel na hladkém povrchu menší než 90° , na zdrsněném povrchu kontaktní úhel vzroste, viz obrázek 24, tedy opačně než v případě Wenzelova modelu. Cassieho teorie se shoduje s Wenzelovým modelem

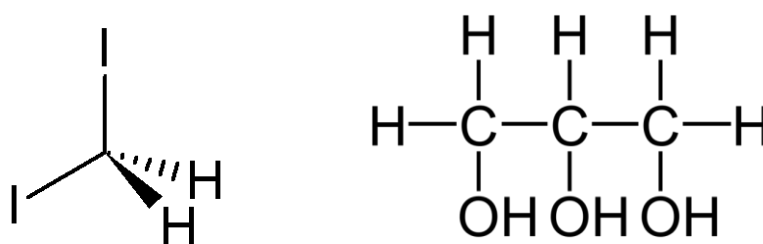
v případě, kdy je kontaktní úhel na hladkém povrchu je větší než 90°, potom na zdrsněném povrchu kontaktní úhel opět vzroste.

Tabulka 1. Celkové povrchové napětí γ^{tot} použitých kapalin včetně disperzních γ^{d} a polárních γ^{p} složek.

Kapaliny	Povrchové napětí kapalin (mN/m)		
	γ^{tot}	γ^{d}	γ^{p}
Dijodmethan	51	50	1
Glycerol	63	37	26

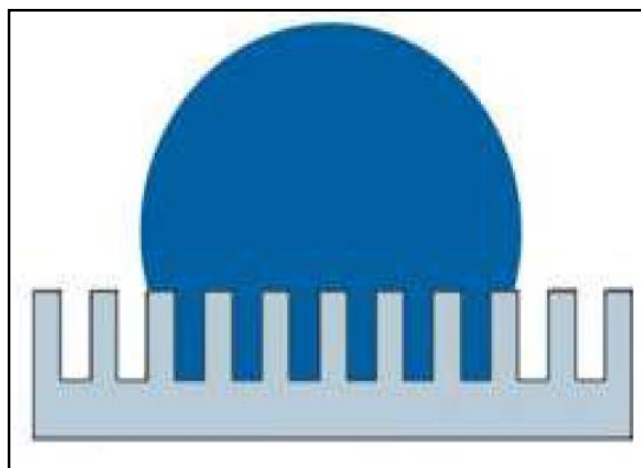
Tabulka 2. Vybrané vlastnosti použitých kapalin.

Kapaliny	Vlastnosti použitých kapalin		
	hustota (g/cm ³)	mol. hm. (g/mol)	viskozita (mPa s)
Dijodmethan	3,33	267,89	1,20
Glycerol	1,26	92,09	924,13

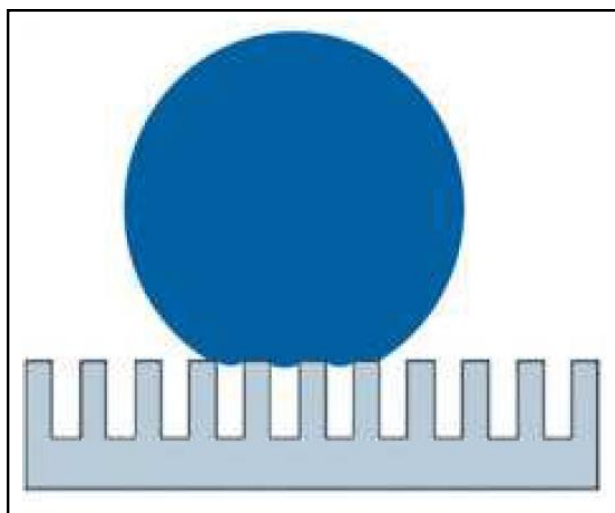


Obrázek 22. Strukturální vzorce diiodomethanu a glycerolu.

Při měření smáčivosti povrchu hliníkového adherendu v jednotlivých krocích předúpravy byl použit glycerol a diiodmethan, jak již bylo řečeno. Při použití glycerolu byl kontaktní úhel na surovém adherendu 80°. Při aplikování dalších kroků předúpravy



Obrázek 23. Smáčení hrubého povrchu kapalinou podle Wenzelovy teorie [24].



Obrázek 24. Smáčení hrubého povrchu kapalinou podle Cassieho teorie [24].

postupně kontaktní úhel rostl. Po posledním kroku – moření byl 112° , viz tabulka 3. Velký kontaktní úhel, tedy špatná smáčivost, byl změřen ve všech krocích předúpravy. Při použití polární kapaliny se tedy již špatná počáteční smáčivost zhoršila až na hodnotu, kterou označujeme jako velmi špatnou.

Při použití diiodmethanu se smáčivost měřená v jednotlivých krocích předúpravy nelišila tolik jako v případě glycerolu. Na surovém adherendu byl naměřen

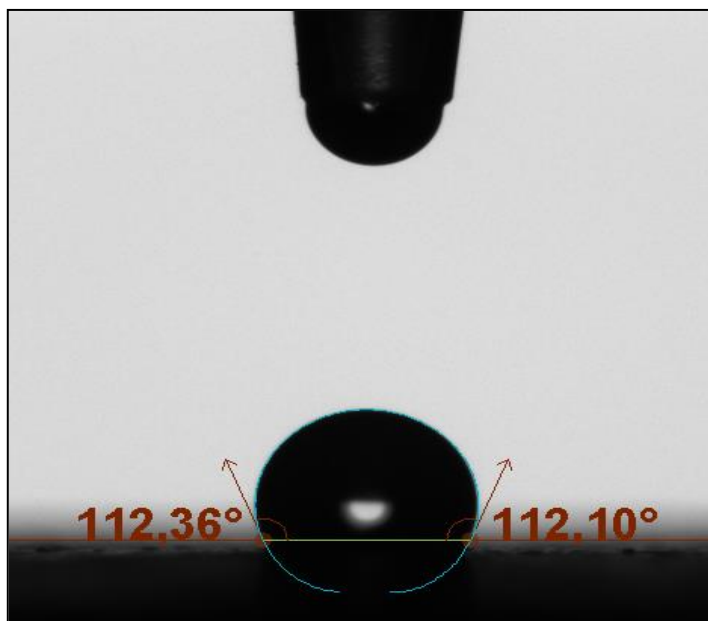
kontaktní úhel 56° , po odmaštění klesl kontaktní úhel na 45° (což je nejlepší dosažená smáčivost na tomto povrchu) a je patrné, že tato předúprava smáčivost povrchu zlepšila. Po celkové aplikaci předúpravy podle normy kontaktní úhel klesl z 56° na 49° , smáčivost se tedy (mírně) zlepšila.

Z výsledků vyplývá, že povrch hliníkového adherendu předupravený podle normy ČSN EN ISO 1514 bude špatně smáčen polárními nátěrovými hmotami, lépe disperzními.

Posuzujeme-li závislost kontaktního úhlu na hrubosti, lze shrnout, že glycerol se na hrubých površích chová podle Cassieho modelu – s rostoucí hrubostí povrchu kontaktní úhel roste. Při použití diiodmethanu s rostoucí hrubostí kontaktní úhel klesá, tj. chová se podle Wenzelova modelu.

Tabulka 3. Změna kontaktního úhlu polární a disperzní kapaliny na hliníkovém adherendu ve všech krocích předúpravy dle normy ČSN EN ISO 1514.

	glycerol		CH ₂ I ₂	
	úhel prům. (°)	sm.odch. (°)	úhel prům. (°)	sm.odch. (°)
1 – neupravené	80	1	56	4
2 – Sox.aceton	81	1	45	2
3-240 – hrubost	91	3	56	3
3-120 – hrubost	95	2	52	3
3-60 – hrubost	96	2	50	2
3-40 – hrubost	97	3	50	2
4-60 zředěná H ₂ SO ₄	112	6	49	4



Obrázek 25. Kontaktní úhel glycerolu na adherendu z hliníku po aplikaci všech kroků předúpravy.

Obecně se předpokládá, že předúprava povrchu adherendů zásadním způsobem ovlivní přilnavost nátěrových hmot. Ve všech krocích předúpravy daných normou ČSN EN ISO 1514 byly tedy provedeny odtrhové zkoušky. Jak již bylo řečeno, byly použity dva typy nátěrů. Byl připraven epoxidový nátěr ARALDITE GZ 7071 X 75* s vytvrzovacím činidlem - polyamidové tužidlo Epilox® - Hardener H 10-25. Předepsané dávkování epoxidu a tvrdidla výrobcem bylo 1 : 0,45. Aplikace nátěrového systému byla provedena pomocí nanášecího pravítka s výškou šterbiny 0,25mm. Stejně provedení proběhlo i u vodou ředitelného disperzního nátěru – Aeronal pro 761, BASF.

Připravené nátěrové hmoty zasychaly po dobu 168 hodin při teplotě 23 °C. Po zaschnutí byly nátěry zbrušeny brusným papírem z důvodů lepší přilnavosti lepidla na nátěr a ofouknuty dusíkem. Kvůli lepší adhezi lepidla k hliníkovému terčíku byly i tyto terčíky taktéž zbrušeny brusným papírem. K nalepení terčků na nátěr bylo použito epoxidové lepidlo značky BISON Epoxy. Připravený hliníkový adherend s nátěrem a nalepenými terčíky připravený k odtrhovým zkouškám je znázorněn na obrázku 26.

Po dotvrzení lepidla byly terčíky společně s nátěrem odtrženy od adherendu pomocí odtrhoměru, viz 2.2.5. Naměřené hodnoty odtrhové síly byly vyhodnoceny. Stav po odtržení terčků společně s nátěrem od hliníkového adherendu je znázorněn na obrázku 27.

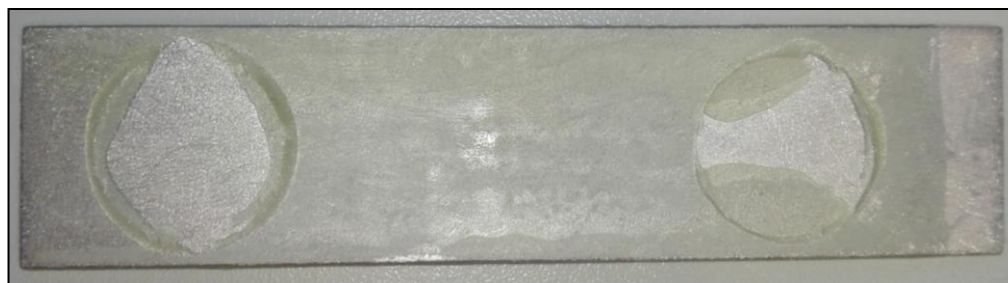
Pro oba nátěrové systémy rostla odtrhová síla postupně od kroku 1 do kroku 3. Nejvyšší odtrhová síla byla naměřena při odtrhu od mechanicky zdrněného adherendu. V kroku 4 však odtrhová síla v obou případech klesla, viz tabulka 4. Z měření hrubosti profilometrem vyplývá, že mezi kroky 3 a 4 (moření) došlo k poklesu hrubosti povrchu, což mohlo ovlivnit přilnavost nátěrových hmot a tím snížit velikost síly potřebnou k odtrhu. Lze tedy najít souvislost mezi hrubostí povrchu a odtrhovou silou.

Při porovnání odtrhové síly se smáčivostí povrchu došlo mezi kroky 3 a 4 ke zhoršení smáčivosti pro glycerol, jako polární kapaliny. Smáčivost se oproti kroku 3 (kontaktní úhel 96°) zhoršila (kontaktní úhel 112°), viz tabulka 3, což pravděpodobně vedlo k poklesu odtrhové síly nutné k odtržení nátěru od adherendu. U diiodmethanu byla změna kontaktního úhlu mezi kroky 3 a 4 v rámci experimentální chyby (kontaktní úhel se změnil z 50° na 49°). Přímou souvislost mezi smáčivostí a výsledky odtrhových zkoušek v tomto případě nelze prokázat.

Odtrhovou sílu tedy může ovlivnit hrubost povrchu, smáčivost povrchu, ale i poměr adheze a koheze nejen mezi nátěrem a povrchem adherendu, ale i mezi nátěrem a lepidlem, a i mezi použitým lepidlem a terčíkem.



Obrázek 26. Hliníkový adherend připravený k odtrhovým zkouškám.



Obrázek 27. Hliníkový adherend po odtrhové zkoušce.

Tabulka 4. Síla potřebná k odtržení nátěru od hliníkové adhérendu v jednotlivých krocích předúpravy pro oba typy nátěrových hmot.

hliníkový adhérend	Vodou ředitelný nátěr		Epoxidová nátěrová hmota	
	odtrh. síla (MPa)	sm.odch. (MPa)	odtrh. síla (MPa)	sm.odch. (MPa)
1 – neupravený	0,20	0,01	0,98	0,09
2 – Sox.aceton	2,13	0,11	2,14	0,13
3 –60 – hrubost	2,41	0,26	2,55	0,14
4 – 60 – zředěná H ₂ SO ₄	1,44	0,05	1,59	0,10

3.2. Charakterizace adherendu z uhlíkaté oceli

Stejně jako hliníkový adherend, tak adherend z uhlíkaté oceli byl analyzován všemi výše uvedenými metodami ve všech krocích předúpravy (1 – 4) daných normou ČSN EN ISO 1514.

EDX prokázalo, že se na počátku skutečně jedná o uhlíkatou ocel. Složení povrchu adherendu vlivem předúpravy se postupně mění, viz obrázek 28.

V „surovém“ stavu (krok 1) bylo prokázáno, že se jedná o ocelový adherend, který obsahuje malé procento uhlíku a kyslíku.

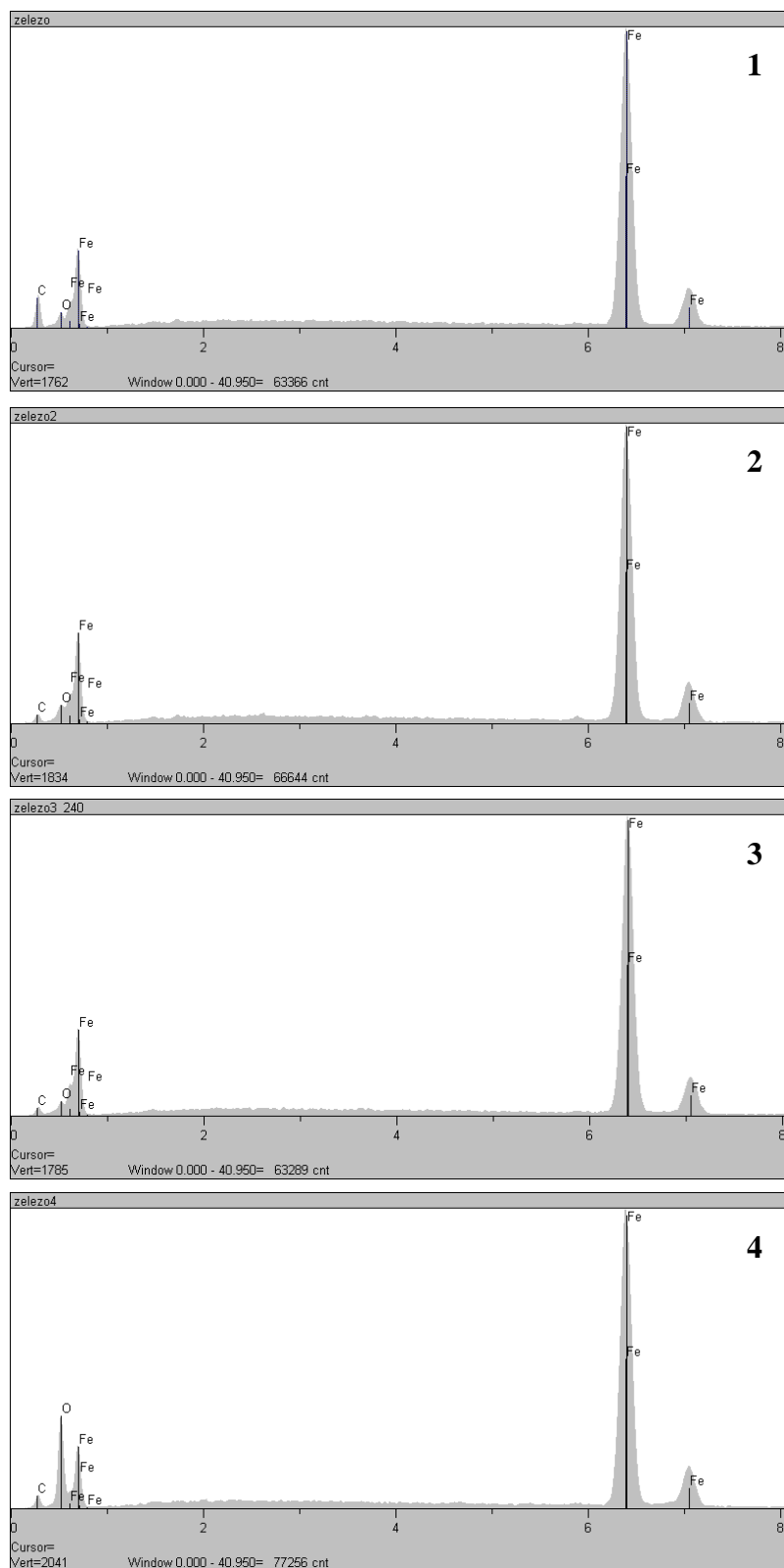
Při odmaštění chloroformem v Soxhletu (krok 2) dochází jak k rozpuštění vrstvy organických látek (plnící ochrannou funkci před poškozením a při manipulaci), tak mechanických nečistot ulpělých na povrchu organické vrstvy na povrchu ocelového adherendu. Záznam EDX ukázal pokles intenzity píku odpovídajícího obsahu uhlíku. Proto se zdá pravděpodobné, že koncentrace uhlíku indikovaná pomocí EDX souvisí částečně s touto organickou vrstvou.

Neboť během procesu broušení (krok 3) dochází pouze k mechanickému odírání vrstvy, EDX analýza prokázala nezměněné chemické složení v tomto kroku.

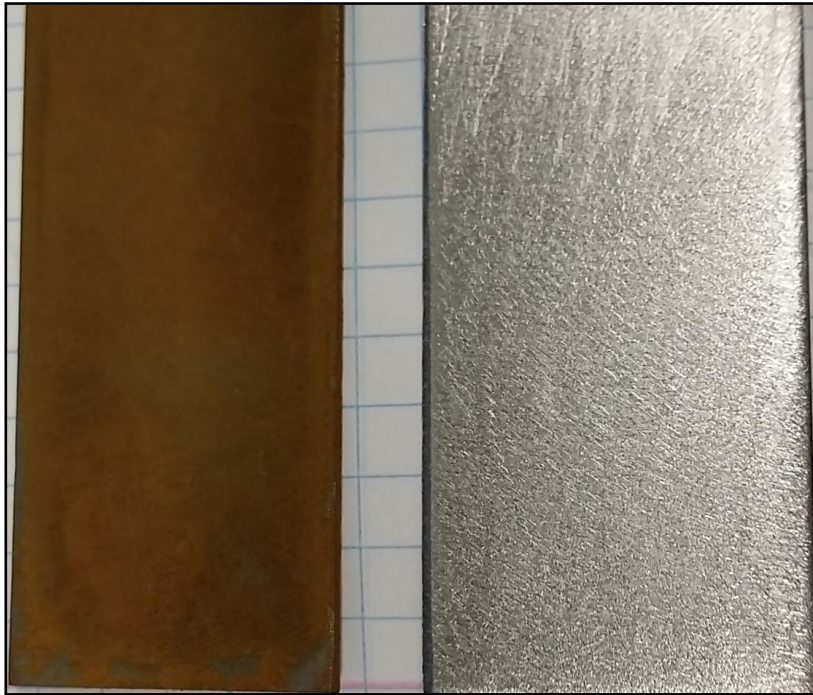
V 4. kroku předúpravy – moření pomocí 3 % H_3PO_4 – tj. vlivem kyselého prostředí došlo k naleptání povrchu ocelového adherendu. Povrch adherendu byl působením kyseliny částečně zoxidován, což se projevilo nárůstem obsahu kyslíku v jeho povrchové vrstvě, viz obrázek 28 – 4. Na povrchu adherendu se vytvořila porézní vrstvička rzi (obecný vzorec $Fe_2O_3 \cdot n H_2O$ případně i $FeO(OH)$, $Fe(OH)_3$). Vzhled ocelového a hliníkového adherendu po celkové předúpravě dle normy ČSN EN ISO 1514 je vidět na obrázku 29.

Porovnáme-li výsledky EDX analýzy povrchu hliníkového a ocelového adherendu můžeme říci, že na rozdíl od povrchu hliníkového adherendu, jehož složení se během předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514 neměnilo, došlo u povrchu ocelového adherendu ve 2. kroku ke snížení obsahu uhlíku a ve 4. kroku došlo k oxidaci povrchu.

Intenzity EDX píků jsou v obou případech (Fe i Al adherend) normovány na intenzitu nejvyššího píku (obrázek 15 a 28).



Obrázek 28. Výsledky EDX analýzy povrchu adhérendu z uhlíkaté oceli v jednotlivých krocích předúpravy, 1 – 4.



Obrázek 29. Porovnání vzhledu povrchu ocelového (vlevo) a hliníkového (vpravo) adherendu po celkové předúpravě.

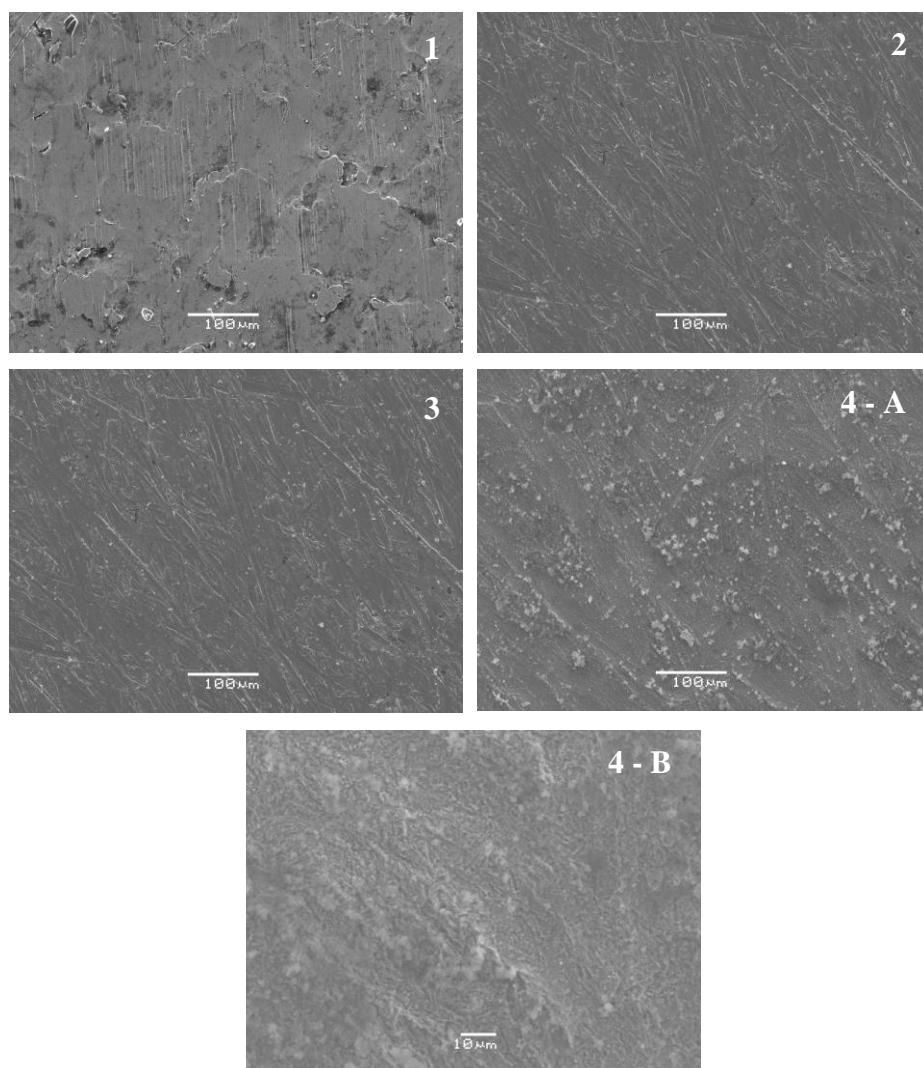
Stejně jako povrch hliníkového adherendu, tak povrch adherendu z uhlíkaté oceli byl charakterizován pomocí SEM, viz obrázek 30 a 31.

Na obrázku 30 jsou zachyceny změny struktury povrchu ocelového adherendu v jednotlivých krocích předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514. V kroku předúpravy 1 (obrázek 30-1) je vidět výrazná nehomogenita povrchu. EDX analýza prokázala přítomnost organických látek „zachycených“ nerovnostmi povrchu adherendu. Na tomto znečištění jsou taktéž viditelné ulpělé prachové částice.

Po odmaštění chloroformem v Soxhletu (krok 2) se povrch adherendu stal homogenější.

V kroku 3 došlo podle normy ČSN EN ISO 1514 ke zdrsnění povrchu, což se díky tvrdosti oceli na povrchu adherendu příliš neprojevalo.

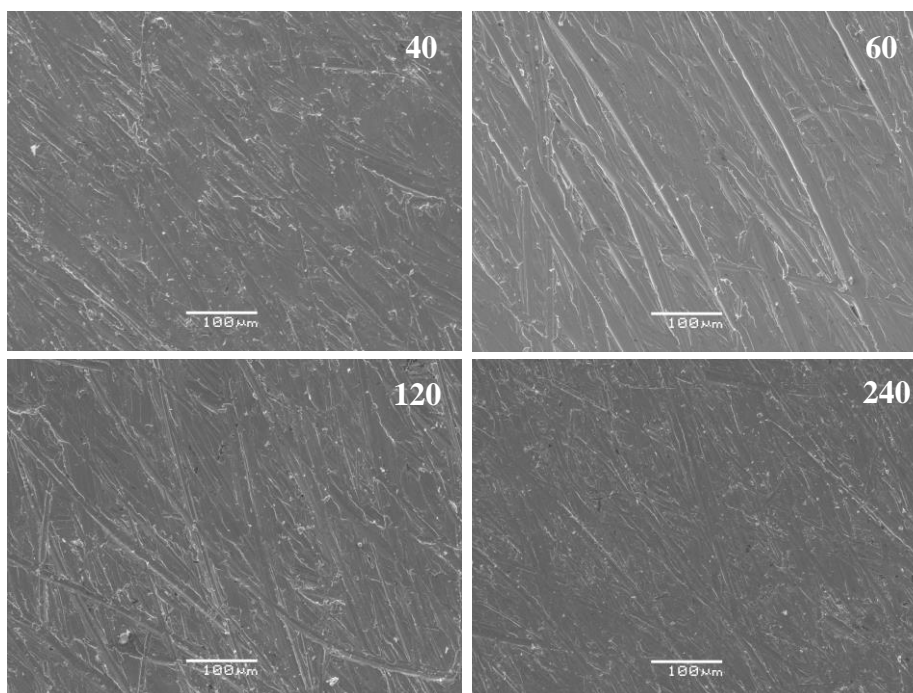
Vlivem moření (krok 4) vznikly na povrchu adherendu ostrůvky nové fáze, obrázek 30, 4–A a 4–B. Vznik této fáze byl provázen vzrůstem intenzity EDX píku kyslíku, viz obrázek 28-4 a vytvořením porézní vrstvičky rzi, což bylo potvrzeno i vizuálně, viz obrázek 29.



Obrázek 30. Výsledky SEM analýzy adherendu z uhlíkaté oceli v jednotlivých krocích předúpravy, číslování: zleva 1 – 4A. Spodní obrázek, krok 4B – detail.

SEM analýza byla rovněž použita pro posouzení změny struktury povrchu adherendu vlivem použití brusných papírů o různé velikosti částic/hrubosti, viz obrázek 31. V kroku 3 byly, stejně jako v případě povrchu hliníku, nad rámec normy použity další tři hrubosti brusných papírů. Vzhledem k tomu, že se jedná o odmaštěný povrch a a tím, že ocel se vyznačuje vysokou tvrdostí, nedošlo k výraznější změně struktury povrchu oceli.

Porovnáme-li profily povrchu oceli a hliníku před aplikací předúpravy je zřejmé, že topografie povrchu oceli byl členitější (obrázek 16 a 30-1). Vlivem předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514 však na rozdíl od povrchu hliníkového adherendu došlo v případě oceli k povrchové reakci - k vytvoření korozní vrstvičky.



Obrázek 31. Výsledky SEM analýzy povrchu adherendu z uhlíkaté oceli v kroku 3, různé hrubosti brusného papíru 40, 60, 120 a 240.

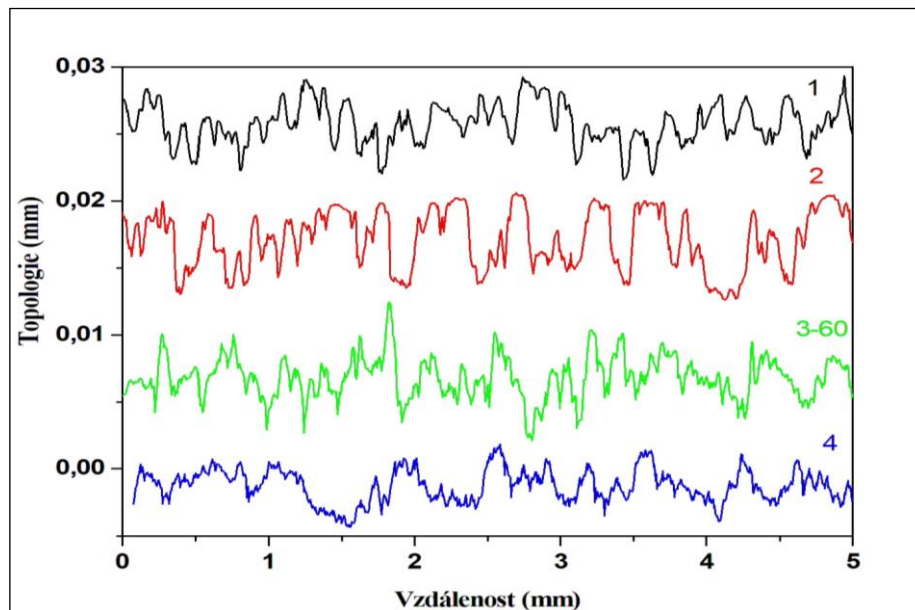
Pro přesnější určení změn topografie a hrubostí povrchu byla, stejně jako v případě hliníku, použita profilometrie. Změna topografie povrchu ocelového adherendu v jednotlivých krocích předúpravy je na obrázku 32. Mezi 1. a 2. krokem předúpravy dochází k mírné změně topografie a vzrůstu hrubosti povrchu vlivem odstranění organické ochranné vrstvy.

V kroku 3 došlo broušením k jistému „zhomogenizování“ topografie povrchu. Výrazné rozdíly mezi maximy a minimy reliéfu byly zmenšeny.

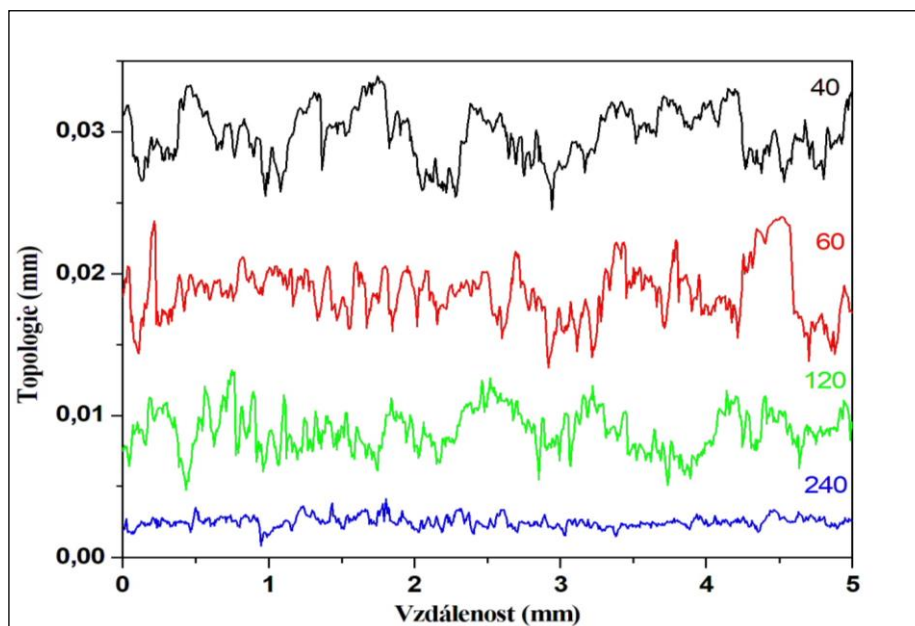
V posledním kroku předúpravy, tj. moření, došlo vlivem mořící látky, stejně jako u hliníkového adherendu, k mírnému vyhlazení a poklesu povrchové hrubosti. V tomto případě však posuzujeme zoxidovaný povrch, obrázky 28 – 4, 29 vlevo, 30 – 4A a 30 – 4B.

Obrázek 33 zachycuje změnu topografie povrchu adherendu v kroku 3 při použití různých hrubostí brusného papíru, již dříve zmíněných. V případě zbroušení ocelového adherendu je jednoznačně vidět, že povrch adherendu byl nejvíce zdrsňen brusným papírem 40 s největší velikostí částic/hrubostí. Topografie, resp. hrubost povrchu adherendu se postupně měnila, resp. klesala v závislosti na zrnitosti brusného

papíru. Nejnižší hrubosti povrchu adherendu bylo tedy dosaženo broušením brusným papírem označeným 240 s nejmenší velikostí částic/hrubostí.



Obrázek 32. Změna topografie povrchu adherendu z uhlíkaté oceli v jednotlivých krocích předúpravy 1, 2, 3–60 a 4.



Obrázek 33. Topografie povrchu adherendu z uhlíkaté oceli v kroku 3 pomocí brusných papírů 40, 60, 120 a 240.

Na obrázku 34 (boxplot) jsou shrnuty výsledky měření hrubostí R_a mezi jednotlivými kroky předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514 (body 1,2,3-60,4), tak i porovnání povrchových hrubostí způsobených zbroušením brusnými papíry o různé

zrnitosti, tj. v kroku 3 (body 3–60, 3–120, 3–240). Průměry hodnot jsou stejně jako v případě hliníku vypočteny ze 6 měření. Z obrázku 34 je patrné, že hrubost povrchu oceli mezi kroky 1 a 2 vzrostla. Odmaštěním byl povrch očištěn od organických látek, které „ucpávaly“ jeho nehomogenity, čímž vzrostla jeho hrubost. Následně zbrúšením hrubost poklesla na hodnotu hrubosti v prvním kroku. Nejnížší hodnoty hrubosti povrchu bylo dosaženo po kroku 4, tj. po moření, tj. po aplikaci normy ČSN EN ISO 1514.

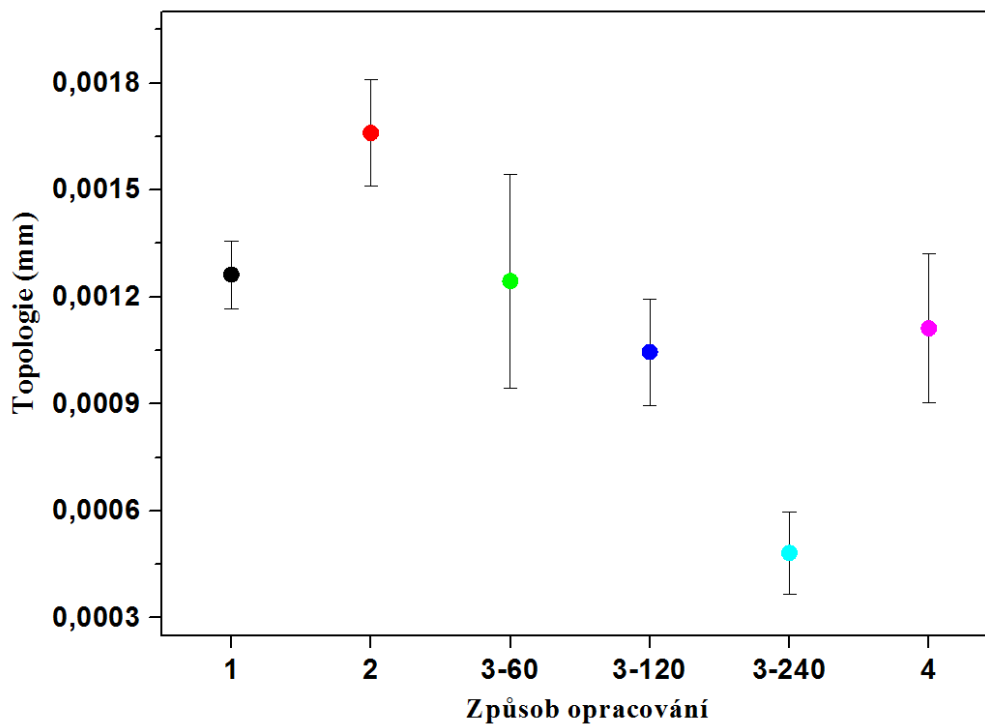
Porovnáváme-li hodnoty hrubostí povrchu oceli po broušení (ve třetím kroku), je vidět, že hrubost povrchu adherendu přímo souvisí s velikostí částic/hrubostí použitých brusných papírů. S klesající velikostí zrn brusného papíru klesá povrchová hrubost.

Nejvyšší hrubosti povrchu bylo dosaženo v kroku 2. Nejvyšší rozptyl hodnot byl zjištěn při použití brusného papíru zrnitosti 60 v kroku 3.

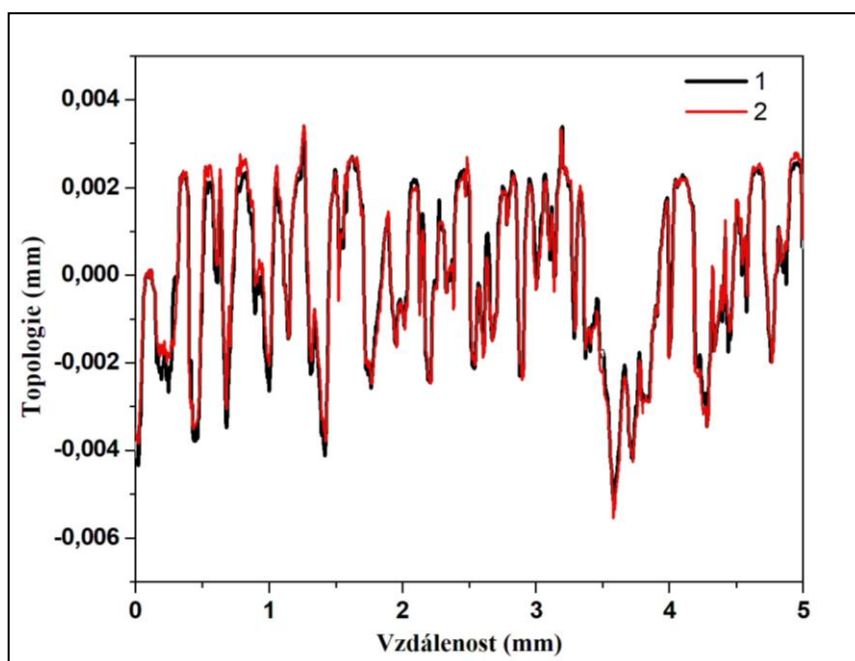
I v případě charakterizace povrchu ocelového adherendu bylo zjišťováno, jestli sama jehla profilometru nezpůsobuje „poškození“ povrchu, obrázek 35. Bylo potřeba vyloučit, že měřené profily skutečně přísluší povrchu a nejsou způsobeny jehlou při měření. Na rozdíl od hliníkového adherendu, kde bylo zjištěno, že shoda měření je téměř stoprocentní (obrázek 21), opakující se profil z identické linie u ocelového adherendu vykazuje drobné odchylky. Tyto odchylky jsou způsobené vlastní strukturou povrchu ocelového adherendu.

Porovnáme-li celkové výsledky měření hrubosti povrchu oceli (obrázek 34) a stejné měření povrchu hliníku (obrázek 20), je patrné, že v průběhu předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514 byl povrch oceli nejhrubší po odmaštění ($R_a \sim 0.0016$ mm). Povrch hliníku byl nejhrubší po mechanickém odírání brusným papírem o zrnitosti dané normou ($R_a \sim 0.004$ mm). Při posuzování hrubosti povrchu hraje významnou roli i rozdílná tvrdost obou materiálů. Vzhledem k tomu, že tvrdost hliníku je nižší než tvrdost oceli (tvrdosti podle Vickerse: hliník 167 MPa, ocel 608 MPa), bylo mechanickým odíráním povrchu hliníkového plechu dosaženo vyšší hrubosti ($\sim 0,0039$ mm) než v případě oceli (~ 0.00165 mm) a to přibližně 2,5 krát.

Výsledky měření smáčivosti adherendu z uhlíkaté oceli jsou uvedeny v tabulce 5. Bylo zjištěno, že při použití glycerolu jako polární kapaliny, byl kontaktní úhel na



Obrázek 34. Průměrná hodnota hrubosti ocelových adherendů včetně rozptylu v mm (Boxplot) v jednotlivých krocích předúpravy 1, 2, 3–60, a 4. Rovněž je uvedena závislost hrubosti pro brusné papíry v kroku 3 označené 3–60, 3–120 a 3–240.

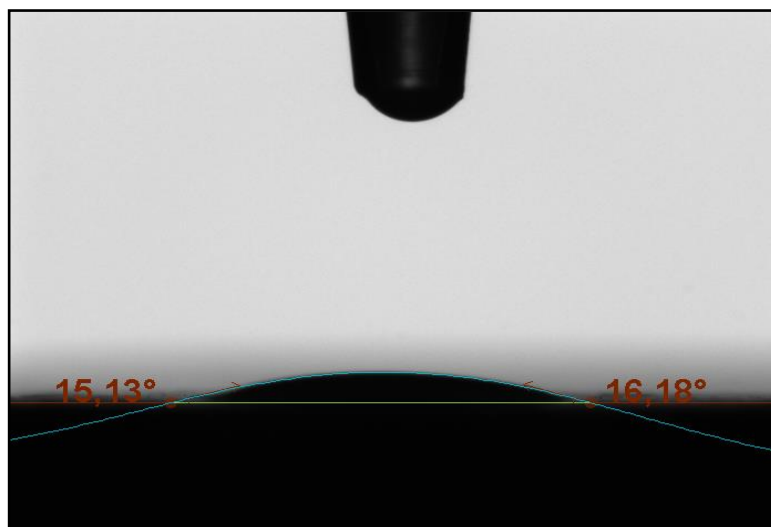


Obrázek 35. Profil v identické linii ve dvou po sobě jdoucích měřeních.

povrchu surového adherendu 66° , po odmaštění povrchu adherendu chloroformem v Soxhletu klesl kontaktní úhel na hodnotu 61° .

Pro zdrsňený povrch (pro hrubost brusného papíru 60 danou normou ČSN EN ISO 1514) vzrostl kontaktní úhel na hodnotu 78° . Po aplikování posledního kroku, tj. moření (3 % H_3PO_4), byl zaznamenán dramatický pokles kontaktní úhlu na hodnotu 15° . Porovnáme-li povrchy ocelového adherendu neupraveného (surového) a adherendu předupraveného podle normy ČSN EN ISO 1514, kontaktní úhel podstatně klesl z 66° na 15° , tj. smáčivost polární kapalinou se zlepšila. Na obrázku 36 je vidět kontaktní úhel glycerolu na povrchu adherendu z uhlíkaté oceli po celkové předúpravě (krok 4). Pro srovnání byl kontaktní úhel glycerolu na povrchu předupraveného hliníku 112° . Tato hodnota kontaktního úhlu je obecně považována za velmi špatnou smáčivost.

V případě použití diiodmethanu na povrchu ocelového adherendu byly všechny hodnoty kontaktních úhlů v porovnání s glycerolem nižší, viz tabulka 5. I v tomto případě kontaktní úhel vlivem přeúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514 klesl, a to z 50° na 6° , došlo tedy k výraznému zlepšení smáčivosti i disperzní (nepolární) kapalinou. Je tedy možné konstatovat, že povrch adherendu z uhlíkaté oceli předupravený podle normy ČSN EN ISO 1514 bude dobře smáčen jak polárními, tak disperzními nátěrovými hmotami.



Obrázek 36. Kontaktní úhel glycerolu na povrchu adherendu z uhlíkaté oceli po předúpravě podle normy ČSN EN ISO 1514.

Pokud se týká ovlivnění kontaktního úhlu povrchovou hrubostí (v kroku 3), při použití glycerolu hodnota kontaktního úhlu rostla s rostoucí hrubostí (tabulka 5), což odpovídá

Cassieho modelu. V případě dijudmethanu kontaktní úhel s rostoucí hrubostí povrchu klesá, což popisuje Wenzelův model. Na hliníkovém adherendu se kapaliny chovají stejně, tabulka 3 a 5.

Tabulka 5. Změna kontaktního úhlu polární a disperzní kapaliny na ocelovém adherendu ve všech krocích předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514.

	glycerol		CH ₂ I ₂	
	úhel prům. (°)	sm.odch. (°)	úhel prům. (°)	sm.odch. (°)
1 neupravené	66	2	50	1
2 Sox.chloroform	61	2	39	2
3_240 hrubost	70	6	53	3
3_120 hrubost	71	5	48	3
3_60 hrubost	78	2	46	1
3_40 hrubost	80	4	41	2
4_60 3 % H ₃ PO ₄	15	3	6	1

Pro charakterizaci povrchu ocelového adherendu pomocí odtrhových zkoušek, tabulka 6, byly zvoleny stejné nátěrové systémy jako v případě adherendu z hliníku. Byl připraven epoxidový nátěr ARALDITE GZ 7071 X 75* s vytvrzovacím činidlem - polyamidové tužidlo Epilox® - Hardener H 10-25. Předepsané dávkování epoxidu a tvrdidla výrobcem bylo 1 : 0,45. Nanášecím pravítkem s výškou štěrby 0,25mm) byl nanesen i vodou ředitelný disperzní nátěr - Aeronal pro 761, BASF.

Podobně jako v případě hliníkového adherendu i zde byly připravené nátěrové hmoty ponechány zasychat po dobu 168 hodin při teplotě 23 °C. Po zaschnutí byly nátěry zbruseny brusným papírem z důvodů lepší přilnavosti lepidla na nátěr a

ofouknuty dusíkem. Pro lepší adhezi lepidla k hliníkovému terčíku byly tyto terčíky taktéž zbroušeny brusným papírem. K nalepení terčků na nátěr bylo použito epoxidové lepidlo značky BISON Epoxy.

V případě použití vodou ředitelného nátěru hodnota odtrhové síly nutné k odtržení nátěru od adherendu mezi jednotlivými kroky předúpravy kontinuálně rostla, a to z hodnoty 1,88 na 3,39 MPa, viz tabulka 6.

Hodnota odtrhové síly nutné k odtržení epoxidového nátěru od adherendu nejprve výrazně vzrostla mezi kroky 1 a 2 z hodnoty 0,85 na 2,71 MPa. Vlivem mechanického odírání povrchu odtrhová síly klesla na 1,93 MPa. Z výsledků profilometrie však vyplývá, že tímto mechanickým odíráním povrchu došlo spíše k jeho homogenizaci a vlastní drsnost poklesla, viz obrázek 34. Lze tedy najít souvislost mezi hrubostí povrchu a odtrhovou silou – pro hliník.

Po kroku 4 (moření) došlo k opětovnému nárůstu odtrhové síly nutné k odtržení nátěru od adherendu na 2,08 MPa.

Posuzujeme-li vliv normy ČSN EN ISO 1514 (po aplikaci všech 4 kroků) na předúpravu povrchu ocelového adherendu můžeme konstatovat, že odtrhová síla nutná k odtržení nátěru se zvýšila u obou typů nátěru. To je v dobré shodě s výrazným snížením kontaktního úhlu jak glycerolu, tak diiodmethanu, tedy se zlepšením smáčivosti. V případě hliníkového adherendu nebylo této shody dosaženo. Hliníkový adherend předupravený podle normy ČSN EN ISO 1514 bude velmi špatně smáčen polární kapalinou (pro glycerol vzrůst kontaktního úhlu z 80° na 112°). Z hlediska použití nepolárního nátěru je patrné, že předúpravou bylo dosaženo mírného zlepšení smáčivosti (pro diiodmethan změna kontaktního úhlu z 56° na 49°), viz tabulka 3.

Jak již bylo uvedeno, velikost síly potřebné k odtržení nátěru od adherendu může souviset nejen se smáčivostí povrchu a jeho hrubostí, ale i s poměrem adheze a koheze jak mezi nátěrem a povrchem adherendu, tak i mezi nátěrem a lepidlem i mezi použitým lepidlem a terčíkem.

Tabulka 6. Síla potřebná k odtržení nátěru od adherendu v jednotlivých krocích předúpravy pro oba typy nátěrových hmot.

Adherend	Vodou ředitelný nátěr		Epoxidová nátěrová hmota	
	odtrh. síla (MPa)	sm.odch. (MPa)	odtrh. síla (MPa)	sm.odch. (MPa)
1 – neupravené	1,88	0,21	0,85	0,06
2 – Sox.chloroform	2,37	0,10	2,71	0,16
3_60 – hrubost	2,96	0,14	1,93	0,17
4_60 – H ₂ SO ₄	3,39	0,23	2,08	0,12

4. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo předupravit povrch hliníkového adherendu a adherendu z uhlíkaté oceli podle normy ČSN EN ISO 1514. Postup daný touto normou byl rozdělen do jednotlivých kroků.

Povrchy obou kovových adherendů byly charakterizovány v surovém stavu (krok 1), po odmaštění (krok 2), po mechanickém odírání (krok 3) a po moření (krok 4). Na rámec normy ISO 4588 byl po odmaštění povrch adherendů zdrsněn dalšími třemi typy brusných papírů o různé velikosti zrna. Brusné papíry byly označeny 40, 60, 120, a 240, v této řadě velikost zrna klesá. Pro charakterizaci bylo použito několik metod: skenovací elektronová mikroskopie, energiově disperzní analýza, profilometrie, tenziometrie a byly provedeny odtrhové zkoušky.

Na základě EDX analýzy povrchu hliníkového adherendu je patrné, že se jedná o čistý hliník. Složení povrchu se po aplikaci jednotlivých kroků předúpravy neměnilo. V případě uhlíkaté oceli surový adherend obsahoval malé procento uhlíku a kyslíku. Po předúpravě podle normy ČSN EN ISO 1514 došlo k oxidaci povrchu.

SEM analýza povrchů obou adherendů ukázala rozdílnou povrchovou strukturu kovů. Velký rozdíl byl patrný v surovém stavu, kdy povrch hliníku byl téměř „homogenní“, zatímco na povrchu oceli byly pozorovány výrazné nerovnosti. Po aplikaci normy ČSN EN ISO 1514 ukázala SEM analýza na povrchu oceli porézní ostrůvky nové fáze.

Pro kvantitativní posouzení topografie a hrubosti povrchů byla použita profilometrie. Tato metoda potvrdila výrazný rozdíl hrubostí povrchů materiálů v surovém stavu. Povrch ocelového adherendu byl hrubší. V průběhu předúpravy podle normy ČSN EN ISO 1514 bylo zjištěno, že povrch hliníku byl nejhrubší po mechanickém odírání brusným papírem, zatímco povrch oceli byl nejhrubší již po odmaštění. Vzhledem k tomu, že tvrdost hliníku je nižší, než tvrdost oceli bylo mechanickým odíráním povrchu hliníkového adherendu dosaženo vyšší hrubosti než v případě oceli.

Pro měření smáčivosti byly zvoleny dvě kapaliny. Glycerol, jako polární kapalina, který může být brán jako „indikátor“ smáčivosti povrchu adherendů vodou ředitelnými – polárními nátěry. Druhou kapalinou byl dijudmethan, jehož chování díky jeho vlastnostem můžeme korelovat se smáčivostí epoxidových nátěrů. Pro povrch hliníkového adherendu bylo zjištěno, že při použití glycerolu došlo po aplikaci normy

ČSN EN ISO 1514 ke zvětšení kontaktního úhlu – již dosti špatná smáčivost se ještě zhoršila. Smáčivost se zhoršila i s rostoucí hrubostí povrchu. Nepolární diiodmethan smáčel povrch hliníkového adherendu odlišně. Kontaktní úhel se po aplikaci normy ČSN EN ISO 1514 snížil. S rostoucí hrubostí povrchu se smáčivost rovněž mírně zlepšila. Ze získaných výsledků vyplývá, že hliníkový adherend předupravený podle normy ČSN EN ISO 1514 bude špatně smáčen polárními nátěry, lépe disperzními (nepolárními). Pro povrch adherendu z uhlíkaté oceli bylo zjištěno, že při použití glycerolu došlo po aplikaci normy ČSN EN ISO 1514 ke snížení kontaktního úhlu. S rostoucí hrubostí povrchu kontaktní úhel vzrost. Pokud se týká smáčivosti diiodmethanem kontaktní úhel po předúpravě výrazně klesl. S rostoucí hrubostí povrchu kontaktní úhel klesl jen mírně. Je možné konstatovat, že povrch adherendu z uhlíkaté oceli předupravený podle normy ČSN EN ISO 1514 bude dobře smáčen jak polárními, tak disperzními nátěrovými hmotami. Z pohledu modelů používaných pro popis chování kapalin na hrubých površích bylo pro adherend z uhlíkaté oceli zjištěno, že při použití glycerolu hodnota kontaktního úhlu rostla s rostoucí hrubostí, což odpovídá Cassieho modelu. V případě použití diiodmethanu kontaktní úhel s rostoucí hrubostí klesá, což popisuje Wenzelův model. Na hliníkovém adherendu se obě kapaliny chovají stejně.

Pro odtrhové zkoušky byl pro oba typy adherendů použit vodou ředitelný a epoxidový nátěr. Na hliníkovém adherendu odtrhová síla rostla postupně od kroku 1 do kroku 3 pro oba typy nátěrů. V kroku 4, tedy po aplikaci celé normy ČSN EN ISO 1514 však odtrhová síla v obou případech mírně poklesla, ne však pod původní hodnotu pro surové adherendy. Při porovnání odtrhových zkoušek se smáčivostí povrchů lze prokázat jistou souvislost. Souvislost lze najít i mezi odtrhovými zkouškami a hrubostí povrchu. Mezi kroky 3 a 4 došlo totiž k poklesu hrubosti povrchu, což mohlo snížit přílnavost nátěru a adherendu a tím snížit velikost potřebné síly. Posuzujeme-li vliv normy ČSN EN ISO 1514 na předúpravu povrchu hliníkového adherendu, bylo zjištěno, že odtrhová síla nutná k odtržení vodou ředitelného i epoxidového nátěru od adherendu se aplikací předúpravy zvýšily. Při vyhodnocování odtrhových zkoušek na adherendu z uhlíkaté oceli v případě použití vodou ředitelného nátěru odtrhová síla nutná k odtržení nátěru od adherendu mezi jednotlivými kroky předúpravy kontinuálně rostla, zatímco pro epoxidový nátěr nejprve rostla, v kroku 3 mírně poklesla a v kroku 4 došlo k opětovnému nárůstu odtrhové síly. Zde je nutno připomenout, že povrch ocelového adherendu byl mořením zoxidován. Posuzujeme-li vliv normy ČSN EN ISO 1514 na

předúpravu povrchu ocelového adherendu můžeme i v tomto případě konstatovat, že odtrhová síla nutná k odtržení vodou ředitelného i epoxidového nátěru od adherendu se aplikací předúpravy zvýšily. Velikost síly potřebné k odtržení nátěrové hmoty od adherendu může souviset nejen se smáčivostí jeho povrchu, s jeho hrubostí, ale může být ovlivněn i adhezí a kohezí jak mezi nátěrem a povrchem adherendu, tak i mezi nátěrem a použitým lepidlem i mezi použitým lepidlem a terčíkem odtrhoměru.

Literatura

- [1] *Čistění a odmašťování povrchu kovů* [online]. [cit. 15-10-17].
http://www.ucitsnadno.cz/index.php?page=shop.product_details&flypage=flypage.tpl&product_id=160&category_id=15&option=com_virtuemart&Itemid=67&vmcchk=1&Itemid=67.
- [2] Janktura D., Brezinová J., Ševčíková J., Draganovská D., Guzanová A., *Materiály v strojárské výroby a technológy ich finalizácie*. Technická Univerzita Košice, 2011. 978-80-553-0786-2.
- [3] Kraus V., *Povrchy a jejich úpravy*. Západočeská univerzita v Plzni, 2000. ISBN 80-7082-668-1.
- [4] *Brusky* [online]. [cit. 02-02-18]. Dostupný z: <https://www.obi.de/buersten/lux-polier-set-5-teilig/p/6481246>, 2018.
- [5] Kreibich V., *Strojírenské materiály a povrchové úpravy: (část povrchové úpravy): určeno pro stud. fak. strojní*. ČVUT Praha, 1987.
- [6] Leroy M., *Accesorios de miniherramientas* [online]. [cit. 19-02-18]. Dostupný z: <http://www.leroymerlin.es/fp/15331071/5-cepillos-acero-de-22-mm--uti>, 2016.
- [7] *Omílací stroje* [online]. [cit. 15-12-17]. Dostupný z <http://www.omilbrus.cz/7-omilaci-stroje.html>.
- [8] Mohyla M., *Technologie povrchových úprav kovů*. 3. vyd. VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2006. ISBN 80-248-1217-7.
- [9] Prestige technology, *Otryskávací materiál* [online]. [cit. 23-10-17]. Dostupný z: <http://prestige-technology.cz/48-otryskavaci-material>, 2018.
- [10] VYSOKO s.r.o., *TRYSKÁNÍ, PÍSKOVÁNÍ* [online]. [cit. 08-11-17].
Dostupný z: <http://www.vysoko.cz/tryskani-piskovani/>
- [11] Mefra., *Průmyslové čištění* [online]. [cit. 02-11-17]. Dostupný z: http://www.mefra.cz/sluzby/prumyslove-cisteni-suchym-ledem/?gclid=Cj0KCQiA0b_QBRCEARIsAFntQ9qLQmXiQakw1dmQ6kf67KyE57VYc63SqymeAHPoIaKZLYuPC2REgiMaAj5vEALw_wcB, 2015.
- [12] *Suchý led* [online]. [cit. 09-01-18]. Dostupný z: <https://zpravy.aktualne.cz/suchy-led/r~i:photo:503062/?redirected=1513116565>.

- [13] Hurda T., PAP-PE. Tryskání *suchým ledem*. [Online] [cit. 18-12-17].
Dostupný z: http://www.pap-pe.cz/?cz_tryskani-suchym-ledem,4, 2012-2016.
- [14] Takáč K., *Technológia povrchových úprav*. Editačné stredisko VŠT, Košice, 1984. ISBN 85-607-84.
- [15] Takáč K., Krátky I., *Strojárske materiály a povrchové úpravy*. Alfa, vydavateľstvo technickej a vedeckej literatúry, Bratislava, 1983. ISBN 63-721-83.
- [16] Goliáš P., Tribotechnika. *Odmašťení v galvanotechnice* [online]. [cit. 26-11-17], 2008-2017 Dostupné z: <http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-62014/odmasteni-v-galvanotechnice.html>.
- [17] Ševčíková J., Hagarová M., *Povrchové inžinierstvo*. Hutnícka fakulta technickej univerzity, Košice 2007. ISBN 978-80-8073-901-0.
- [18] DERAMAX. *Ultrazvuková čistička - vlastnosti a výběr vhodného typu*. [Online] [cit. 02-12-17]. Dostupné z: <https://www.deramax.cz/ultrazvukova-cisticka-vlastnosti-a-vyber-vhodneho-typu>, 2017.
- [19] Takáč K., *Technológia povrchových úprav*. Editačné stredisko VŠT, Košice 1984. ISBN 85-607-84.
- [20] Kalendová A., *Technologie nátěrových hmot II.: povrchové úpravy a způsoby předúpravy materiálů*. Univerzita Pardubice, 2003. ISBN 80-7194-555-2.
- [21] Bartoníček R. a kol., *Koroze a protikorozi ochrana kovů*, Akademie Parha, 1966.
- [22] Phosphating.net., *CHROMATE CONVERSION COATING* [online]. [cit. 05-11-17]. Dostupné z: <http://www.phosphating.net/chromating.html>, 2017.
- [23] *Progresivní a netradiční technologie povrchových úprav: 1. mezinárodní odborný seminář*. [sborník přednášek a prezentací. 2004. ISBN 80-239-3764-2.
- [24] Feng X. J., Jiang L. „*Designed and creation of superwetting/antiwetting surfaces*.“ *Advanced Materials*. (2006); 18(23): 3063-3078.