



УКРАЇНА

(19) UA (11) 17390 (13) U
(51) МПК (2006)
C09D 5/08МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ЕПОКСИКОМПОЗИТНОГО КОРОЗІЙНОСТІЙКОГО ПОКРИТТЯ

1

(21) u200604088

(22) 13.04.2006

(24) 15.09.2006

(46) 15.09.2006, Бюл. №9, 2006р.

(72) Букетов Андрій Вікторович, Стухляк Петро Данилович, Чихіра Ігор Вікторович, Долгов Микола Анатолійович, Золотий Роман Захарович, Добротвор Ігор Григорович

(73) ТЕРНОПІЛЬСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ІВАНА ПУЛЮЯ

(57) Спосіб отримання епоксикомпозитного покриття, що полягає у нанесенні на металеву основу адгезійного шару з наступною його полімеризаці-

2

єю, після цього наносять поверхневий шар з наступним твердненням покриття, який **відрізняється** тим, що адгезійний шар товщиною 0,10-0,12мм наносять методом пневматичного розпилення і полімеризують при температурі 333-353К протягом 10-15 хвилин, а поверхневий шар наносять товщиною 1,0-1,5мм з наступним твердненням покриття при температурі 293-298К протягом $24 \pm 0,5$ годин, при цьому введення наповнювача у поверхневий шар здійснюють після ультразвукової обробки епоксидного олігомеру.

Корисна модель відноситься до області отримання композитних покриттів для захисту деталей машин та механізмів технологічного устаткування в машинобудуванні, радіотехнічній, хімічній і харчовій промисловості від корозії.

Відома корозійностійка композиція та спосіб її отримання [пат. №97020588, опубл. в "Промислова власність України", 1997, №5 "Корозійностійка композиція та спосіб її одержання"], що містить стирол, полістирол, перекис бензолу, диметиланілін та етилсилікат при способі формування захисного покриття, що базується на полімеризації стиролу в масі полістиролу, перекису бензолу і диметиланіліну, яка відбувається наступним чином: вихідну кількість стиролу і полістиролу ділять на дві частини у співвідношенні (45-55):(55-45), потім розчиняють першу і другу частини полістиролу відповідно у першій і другій частинах стиролу в окремих ємностях, після чого при неперервному перемішуванні у першу частину суміші вводять диметиланілін і етилсилікат, далі отримані композиції зливають в ємність і перемішують разом.

Недоліком відомого покриття та способу його отримання є трудомісткість формування покриття на деталях складного профілю та значні показники внутрішніх напружень, що зумовлюють низьку корозійну тривкість матеріалу у процесі експлуатації.

Найбільш близькою за технічною суттю до результату, який досягається і способом, що заявляється є спосіб отримання корозійностійкого пок-

риття [пат. США №4514445, опубл. в Р.Ж., 1986, №1 "Спосіб отримання корозійностійкого покриття"], що полягає у нанесенні на металеву основу адгезійного шару з подальшою його полімеризацією, після цього наносять поверхневий шар з наступним твердненням покриття.

Недоліком вказаного способу формування композитів є невисокі показники корозійної тривкості та руйнівного напруження при згинанні.

В основу корисної моделі поставлено задачу підвищення корозійної стійкості і фізико-механічних властивостей захисних покриттів шляхом виконання способу отримання корозійностійкого покриття, який полягає у нанесенні на металеву основу адгезійного шару з наступною його полімеризацією, після цього наносять поверхневий шар з наступним твердненням покриття, причому адгезійний шар товщиною 0,10-0,12мм наносять методом пневматичного розпилення і полімеризують при температурі 333-353К протягом 10-15 хвилин, а поверхневий шар наносять товщиною 1,0-1,5мм, з наступним твердненням покриття при температурі 293-298К протягом $24 \pm 0,5$ годин, при цьому введення наповнювача у поверхневий шар здійснюють після ультразвукової обробки епоксидного олігомеру.

Композицію формують і наносять на поверхню за такою технологією. При формуванні адгезійного шару проводять дозування компонентів, перемішування епоксидної смоли і наповнювача, після

(19) UA (11) 17390 (13) U

чого вводять твердник (ПЕПА). Отриману композицію протягом 10-15 хвилин наносять на попередньо знежирену поверхню методом пневматичного розпилення, після чого затверджують за режимом: $T=333-353\text{K}$, $\tau=10-15\text{хв}$. При формуванні поверхневого шару проводять дозування компонентів, змішування епоксидної смоли і пластифікатора, взятих у співвідношенні 100:(10-20), ультразвукову обробку композиції, додають наповнювач, після перемішування композиції вводять твердник (ПЕПА). Отриману композицію протягом 10-15 хвилин наносять на адгезійний шар методом пневматичного розпилення, після чого проводять термостатування покриття за режимом: $T=293-298\text{K}$, $\tau=24\pm 0,5$ годин.

Як базовий компонент для полімерної матриці захисного покриття вибрано низькомолекулярну епоксидно-діанову смолу марки ЕД-20 (ГОСТ 10687-76), яка у скловидному стані характеризується високими фізико-механічними властивостями та адгезійною міцністю до чорних металів і сплавів. При формуванні поверхневого шару з метою поліпшення фізико-механічних і технологічних властивостей епоксидну матрицю пластифікували аліфатичною смолою ДЕГ-1 (ТУ 6-05-1645-73), яка являє собою дигліцидиловий ефір диетиленгліколю. Для зшивання епоксидного в'язучого використовували отверджувач холодного ствердження - поліетиленполіамін (ПЕПА) (ТУ 6-02-594-73). Вміст твердника у в'язучому вводили при стехіометричному співвідношенні компонентів.

Нанесення на стальну основу (Ст.3) методом пневматичного розпилення адгезійного шару товщиною 0,10-0,12мм дозволяє суттєво підвищити адгезійну міцність полімеркомпозитного покриття. Поліпшення зазначених характеристик пов'язано зі значним впливом дисперсних частинок на процеси структуроутворення в гетерогенних матеріалах та здатністю макромолекул полімера до адсорбції. Попередня полімеризація даного шару при температурі 333-353К протягом 10-15 хвилин забезпечує високий ступінь зшивання макромолекул в єдину сітку та зміну їхніх конформацій, що зумовлює підвищення корозійної тривкості та фізико-механічних властивостей покриттів. Виконання адгезійного шару товщиною, яка менша 0,10мм, погіршує протікання дифузійних процесів при полімеризації

захисного покриття. Виконання адгезійного шару товщиною, яка більша 0,12мм, знижує величину адгезійної, когезійної міцності і корозійної тривкості покриттів. Крім того, полімеризація шару при температурі, яка вища оптимальних режимів та тривалістю, більшою 15 хвилин, зумовлює зменшення міжшарової взаємодії, що погіршує захисні властивості полімеркомпозитів. Полімеризація шару при температурно-часових режимах, які нижчі від оптимальних значень, погіршує технологічні умови формування захисних покриттів.

Поверхневий шар товщиною 1,0-1,5мм наносять методом пневматичного розпилення на поверхню адгезійного шару після його попередньої полімеризації. Ультразвукова обробка епоксидної матриці забезпечує крекінг макромолекул композиції внаслідок кавітаційних ефектів у композиції. При подальшій полімеризації композиту така обробка зумовлює краще впакування макромолекул матриці у поверхневих шарах навколо дисперсного наповнювача, що значно поліпшує антикорозійні властивості композитів. Формування поверхневого шару при оптимальній товщині забезпечує значне підвищення фізико-механічних властивостей розробленого покриття порівняно з прототипом. Таким чином, у порівнянні з відомими технічними рішеннями заявлений об'єкт та спосіб його формування має суттєві відмінності, а отримання позитивного ефекту зумовлено усією сукупністю ознак.

В Таблиці наведено приклади конкретного виконання композиції: технічні рішення згідно з заявою, контрольні приклади прототипу, а також їхні порівняльні властивості. Також наведено основні параметри захисного покриття та прототипу при різних температурно-часових режимах формування і після ультразвукової обробки композиції.

Руйнівне напруження композитів при згинанні визначали згідно ГОСТ 4648-71. Дослідження корозійної тривкості проводили методом імпедансної спектроскопії при частоті прикладеного струму 1кГц з використанням автоматичного моста змінного струму Р-5083. Імпедансні спектри знімали на приладі "Солатрон 1250" з застосуванням трьохелектродної схеми вимірювань. Як корозійне середовище використовували 3%-ний розчин хлориду натрію.

Таблиця

Спосіб формування епоксикомпозитного корозійнотривкого покриття

№	Параметри покриття	Режими формування згідно з винаходом			Контрольні приклади										Прототип		
		I	II	III	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	I	II	III
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	Тривалість твердження адгезійного шару, хв.	10	12	15	3	6	10	15	12	12	15	10	25	35	10	20	30
2	Температура твердження адгезійного шару, К	333	343	353	313	323	343	343	333	353	333	353	373	383	313	323	333

Продовження таблиці

№	Параметри покриття	Режими формування згідно з винаходом			Контрольні приклади										Прототип		
		I	II	III	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	I	II	III
3	Товщина адгезійного шару, мм	0,10	0,11	0,12	0,06	0,08	0,11	0,11	0,10	0,12	0,10	0,12	0,15	0,18	0,10	0,15	0,20
4	Товщина поверхневого шару, мм	1,0	1,3	1,5	0,5	0,8	1,0	1,5	1,3	1,3	1,5	1,0	2,5	3,5	0,2	0,4	0,6
5	Температура термообробки епоксидного компаунду, К	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	-	-	-
6	Тривалість термообробки епоксидного компаунду, год	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	-	-	-
7	Ультразвукова обробка епоксидного олігомера	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-
Характеристики композитного матеріалу																	
1	Корозійна тривалість в 3%-ному розчині NaCl*, R, Ом-см ²	6,3	6,3	6,4	4,2	4,8	6,3	6,0	6,2	6,4	6,3	6,4	5,0	4,7	3,6	3,0	2,9
2	Руйнівне напруження при згинанні, МПа	85,3	84,1	89,6	78,3	89,6	75,9	85,4	83,1	84,4	86,3	80,1	71,2	68,3	54,5	50,1	48,4

Примітка:

+ ультразвукова обробка епоксидного олігомера; - ультразвукова обробка епоксидного олігомера не проводилась.

* Значення опору визначали після витримки покриттів у агресивному середовищі протягом 140 діб.