

شناسایی آمیزه‌های قالبگیری پودری

Archive of SID

Characterization of Powder Molding Compounds (PMC)

سید مجتبی میرعابدینی^{۱*}، حسن عربی

تهران، پژوهشگاه پلیر ایران، صندوق پستی ۱۴۹۶۵/۱۱۵

دریافت: ۸۰/۶/۸۸، پذیرش: ۸۰/۶/۸۸

چکیده

در این پژوهش پوششهای پودری مورد استفاده در کامپوزیتها با روش درون قالبی از طریق شناسایی نمونه‌های وارداتی و مشخص نمودن ویژگی‌های خواص فیزیکی و شیمیایی لازم بررسی شد. بدین ترتیب که ابتدا نمونه اصلی با استفاده از روشهای دستگاهی ساترنیوز، طیف سنجی زیر قرمز (IR)، گرماسنجی پویایی (DSC) و طیف سنجی برنواکس بررسی شد. سپس با استفاده از روش انحلال مذاب در آب پودر تهیه گردید و پس از تهیه نمونه‌های پوشش داده شده به روش معمولی و درون قالبی، آزمایشهای کنترل کیفی از کمی و بررسی رفتار گرمایی انجام شد. نتایج حاکی از آنست که پودرهای تهیه شده بر پایه رزین اپوکسی از لحاظ خواص پوری و عدم چسبندگی به سطح قالب بر پودرهای اپوکسی برتری دارند. به علت وجود بر همکنش شیمیایی بین گروههای فعال در رزین اپوکسی با سطح فلزی قالب، رزینهای اپوکسی برای تهیه این نوع پودر توصیه نمی‌شوند.

واژه‌های کلیدی: پوشش پودری، ترکیب قالبگیری، کامپوزیت، انحلال مذاب، رزین اپوکسی

Key Words: Powder Coating, Molding Compound, Composite, Melt Mixing, epoxy resin

مقدمه

در صنعت کامپوزیت از دیرباز دستیابی به قطعه‌ای با خواص مکانیکی قابل قبول که بتواند جایگزینی مناسب برای فلز باشد، مورد توجه بوده است. سطح نسبتاً بزرگ و سخت و همچنین کامپوزیتها زمینه را برای استفاده از پوششهای پودری فراهم کرده است. با اعمال لایه‌ای از ماده ستایش روی قطعه ساخته شده از کامپوزیت می‌توان علاوه بر داشتن خواص مورد انتظار از قطعه کامپوزیتی خواصی از قبیل زیبایی، صافی سطح و

* استاذ مکانیک، دانشگاه M Mirabedini@proxy.ptac.ir

تنوع رنگ را بدست آورد. یکی از روشهایی که با بکار بردن آن می‌توان سخت قطعه کامپوزیت و اعمال پوشش را همزمان داشت، استفاده از پوششهای پودری درون قالبی با به بیان دیگر آمیزه‌های قالبگیری پودری (PMC) است. این آمیزه‌ها مواد فعال پودری شکل بر پایه رزینهای پلی استر سیر نشده یا مونومرهای ویژه‌ای هستند که روی سطح قالب گرم افشانه شده و سپس سریعاً روی دیواره قالب ذوب می‌شوند. پس از تریق مواد اولیه قطعه کامپوزیت به صورت آمیزه قالبگیری آماده (Bulk Molding Compound, BMC) یا آمیزه

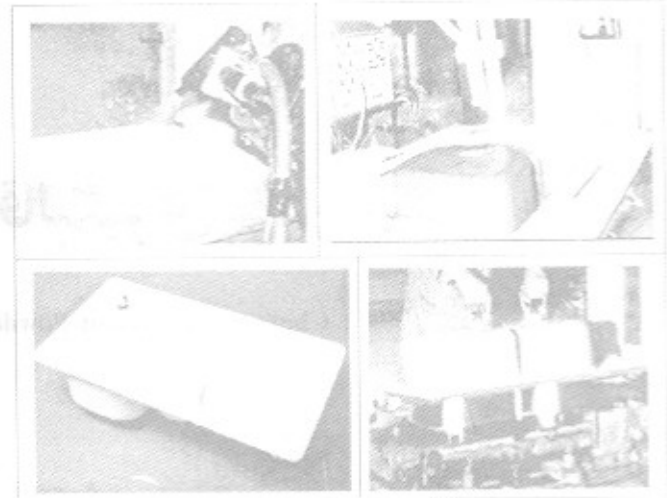
رونق و توسعه فراوانی پیدا کرده است [۵، ۶]. رزینهای پلی استر هیدروکسیل دار رایجترین رزینهای مورد استفاده در این صنایع اند. پخت این نوع پوشش بر اساس پلیمر شدن رادیکال آزاد و با استفاده از پروکسید یا شتاب دهنده صورت می گیرد. در سیستم های پخت شونده ای که بطور مستقیم در معرض محیط قرار می گیرند مسئله مانع اکسیژن که در این نوع واکنشهای پخت اهمیت بسزایی دارد، استفاده از آنها را در پوششهای سطح محدود می کند [Archive of SID]. هنگام پخت در تماس مستقیم با هوا هستند. در پوششهای پودری درون قالبی این مسئله تا حدودی رفع می شود. زیرا شبکه ای شدن پودر روی سطحی که در تماس با دیواره قالب است انجام می گیرد [۷-۵]. به همین دلیل، این نوع سیستم به عنوان لایه نهایی روی سطوح تهیه شده به روش SMC کاربرد ندارند.

رزینهای پلی استر مورد استفاده در پوششهای پودری درون قالبی تفاوت چندانی با رزینهای بکار رفته در تهیه مواد کامپوزیت ندارند. اختلاف این دو سیستم از آنجا ناشی می شود که در تهیه آمیزه قالبگیری پودری از مواد صد درصد جامد استفاده می گردد، بنابراین کاربرد استیرن و سایر ترکیبات مایع در این نوع آمیزه ها متفی می شود. رزینهای مورد استفاده معمولاً خطی و سیر نشده اند و عدد هیدروکسیل آنها بین ۵۰ تا ۱۲۰، عدد اسیدی آنها کمتر از ۱۰ و درجه سیرندگی این مواد بین ۱/۵ و ۳/۷۵ مول پیوند دوگانه برای ۱۰۰۰ گرم پلی استر است.

پوششهای پودری مورد استفاده در صنایع قالبگیری از مونومرهای با گروههای عاملی بیشتر از دو، رنگینه و مواد افزودنی مانند آغازگرها و عوامل جداکننده از سطح قالب، عامل ترازیبندی (Levelling agent) سطح و پایدار کننده ها تشکیل می شود. ضخامت لایه پوشش پودری روی دیواره قالب بین ۵۰ تا ۸۰۰ میکرون متغیر است. دمای ذوب مونومرهای مورد استفاده در ترکیب باید حداقل ۲۵ درجه سانتیگراد بالاتر از دمای اعمال پودر باشد. با افزایش جگالی گروههای عاملی در ترکیب پوششهای پودری میزان جگالی شبکه ای شدن افزایش پیدا می کند. مونومرهای مناسب در این نوع پوشش عبارتند از: تری آلیل سیانید، تری آلیل ایزوسیانید، تری متیل پروپان، تری آکریلات و تری آلیل تری متیلات.

کاتالیزورهای مورد استفاده برای پخت ترکیبات سیر نشده زیر گروه ترکیبات پروکسید مانند هیدروپروکسید و کتون پروکسیدند. مقدار این ترکیبات بین ۵/۰ تا ۱/۵ درصد وزنی پیوند دهنده سیر نشده متغیر است. از ترکیبات نمکهای کبالت ترشیو آمین به عنوان شتاب دهنده استفاده می شود [۴].

در این پژوهش، با استفاده از مراجع موجود [۸-۶] و همچنین آزمون نمونه وارداتی و بکارگیری یکی از روشهای مورد استفاده در



شکل ۱- مراحل تهیه قطعه کامپوزیتی با استفاده از آمیزه قالبگیری پودری (PMC): الف) افشاندن الکتروستاتیک پودر به دیواره خارجی قالب، ب) افشاندن الکتروستاتیک پودر به دیواره داخلی قالب، ج) جدا کردن قطعه تکمیل شده از قالب و د) قطعه نهایی پس از جدا شدن از قالب.

قالبگیری ورقه ای (Sheet Molding Compound, SMC) و بسته شدن درب قالب، لایه پودر (مذاب) از روی دیواره قالب روی سطح قطعه منتقل می شود و سپس پخت نهایی انجام می گیرد. در شکل ۱ مراحل تکمیل قطعه کامپوزیت با PMC نشان داده شده است.

مزایای اعمال لایه نهایی به روش PMC بر روش متداول پایه حلالی یا پایه آبی عبارت است از رعایت مسائل زیست محیطی و اقتصادی، امکان تهیه قطعاتی با زیبایی و براقیت بیشتر و همچنین صافی سطح بهتر.

مسائل زیست محیطی، آلودگی در اثر انتشار حلال و مواد شیمیایی، کاهش ذخایر مواد اولیه و سایر مسائل اقتصادی، اجتماعی و بوم شناسی باعث شده است که در صنایع پوششهای سطح در دو دهه اخیر تحولات گسترده ای صورت پذیرد [۵-۱]. صنایع پوششهای سطح یکی از صنایع مهم آلاینده محیط زیست بشمار می روند. آمار و ارقام نشان می دهند که [۲] سالانه حدود ۳۰ میلیون تن رنگینه در دنیا تولید و مصرف می شود. تنها در اروپا سالانه حدود ۲ میلیون تن حلال مربوط به رنگینه ها و جوهرهای چاپ در محیط زیست منتشر می گردد. این نکته به اثبات رسیده است که حلالهای هیدروکربنی اثر اکسید کنندگی روی لایه اتمسفر دارند و همچنین باعث تسریع تخریب لایه ازن می گردند [۳]. علاوه بر موارد ذکر شده، مصرف کمتر مواد اولیه باعث شده است که پوششهای پودری بطور قابل ملاحظه ای مورد توجه قرار گیرند.

در سالهای اخیر استفاده از پوششهای پودری در صنایع قالبگیری

مواد اولیه	نام تجاری	شرکت سازنده
رزین پلی‌استر	ALFT ۷۴۵ عدد اسیدی: ۵mg KOH عدد هیدروکسیل: ۳۵mg KOH	هوخت
رزین اپوکسی	AN ۷۲۲ عدد اسیدی: ۷mg KOH عدد هیدروکسیل: ۵۵mg KOH	هوخت
تیتان دی‌اکسید	RR۲ فلانندی	فلانندی
رزین پلی‌استر	XL۴۶۵	هوخت
روی استارات	نوع آزمایشگاهی	مرک
موم پلی‌اتیلن	PE۵۲۰	هوخت
بنزئین پروکسید	نوع آزمایشگاهی	آلد ریچ
کاتالیزور پخت	BYK۳۶۰	BYK

روشها
گرچه پوششهای پودری را می‌توان با اختلاط فیزیکی مواد اولیه بدست آورد، ولی بهترین نتیجه با روش اختلاط مذاب حاصل می‌شود. از این رو، در این پژوهش از روش مذکور برای تهیه پودر استفاده شد. بدین ترتیب که مواد اولیه ابتدا به صورت خشک با یکدیگر مخلوط می‌شوند. سپس، در روزنران ترجیحاً دو پیچه [۹]، به مخلوط مذاب یکواخت تبدیل می‌گردند. در پی آن *Archivalcopy of SID* میان غلظتهای آب سرد عبور داده می‌شوند. مواد سرد شده به صورت تراشه و در آسیاب به پودر تبدیل می‌شوند.

ابتدا با استفاده از روش تجزیه دستگاهی، فرمولبندی تفریبی پودر وارداتی معین شد. سپس، با در نظر گرفتن فرمولبندیهای ارائه شده در مراجع [۹-۶] فرمولبندی پایه تهیه گردید. با استفاده از روش اختلاط مذاب دو نوع پودر فالبگیری بر پایه رزینهای پلی‌استر و اپوکسی تهیه و سرانجام برخی از خواص پوششهای تهیه شده از این پودرها در مقایسه با پودرهای تجاری بررسی شد.

تعیین ساختار شیمیایی رزین پودر نمونه

۵ g از پودر فالبگیری با ۲۵ ml حلال متیل اتیل کتون (MEK) رقیق شد. سپس، به کمک دستگاه سانتریفوژ با ۴۵۰۰ rpm و به مدت ۳۰ دقیقه مواد جامد (رنگدانه) ته نشین و جدا شد. بخش بالایی محلول به یک شیشه ساعت منتقل شد و پس از تبخیر حلال موجود، ترکیب به صورت غشای نازکی در درون شیشه ساعت باقی ماند. سپس این غشا توسط تبخیر فلزی جدا و از آن طیف IR تهیه گردید.

تعیین مقدار و نوع رنگدانه‌های معدنی

مقدار معینی از پودر (حدود ۲g) پس از توزین به مدت ۲ ساعت در کوره‌ای با دمای ۷۰۰ °C قرار گرفت و سپس به مدت ۳۰ دقیقه در ظرف دسیکاتور قرار داده شد و دوباره وزن گردید. برای افزایش دقت، این آزمایش سه بار تکرار شد. برای تعیین رنگدانه‌های موجود در آمیزه از خاکستر باقیمانده طیف پرتو ایکس برداشت شد.

تهیه پودر به روش اختلاط مذاب

در شکل ۲ نمودار جریان پوششهای پودری به روش اختلاط مذاب نشان داده شده است.

انتخاب مواد اولیه و ارائه فرمولبندی

یکی از مراحل اساسی در حصول خواص مناسب، انتخاب صحیح و میزان مناسب از مواد اولیه آمیزه پوشش است. خواص مورد انتظار از پوشش و آشنایی با ساختار فیزیکی و شیمیایی مواد اولیه دستیابی به

تهیه پودر، بهینه سازی فرمولبندی آمیزه فالبگیری پودری بررسی شده است.

تجربی

مواد

نمونه پودر تجاری بر پایه رزین پلی‌استر PMC از شرکت جینی سان تهیه شد. مشخصات سایر مواد مورد استفاده در جدول ۱ نشان داده شده است.

دستگاهها

آزمونهای گرماسنجی با استفاده از DSC-TG مدل STA ۶۲۵ ساخت شرکت انگلیسی پلیمرلاب در اتمسفر نیتروژن و سرعت گرمادهی ۵ °C/min انجام گرفت. برای آزمونهای طیف سنجی دستگاههای طیف سنجی زیر قرمز (IR) مدل ۹۷۸۲ PU و زیر قرمز انتقال فوریه (FTIR) مدل IFS ۴۸ ساخت شرکت بروکر بکار گرفته شد. برای اختلاط مذاب از دستگاه روزنران دو پیچه مدل Dr Collion، برای آسیاب کردن پودر از دستگاه آسیاب سوزنی و برای تعیین اندازه ذرات و توزیع آنها از دستگاه Robot Sifter مدل PS ۸۵ استفاده گردید. برای افشاندن پودر از دستگاه افشانه الکتروستاتیک STAJET ۴۰۵ استفاده شد.

در مرحله اختلاط مذاب، بنابر واکنش پذیری سیستم و دمای روزنران، ۵ تا ۱۰ درصد از واکنشهای پخت انجام می‌شود. بنابراین، برای به حداقل رساندن واکنشهای پیش پخت پس از اختلاط مذاب و به منظور کاهش میزان واکنشهای پخت ناخواسته، مواد خروجی از روزنران سرعت از میان یک جفت غلتک حاوی آب سرد عبور داده شد و به علت تردی و شکنندگی، مواد سرد شده خرد و *Alternative of SIB* با شکلهای نامنظم تبدیل شد.

آسیاب کردن دانه‌های تهیه شده

دانه‌های تهیه شده را می‌توان به کمک آسیابهای جهشی، سوزنی، چکشی و دور بالا به پودر تبدیل کرد. بعضی از این آسیابها مجهز به غربال‌اند و پس از عبور پودر می‌توانند ذرات پودر خارج از اندازه مناسب را به آسیاب برگردانند.

در این پژوهش از آسیاب سوزنی استفاده شد و به دلیل اینکه این نوع آسیاب مجهز به غربال نیست، آسیاب کردن دوبار تکرار شد. سپس، با استفاده از غربالهای استوانه‌ای با مشهای ۱۰۰ تا ۴۰۰ میکرومتر، جداسازی ذرات پودر خارج از اندازه‌های ۱۵۰-۲۰۰ میکرومتر انجام گرفت. با تنظیم سرعت خوراک دهی به آسیاب می‌توان اندازه ذرات بدست آمده را تغییر داد، یعنی با کاهش دهی ورودی به آسیاب می‌توان به ذرات ریزتری دست یافت. اندازه ذرات و توزیع تقریبی آن با دستگاه Rubat Stifter معین گردید.

تعیین خواص کمی و کیفی پوشش

خواص کمی پوشش

رفتار گرمایی و فرایند پخت پودر مرجع و پودرهای ساخته شده با استفاده از DSC و در اتمسفر نیتروژن و سرعت گرمادهی ۵ °C/min و نیز ساختار شیمیایی پودرهای تهیه شده و مرجع با استفاده از دستگاههای طیف‌سنجی زیر قرمز (IR) و زیر قرمز انتقال فوری (FTIR) انجام گرفت.

خواص کیفی پوشش

برای تعیین خواص نوری، شیمیایی و مکانیکی پودر ساخته شده، ابتدا

جدول ۲ - گرادبان گرمایی تنظیم شده برای روزنران.

دما (°C)	منطقه گرمایی
۹۵	۱
۱۰۰	۲
۱۱۰	۳
۱۱۰	۴



شکل ۲ - نمودار جریان تهیه پوششهای پودری به روش اختلاط مذاب.

فرمولبندی مناسب را آسان می‌کند.

اختلاط مواد اولیه

خوراک یکنواخت مواد اولیه برای روزنران (اختلاط مذاب)، در مخلوط کن دو حداره تهیه می‌شود. باید دقت کرد که در طی فرایند اختلاط گرما تولید نشود، زیرا گرما موجب نرم شدن جزء رزینی و شروع واکنشهای پخت می‌گردد. مواد افزودنی مایع را می‌توان در این مرحله یا همراه با رزین به صورت بیج اصلی درآورد و در مرحله اختلاط مذاب به ترکیب اضافه کرد. اختلاط مواد در مخلوط کن دوجداره با ۳۰۰۰ rpm و به مدت ۱۰ min انجام گرفت.

اختلاط مذاب

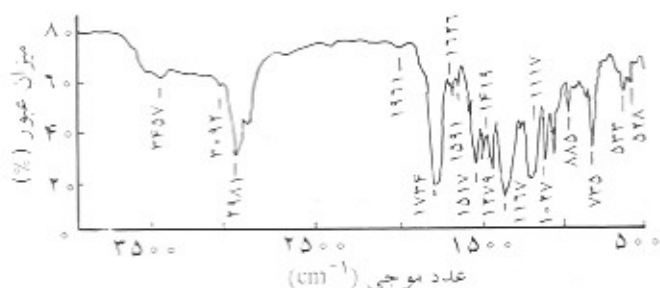
در این مرحله مواد اولیه رزینی ذوب و بطور کامل اطراف مواد جامد (رنگدانه و رنگدانه پاره‌ها) را احاطه می‌کند. هر چقدر اختلاط بهتر و حبس کردن ذرات رنگدانه با جزء رزینی کاملتر صورت گیرد، خواص مکانیکی و مقاومتی پوشش نهایی از قبیل برافیت، انعطاف پذیری و پشت پوشی بهتر خواهد بود.

دمای روزنران بین ۱۰۰ تا ۱۲۰ °C و زمان اقامت مواد در آن بین ۵/۵ تا ۲ دقیقه تنظیم شد. گرادبان گرمایی روزنران در جدول ۲

جدول ۳- مشخصات آزمونهای نوری، مکانیکی و شیمیایی بنابر استاندارد ASTM.

استاندارد ASTM	نحوه ارزیابی	روش	آزمون
D ۵۲۳	اندازه‌گیری زاویه بر حسب درجه	پس از درجه‌بندی دستگاه، اندازه‌گیری در زاویه‌های ۲۰، ۶۰ و ۸۵ درجه	براقیت
D ۳۳۵۹	معیار چسبندگی، تعداد خانه‌ها یا مربعهای جدا شده از پوشش به کمک چسب است. GT۰ بهترین چسبندگی و GT۵ بدترین چسبندگی است.	ایجاد دو مجموعه پنجتایی برش متقاطع روی سطح پوشش نمونه، اعمال نوار چسب روی سطوح مربع شکل ایجاد شده و جدا کردن چسب با سرعت ثابت	چسبندگی
D ۴۳۶۶	زمان توقف آونگ پاندولی (زمان بیشتر نمایانگر سختی بیشتر است)	اعمال روکش روی سطح شیشه و به حرکت در آوردن آونگ پاندولی روی سطح	سختی پاندولی
پس از باز کردن درب قالب، میزان پوشش باقیمانده روی سطح بررسی می‌شود.			پوشش باقیمانده روی سطح قالب

Archive of SID



شکل ۴- طیف زیر قرمز انتقال فوریه رزین ALFT ۷۴۵

مربوط به رزین جدا شده از نمونه تجاری و رزین ALFT ۷۴۵ در شکلهای ۳ و ۴ نشان داده شده است. با توجه به طیف زیر قرمز رزین ALFT ۷۴۵ و همچنین مشخصه‌های گزارش شده برای رزین پلی‌استر

جدول ۴- نتایج تجزیه عنصری خاکستر باقیمانده از سوزاندن نمونه بودری تجاری.

نام عنصر	درصد عنصری	درصد اتمی
آلومینیم	۰/۶۹۰	۱/۱۱۱
سیلیسیم	۲/۰۵۴	۳/۱۷۱
فسفر	۰/۱۳۰	۰/۱۸۲
کلسیم	۰/۱۸۷	۰/۲۰۳
نیترژن	۱۰۳/۵۸۷	۹۳/۸۷۵
وانادیم	۰/۶۱۳	۰/۵۲۲
آهن	۰/۱۷۰	۰/۱۳۹
مس	۴۲۵ ppm	۰/۰۲۹
روی	۱/۰۲۷	۰/۶۸۲

بودر به وسیله افشانه الکتروستاتیک روی سطوح آهنی چربی‌گیری شده (با حلال استون) و سطح داخلی قالب آزمایشگاهی افشانه شد. سپس آزمونهای چسبندگی، براقیت، سختی و مقاومت در برابر اسید، قلیا و حلال روی نمونه‌های یاد شده انجام گرفت. در جدول ۳ روشهای انجام آزمونهای نوری، مکانیکی و شیمیایی بنابر استانداردهای ASTM آورده شده است.

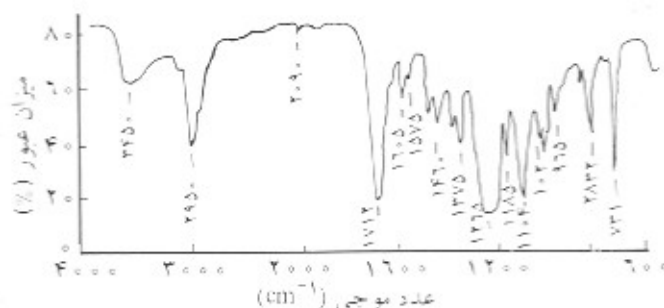
مقاومت در برابر مواد شیمیایی، حلال و مه نمک طبق استانداردهای ASTM به شرح زیر انجام گرفت.

مقاومت در برابر اسید: D۳۲۶۰، مقاومت در برابر قلیا: D۱۶۴۷، مقاومت در برابر ضربه: D۲۷۹۴ و آزمون مه نمک: B۱۱۷.

نتایج و بحث

تعیین فرمولبندی تقریبی نمونه تجاری

الف- تعیین ساختار مولکولی رزین: طیفهای زیر قرمز (FTIR, IR)



شکل ۳- طیف زیر قرمز IR از رزین جدا شده نمونه بودری تجاری.

جدول ۵- فرمولبندی تقریبی پودر تجاری و چند فرمولبندی پیشنهاد شده بر پایه رزینهای پلی استر (۱ و ۲) و پلی استر / اپوکسی (۳ تا ۵).

فرمولبندی	پودر تجاری	۱	۲	۳	۴	۵
مواد اولیه	% Wt	% Wt	% Wt	% Wt	% Wt	% Wt
پلی استر سیر نشده بلوری	۵۵-۶۰	---	---	---	---	---
ALFTV۴۵	---	۵۶/۰	۵۱/۶	---	---	---
ALFTV۲۲	---	---	---	۲۸/۰	۲۸/۵	۲۹/۰
EP۳۰۴	---	---	---	۳۵/۰	۳۵/۵	۳۶/۰
XL۴۶۵	---	۷/۷	۱۲/۱	---	---	---
TiO ₂ RR ₂	۲۵-۳۰	۳۰/۰	۳۰/۰	۲۸/۰	۲۸/۰	۲۸/۰
سیلیسیم اکسید	۱-۲	---	---	---	---	---
BYK ۳۶۰	---	۱/۰	۱/۰	۲/۰	۲/۰	۲/۰
روی استنارات	۳-۵	۵/۰	۵/۰	۲/۵	۲/۰	۱/۵
بزوئین	۱	۰/۳	۰/۳	۱/۰	۱/۰	۱/۰
موم پلی اتیلن	---	---	---	۳/۵	۳/۰	۲/۵
درصد کل مواد	۱۰۰	۱۰۰	۱۰۰	۱۰۰	۱۰۰	۱۰۰

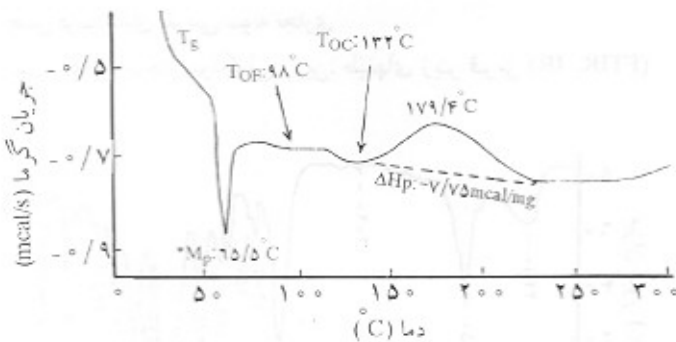
Archive of SID

جداکننده از سطح قالب روی استنارات است.

پس از تجزیه تقریبی نمونه برای دستیابی به فرمولبندی بهینه آمیزه‌های زیر تهیه شد. جدول ۵ چند فرمولبندی برای تهیه نمونه‌ای با خواص مطلوب را نشان می‌دهد. در این جدول دو فرمولبندی برای پودر پلی استر و سه فرمولبندی برای پودر اپوکسی / پلی استر ارائه شده است.

رفتار گرمایی آمیزه قالبگیری بودری

DSC از روشهای تجزیه گرمایی است که آثار گرمایی ناشی از تغییرات

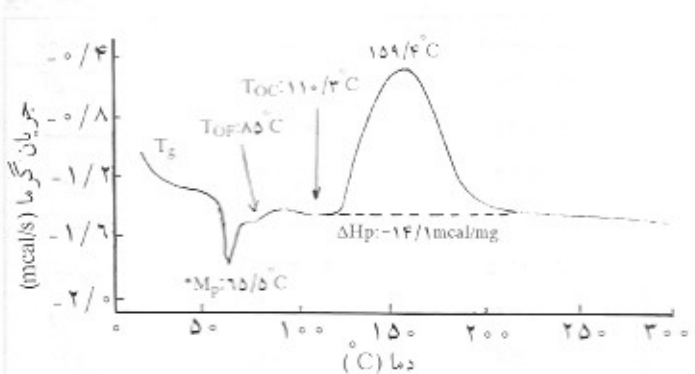


* دمای ذوب ترکیب

شکل ۶- گرمانگاشت DSC پودر تهیه شده بر پایه رزین پلی استر (فرمولبندی ۲).

[۱۰] طیف رزین تجاری را می‌توان تفسیر کرد. براین اساس، رزین نمونه تجاری بر پایه پلی استر گرما ساخت سیر نشده بلوری تشخیص داده شد.

ب- تعیین نوع و میزان رنگدانه‌های بکار رفته در فرمولبندی: با انجام آزمون سوزاندن مشخص شد که ۲۵-۳۰ درصد کل ترکیب پوشش اجزای معدنی (رنگدانه و رنگدانه یار) با انحراف از معیار ۲/۵ است. در جدول ۴، تجزیه عنصری خاکستر باقیمانده از نمونه تجاری نشان داده شده است. رنگدانه تیتان دی‌اکسید جزء اصلی ترکیب و عناصر سیلیس و روی در ترکیب مربوط به رنگدانه یار سیلیسیم اکسید و ترکیب



* دمای ذوب ترکیب

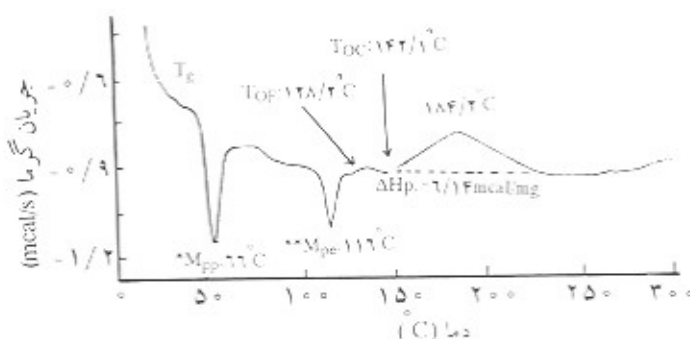
شکل ۵- گرمانگاشت DSC پودر تجاری.

دو فرمولبندی به عنوان دستور کارهای نهایی در نظر گرفته شدند. نتایج تجزیه گرمایی در جدول ۶ خلاصه شده است.

نتایج آزمون DSC نشان می‌دهد که پودر تجاری در دمای پاینتری نسبت به نمونه‌های تهیه شده شروع به روان شدن می‌کند. همچنین، واکنشهای پخت پودر تجاری در دمای کمتری آغاز می‌شود. با بررسی آنتالپی واکنشهای پخت مشخص می‌شود که پودر تجاری واکنش پذیری بیشتری نسبت به نمونه‌های ساخته شده دارد. پودر تجاری و پودر تهیه شده بر پایه رزین پلی استر مدت زمان بیشتری را برای روان شدن در اختیار دارند. این خصوصیت علاوه بر اینکه نشان دهنده واکنش پذیری کم رزین باعامل سخت کننده در زمان اختلاط مذاب است، بلکه بیانگر این است که زمان بیشتری در اختیار پوشش برای ترازبندی و صافی سطح بهتر و نفوذ بیشتر اجزای پودر و کامپوزیت در یکدیگر و در نتیجه جدایی بهتر از سطح قالب در زمان تشکیل فیلم است.

اندازه ذرات پودر و نحوه توزیع آنها

جدول ۷ و شکل ۸ اندازه ذرات و نحوه توزیع آنها را برای سه نوع پودر مورد آزمایش نشان می‌دهد. به علت ماهیت خاص فرایند تشکیل فیلم، اندازه ذرات پودر نقش مهمی را در تعیین خواص ترازبندی سطح پوششهای بودری دارد. در پوششهایی با اندازه ذرات بزرگ، ترازبندی مناسبی در سطح فیلم ایجاد نمی‌شود. با افزایش چگالی (فشرده‌گی) ذرات می‌توان بر مشکلاتی مانند ایجاد حفره در فیلم، ته سنجاقی شدن، اثر



شکل ۷- گرمانگاشت DSC پودر تهیه شده بر پایه رزین پلی استر / اپوکسی (فرمولبندی ۵).

فیزیکی و شیمیایی نمونه را به صورت تابعی از دما نشان می‌دهد. نتایج حاصل از آزمون DSC در شکل‌های ۵ تا ۷ نشان داده شده است. نقاط ویژه منحنی که با علامتهای T_g , T_m , T_c و T_{op} نشاندار شده‌اند، بیانگر دماهای انتقال شیشه‌ای، ذوب، آغاز روان شدن پودر مذاب و آغاز واکنشهای پخت است. مساحت زیر منحنی گرماده در طیفهای فوق، نمایانگر آنتالپی واکنشهای پخت است و می‌توان فرض کرد که کل ناحیه زیر پیک (ΔH_p)، معادل کل اثر گرمایی فرایند است [۱].

با توجه به نتایج آزمون DSC نمونه‌های تهیه شده ۲ و ۵ بیشترین میزان پخت و مناسبترین رفتار گرمایی را نشان دادند. به همین منظور، این

جدول ۶- نتایج بدست آمده از گرمانگاشتهای DSC نمایانگر تغییرات خواص فیزیکی و شیمیایی پودر بر حسب دما (C).

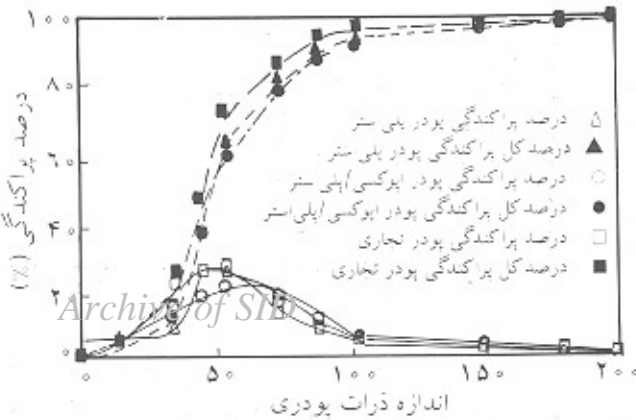
پودر مورد آزمون	پودر تجاری	پودر بر پایه پلی استر	پودر بر پایه پلی استر / اپوکسی
دمای انتقال شیشه‌ای (T _g)	<۵۰	<۵۰	<۵۰
دمای ذوب پودر	۶۵/۵	۶۶/۵	۶۱/۶۵
آغاز روان شدن پودر مذاب ToP	۸۵	۹۸	۱۲۸
آغاز واکنشهای پخت ToC	۱۲۰	۱۳۷	۱۴۲
** زمان روان شدن پودر در حالت مایع بر حسب دقیقه	۷	۶/۸	۵/۸
آنتالپی واکنشهای پخت پودر (ΔH _p)	-۱۴/۱ mcal/mg	-۷/۷۵ mcal/mg	-۶/۱۴ mcal/mg

* اعداد ۶۵ و ۱۱۶ به ترتیب نمایانگر دماهای ذوب اجزای پلی استر و اپوکسی ترکیب است.

** اختلاف ToC و ToP تقسیم بر سرعت گرمادهی پودر.

جدول ۷- اندازه ذرات و توزیع آن برای پودرهای مختلف (بر حسب درصد).

اندازه ذرات (μ)	پودر تجاری	پودر بر پایه پلی استر	پودر بر پایه پلی استر / اپوکسی
۱۵ و کمتر	۳/۲	۴	۵/۱
۳۵	۱۸/۵	۸/۷	۱۴/۱
۴۵	۲۴/۲	۲۴/۷	۱۸/۲
۵۵	۲۵/۸	۲۵/۰	۲۰/۶
۷۵	۱۴/۱	۱۸/۵	۱۹/۶
۹۰	۸/۲	۸/۵	۱۱/۰
۱۰۵	۳/۶	۵/۱	۵/۷
۱۵۰	۲/۴	۲/۸	۳/۵
۱۸۰	۰/۰	۱/۸	۱/۵
۲۰۰	۰/۰	۰/۹	۰/۷



شکل ۸- نمودار توزیع اندازه ذرات پودری و درصد پراکندگی آنها برای پودرهای مختلف.

پایه اپوکسی در محدوده قابل قبول از نظر اندازه ذرات (۱۵ تا ۷۵ میکرون) قرار دارند.

خواص فیزیکی و شیمیایی

نتایج آزمونهای فیزیکی و شیمیایی پودر تجاری و پودرهای بر پایه پلی استر و پلی استر / اپوکسی در جدولهای ۸ و ۹ نشان داده شده است. آزمونهای خواص فیزیکی نشان می‌دهد که پودرهای ساخته شده، بجز در مورد جدا شدن از قالب، نتایج قابل قبولی ارائه می‌دهند. سختی نمونه‌های تجاری و پلی استری به علت داشتن ساختار شیمیایی مشابه نزدیک بهم است، اما نمونه اپوکسی سختی بیشتری نشان می‌دهد که احتمالاً در نتیجه ساختار شیمیایی و میزان بیشتر شبکه‌ای بودن رزین ترکیب اپوکسی است. همچنین، این آزمون نشان می‌دهد که ترکیب اپوکسی انعطاف پذیری کمتری نسبت به دو نمونه دیگر دارد. برابری

پوست برتقالی شدن و چروک شدن فیلم در طول پخت غلبه کرد. تشکیل فیلم در پوششهای پودری در طی سه مرحله کلی: اعمال پودر و تشکیل لایه پودری شکل، انعقاد ذرات ذوب شده و تشکیل فیلم پیوسته و سرانجام تکمیل واکنشهای پخت و تداوم جریان پذیری سطح ناصاف فیلم به یک سطح صاف و هموار انجام می‌شود. در ضخامتهای زیر ۱۰۰ μ، نیروهای وزنی در تشکیل فیلم نقش زیادی ندارند [۱۱].

روشن است که هر قدر پودر نرمتر باشد، سرعت انعقاد بیشتر می‌شود، زیرا ذرات کوچکتر نیاز به گرمای کمتری برای ذوب دارند. افزایش سرعت انعقاد باعث افزایش زمان سیالیت مواد مذاب می‌شود. بدین معنا که برای روان شدن فیلم پیوسته زمان بیشتری در اختیار است. جدول ۷ نشان می‌دهد که به ترتیب حدوداً ۸۲/۶، ۷۶/۹، ۷۲/۵ درصد از ذرات پودر تجاری و پودرهای بر پایه پلی استر و بر

جدول ۸- خواص مکانیکی و نوری پودرهای مختلف.

خواص مکانیکی	پودر تجاری	پودر بر پایه پلی استر	پودر بر پایه پلی استر / اپوکسی
سختی (پاندولی)، ثانیه	۱۱۵	۱۳۰	۱۴۶
مقاومت در برابر ضربه مستقیم	۱۸ (in.lb)	۱۵ (in.lb)	۱۴ (in.lb)
چسبندگی پودر به قطعه کامپوزیت	بسیار خوب GT=	بسیار خوب GT=	بسیار خوب GT=
براقیت در زاویه ۶۰ درجه	۸۳	۷۸	۷۲
جدایی از سطح قالب	بسیار خوب ۱۰۰ درصد	خوب ۹۵ درصد	ضعیف ۶۰ درصد

جدول ۹ - خواص شیمیایی پودرهای مختلف.

خواص شیمیایی	پودر تجاری	پودر بر پایه پلی‌استر	پودر بر پایه اپوکسی
مقاومت در برابر حلال (زایلن) ۲۴ ساعت در دمای ۲۰ درجه	خوب	خوب	بسیار خوب
مقاومت در برابر اسید (HCl ۰/۱N)	متوسط	متوسط	خوب
مقاومت در برابر قلیا (NaOH ۰/۱N)	متوسط تا ضعیف	متوسط تا ضعیف	خوب
آزمون مه نمک (۵% NaCl) Salt Spray	بدون تغییر	بدون تغییر	بدون تغییر
مقاومت در برابر آب جوش (۱۰۰ ساعت)	خوب	خوب	خوب

Archive of SID

به علت وجود بر همکنش شیمیایی بین گروههای فعال در رزین اپوکسی با سطح فلزی قالب، رزینهای اپوکسی برای تهیه آمیزه قالبگیری پودری توصیه نمی‌شوند.

قدردانی

بدین وسیله از مسئولان شرکت چینی‌سان برای تامین امکانات مادی و مواد اولیه، آقای مهندس ذبیحی از شرکت شیمیایی هوخت برای تامین مواد اولیه رزینی و مسئولان محترم پژوهشگاه پلیمر ایران که در انجام این پژوهش ما را یاری رساندند تشکر و قدردانی می‌شود.

مراجع

- Misev T. A., Powder Coating, Chemistry & Technology, John Wiley & Sons, Chichester, UK, 1991.
- Gregory J., Bocchi, Executive Director, Powder Coating, The Complete Finisher's Handbook, Liberto N. P., (Ed.), Powder Coating Institute, New York, 1996.
- Howell D. M., Powder Coatings, 1, The Technology, Formulation and Application of Powder Coatings, Sanders J. D., (Ed.), John Wiley, London UK, 2000.
- Bate D. A., The Science of Powder Coatings, 1, SITA Technology, New York, 1990.
- Crapper G.D., "Synthesis and Properties of Epoxy/Polyester Based Powder Coatings", Ph.D., Thesis, UMIST, Material

بیشتر نمونه‌های تجاری و پلی‌استری دلالت بر جدا شدن مناسب پوشش از سطح قالب دارد. در خصوص پودر ساخته شده بر پایه رزین اپوکسی، این باور وجود دارد که به علت بر همکنش شیمیایی بین گروههای فعال در رزین اپوکسی با سطح فلزی قالب، رزینهای اپوکسی در تهیه آمیزه قالبگیری پودری توصیه نمی‌شوند [۱۲].

عدم مهاجرت سریع و مناسب مواد جداکننده به سطح قالب، در پودر تهیه شده بر پایه پلی‌استر باعث می‌شود که جدایی از سطح قالب بطور کامل انجام نگیرد. مکانیسم عملکرد مواد جداکننده تفاوت بین پارامتر انحلال پذیری ترکیب و ماده جداکننده است. نمونه‌های تهیه شده بر پایه رزینهای پلی‌استر و اپوکسی در آزمون خواص شیمیایی نتایج قابل قبولی دارند.

نتیجه‌گیری

با استفاده از آمیزه قالبگیری پودری (PMC) برای تکمیل کامپوزیت دستیابی به قطعاتی با صافی سطح بهتر، زیبایی بیشتر و مقاومت امکان‌پذیر می‌شود.

پودرهای تجاری و نمونه ساخته شده بر پایه رزین پلی‌استر، به علت برخورداری از زمان روان شدن بیشتر و پخت در دمای پایتتر، امتزاج پذیری بیشتر را با کامپوزیت و در نتیجه جدا شدن بهتر از سطح قالب را نشان می‌دهند. اندازه ذرات پودر بر خواص روان شدن و همچنین نحوه جدا شدن از سطح قالب اثر می‌گذارد.

پودرهای تهیه شده بر پایه رزین پلی‌استر از لحاظ خواص پوری و عدم چسبندگی به سطح قالب بر پودرهای اپوکسی برتری دارد.

- Methods and Quality Control Procedures", *Powder Metallurgy*, **34**, 4, 238-242, 1991
10. Cropton, T. R., *Practical Polymer Analysis*, Plenum Press, New York, 1993.
11. Nicholas P. and Liberto P. E., *Powder Coating; the complete finisher's handbook*, The Powder Coating Institute, New York, 1996.
12. Meeus F., *New Developments in Ambient Cure Epoxy Resins for High Performance Industrial Coatings*, JOCCA, **5**, 186-194, 1990.
- Science Centre, 1993
6. United State Patent, 4,228,113, van Gasse," Process for Making Objects from Mineral Fillers Bonded with A Thermosetting Resin" October 14, 1980.
7. "Coating Powder", DSM Resins B. V., European patent Office, 0,106,399, 1983.
8. "Crystalline Unsaturated Polyester and thr Preparation Thereof", DSM Resins B. V., European Patent office, 0,188, 846, 1986.
9. Britton C. R., "Thermal Spray Powders: Manufacturing