VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ
FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

OPTIMALIZACE PŘEDÚPRAVY POVRCHU OCELI A HLINÍKOVÉ SLITINY PRO NÁSLEDNOU APLIKACI PRÁŠKOVÉ BARVY

OPTIMIZATION OF SURFACE PRETREATMENT OF STEEL AND ALUMINUM ALLOY FOR SUBSEQUENT APPLICATION OF POWDER PAINT

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE — Bc. Martin Běloch
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE — Ing. Jaromír Wasserbauer, Ph.D.
SUPERVISOR

BRNO 2021

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA CHEMICKÁ

Zadání diplomové práce

Číslo práce:	FCH-DIP1579/2020	Akademický rok:	2020/21
Ústav:	Ústav chemie materiálů		
Student:	**Bc. Martin Běloch**		
Studijní program:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů		
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů		
Vedoucí práce:	**Ing. Jaromír Wasserbauer, Ph.D.**		

Název diplomové práce:

Optimalizace předúpravy povrchu oceli a hliníkové slitiny pro následnou aplikaci práškové barvy

Zadání diplomové práce:

Cílem diplomové práce je provést několik typů předúpravy na oceli a hliníkové slitině.
Dalším cílem je pomocí testů charakterizovat provedené předúpravy.
Finálním cílem je nalézt optimální typ předúpravy oceli i hliníkové slitiny pro následné nanesení práškové barvy.

Termín odevzdání diplomové práce: 28.5.2021:

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí diplomové práce.

Bc. Martin Běloch student(ka)	Ing. Jaromír Wasserbauer, Ph.D. vedoucí práce	doc. Ing. František Šoukal, Ph.D. vedoucí ústavu
		prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D. děkan

V Brně dne 1.2.2021

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá různými postupy povrchových předúprav oceli a hliníkové slitiny pro následnou aplikaci práškové nátěrové hmoty.

Práce začíná přehledem obecných charakteristik používaných materiálů. Stěžejní část práce pak tvoří souhrnný přehled jednotlivých metod předúprav, které je možné použít pro úpravu povrchu materiálu. Zvláštní kapitola je věnována metodikám pro aplikaci práškových hmot. Před samotnou aplikací je nezbytné nejprve vzorek pečlivě předúpravit, aby bylo zajištěno odstranění organických látek (např. olejů z prvotního zpracování – broušení, řezání), případně prachových nečistot pro zajištění správného bariérového efektu. Po rozdělení jednotlivých metod přípravy povrchu se na zkušební materiál nanese prášková barva o celkové tloušťce přibližně 50 µm. Vzorky s různými povrchovými předúpravami budou porovnány jak z hlediska mechanických vlastností, tak z hlediska elektrochemických vlastností.

ABSTRACT

This diploma thesis deals with various procedures of surface pretreatment of steel and aluminum alloy for subsequent application of powder coating substance.

The work begins with an overview of the general characteristics of the materials used. The core part of the work is then a summary of the individual methods of pretreatment that can be used to modify the material surface. A special chapter is devoted to methodologies for the application of powder substances. Before separate application, the sample must first be carefully pretreated to ensure removal of organic compounds (e.g. oils from primary processing - grinding, cutting), or dust impurities to ensure the correct barrier effect. After dividing the individual methods of surface preparation, a powder paint system with a total thickness of approximately 50 µm is applied to the test material. Samples with different surface pretreatments will be compared both in terms of mechanical properties and in terms of electrochemical properties.

KLÍČOVÁ SLOVA

ocel, hliníková slitina, chemická předúprava, práškové lakování, mřížková zkouška, odtrhová zkouška, ohybová zkouška, SEM, EDS, NSS, potenciodynamické křivky

KEYWORDS

steel, aluminium alloy, chemical pretreatment, powder coating, crosscut adhesion testing, pull-off adhesion testing, bending testing, SEM, EDS, NSS, potentiodynamic curves

BĚLOCH, M. *Optimalizace předúpravy povrchu oceli a hliníkové slitiny pro následnou aplikaci práškové barvy*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2021.74s. Vedoucí práce Ing. Jaromír Wasserbauer, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně. Všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně odcitoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
Bc. Martin Běloch

PODĚKOVÁNÍ:

Děkuji svému vedoucímu Ing. Jaromíru Wasserbauerovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady, připomínky, pomoc, trpělivost a čas, které mi věnoval při zpracovávání této diplomové práce.

OBSAH

ÚVOD 7
1 ZÁKLADNÍ MATERIÁL 8
1.1 EN 10 130 – ocel 8
1.2 Al 99,5 – hliník 9
2 POVRCHOVÁ PŘEDÚPRAVA 10
2.1 Mechanická předúprava 10
2.1.1 Broušení 10
2.1.2 Tryskání 12
2.2 Chemická předúprava 12
2.2.1 Alkalické odmaštění - Alod 13
2.2.2 Železitý fosfát - Feph 15
2.2.3 Zirkonový fosfát Zrph 16
2.2.4 Nanopasivace – NANOZr, Ti 17
3 PRÁŠKOVÉ LAKOVÁNÍ 19
3.1 Technologie lakování 19
3.2 Základní charakteristika práškových nátěrů 19
3.3 Aplikace 20
3.3.1 Corona 20
3.4 Recyklace prášku 21
3.5 Vytvrzování nátěru 21
4 NÁVRH EXPERIMENTÁLNÍHO ŘEŠENÍ 22
4.1 Stanovení tloušťky nátěru 22
4.2 Mřížková zkouška 22
4.3 Odtrhová zkouška 23
4.4 Ohybová zkouška 24
4.5 SEM analýza 24
4.6 EDS analýza 26
4.7 Korozní testy 26
4.7.1 Korozní zkoušky v umělé atmosféře 26
4.7.2 Vyhodnocení koroze 28
4.7.3 Vyhodnocení degradace nátěru 28
4.8 Potenciodynamická polarimetrie 29
4.9 Současný výzkum zkoumané problematiky 30
5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST 35
5.1 Přístroje a pomůcky 35
5.2 Použité chemikálie 36

5.3 Příprava vzorků ... 36
5.4 Příprava a parametry lázní na jednotlivé metody PPÚ ... 36
5.5 Stanovení Potenciodynamické polarizace ... 37
5.6 Aplikace práškového nátěrového systému ... 37
5.7 Pozorování pomocí SEM s EDS ... 38
6 VÝSLEDKY A DISKUZE ... 39
6.1 Alkalické odmaštění - Alod ... 39
6.2 Železité fosfátování - Feph ... 39
6.3 Zirkonové fosfátování - Zrph ... 40
6.4 Nanopasivace na bázi Zirkonu - NANOZr ... 41
6.5 Nanopasivace na bázi Titanu - NANOTi ... 42
6.6 Vlastní PPÚ - VlPPÚ ... 42
6.7 Vyhodnocení Potenciodynamické polarizace ... 43
6.8 Vyhodnocení tloušťek vrstev práškového nátěru ... 45
6.8.1 Průmyslové měření tloušťky pomocí Elcometeru 456 ... 45
6.8.2 Laboratorní měření pomocí světelného mikroskopu Axio Observer Z1M ... 46
6.9 Vyhodnocení mřížkové zkoušky ... 48
6.10 Vyhodnocení odtrhové zkoušky ... 48
6.11 Vyhodnocení ohybové zkoušky ... 49
6.12 Vyhodnocení SEM a EDS analýzy ... 50
6.13 Vyhodnocení NSS zkoušky ... 60
6.14 Ekonomické srovnání PPÚ ... 62
7 ZÁVĚR ... 64
8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ ... 66
9 SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK ... 71
10 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ ... 73
11 SEZNAM PŘÍLOH ... 74

ÚVOD

Poslední dobou je na trhu v povrchových úpravách významný trend mít co nejkvalitnější produkt za co nejnižší náklady. I když se zrovna v tomto oboru tyto dvě možnosti moc nepotkávají, bude tato práce soustředěna na kvalitativní srovnání šesti vybraných metod přípravy povrchu materiálu pro následnou aplikaci práškových nátěrů.

Předúprava materiálu je základ každé ochrany materiálu před nepříznivými vlivy, které ho mohou jak vizuálně, tak funkčně narušit případně až zničit. Nejčastějším negativním vlivem působícím na jakýkoliv materiál je koroze. Před korozí je nutné materiál dostatečně ochránit.

Tato diplomová práce podává přehled vybraných předúprav materiálů, které budou sloužit jako srovnávací podklad pro následné práce, které se budou danou problematikou zabývat. Na základě experimentu bude provedena optimalizace a testování předúpravy povrchu materiálu s následnou aplikací práškových nátěrových hmot.

Metodiky lakování práškových hmot se volí podle tvaru profilu, na který se má lak aplikovat. Pro materiál tzv. tvarově jednoduchý se volí jiný způsob nanášení než na materiál tzv. tvarově složitý – profil zohnutý s otvory a dutinami. Hlavní podmínkou pro aplikaci je, aby v sobě měl materiál otvor na zavěšení na dopravníkový systém pro správné uzemnění. V případě, že materiál neobsahuje otvor pro zavěšení, volí se jiné zavěšovací postupy např. magnetové nebo zářezové komponenty.

Nátěrové systémy se v současnosti testují pro určení mnoha vlastností, např. krycí schopnost, tvrdost, stupeň lesku, drsnost, odolnost v kritických podmínkách, odolnost proti korozi, opotřebitelnost atd. Tato práce je soustředěna na základní stanovení mechanických vlastností laku a porovnání možností použití různých povrchových předúprav.

1 ZÁKLADNÍ MATERIÁL

Pro praktickou část této diplomové práce byly zvoleny zcela běžně používané základní materiály. Plechy s práškovým lakem nachází využití jak v exteriéru (např. obložení budov), tak v interiéru (např. různé držáky, konzole a lampy). V případech využití práškového nátěru je důležitá konstrukce dílu. Tenkostěnný materiál bude ve vypalovací peci nahřívaný jiným způsobem než tlustostěnný např. svařenec, u kterého bude docházet k rozdílným časům náběhu teploty na materiálu v procesu vypalování. Pro experiment v této práci byly vybrány tyto materiály: ocelový materiál EN 10 130 a hliníkové slitiny Al 99,5, které byly podrobený zkouškám v následujících kapitolách.

1.1 EN 10 130 – ocel [1], [52]

Všeobecně je ocelový materiál dělen do dvou skupin: konstrukční a nástrojová ocel, kde konstrukční se dále dělí na legované, nelegované a korozivzdorné.

Pro tuto diplomovou práci byl zvolen válcovaný plech za studena s označením DC01 (1.0347) - dle normy EN 10 130 a jde o konstrukční ocel nelegovanou, jakostní. Jedná se o ekvivalent oceli 1.0330 (značení dle ČSN 11 321). Dalšími požadovanými charakteristikami materiálu jsou **A**, tedy běžná kvalita povrchu, **m** (z německého matt) popisující matný povrch s Ra v rozmezí 0,6 až 1,9 μm a **O** pro naolejovaný plech v rámci antikorozní ochrany.

Tato ocel je nejvyužívanější pro tvarování za studena a k aplikaci povlaků žárovým či elektrolytickým pokovováním. Aplikovat se mohou povlaky jak organického, tak i jiného charakteru. Využívá se k výrobě plechů a širokých ocelových pásů. Konstrukční ocel je možno používat při běžném svařování. Svařitelnost závisí na tloušťce materiálu. Do tloušťky 0,5 mm je dle ČSN 05 1310 zaručeně podmíněná, pokud je větší nebo rovna 0,5 mm je svařitelnost zaručená. Bez povrchové úpravy se nevyznačuje žádnou korozní odolností.

Mechanické vlastnosti a chemické složení této oceli jsou stručně popsány v tabulce 1. Materiálový list této oceli od dodavatele je uveden v příloze 1 této práce. Polotovar může být dodáván ve formě tabulí plechu nebo v podobě svitků plechu. Při volbě polotovaru plechu bývá za ekonomicky výhodnější varianta svitku plechu.

Tabulka 1. Mechanické vlastnosti a chemické složení oceli

Mechanické vlastnosti	Mez pevnosti Rm [MPa]	Tažnost [%]	Mez kluzu Re [MPa]	Tvrdost dle Brinella [HB]
	270-410	44	280	231
Chemické složení	**Uhlík C [%]**	**Síra S [%]**	**Fosfor P [%]**	**Mangan Mn [%]**
	0,12	0,045	0,045	0,6

1.2 Al 99,5 – hliník [2], [3], [50], [52]

Historicky byl hliník objeven už v roce 1825 a jedná se nejrozšířenější ze všech kovů na zemi. Charakterizuje ho stříbrošedá barva a relativně nízká hustota. V praxi se využívá převážně díky své nízké hmotnosti, výborné tepelné i elektrické vodivosti a má také vysoký stupeň tažnosti a odolnosti proti korozi. Hliník je známý i svou vysokou afinitou ke kyslíku. Při vystavení atmosférickému prostředí vzniká tenká souvislá vrstvička Al_2O_3 (oxid hlinitý).

Tento materiál se vyznačuje svými výbornými vlastnostmi i z pohledu tvarovatelnosti, tudíž je využívaný v procesech zpracování (např. ohýbání, válcování) jak za studeného stavu, tak i za tepla. Hliník nemá žádné omezení při opracování, proto je do hliníku možno vrtat, řezat a lze jej protlačovat. V porovnání od ostatních druhů ocelí se hliník při nízkých teplotách nestává křehkým. Tento materiál je možné recyklovat téměř na 100 % bez jakékoliv ztráty kvality či vlastností, přičemž proces recyklace vyžaduje zhruba 5 % spotřeby elektrické energie oproti výrobě primárního hliníku. Hliník je materiál vhodný pro legování.

Vybraný vzorek pro tuto diplomovou práci je označen jako Al 99,5. Jedná se o plech válcovaný za studena s částečným žíháním a deformačním zpevněním. Tento typ plechu je využívaný v mnoha oborech, jako je stavebnictví, strojírenství, elektrotechnika a jiné, kde je dbán důraz na svařitelnost (metody MIG, TIG), povrchovou úpravu a zároveň již zmíněná nízká hmotnost s vysokou odolností vůči korozi (jeho hustota 2,7g.cm^{-3} odpovídá třetině hustoty oceli). Ve srovnání s mědí má hliník poloviční hmotnost, ačkoliv hodnota elektrické vodivosti je stejná jak u měděného drátu.

Mechanické vlastnosti a chemické složení této hliníkové slitiny jsou stručně popsány v tabulce 2. Materiálový list této oceli od dodavatele je uveden v příloze 2. Polotovar může být dodáván ve formě tabulí plechu nebo v podobě svitků plechu. Pro experimentální část byl použit chemicky čistí hliníkový plech řady 1000 s chemickým značením Al 99,5. Jedná se o nelegovaný hliník s maximálním podílem nečistot 0,5 %. Materiál je tepelně nevytvrditelný. Používá se pro výrobu zásobních nádrží, výměníků tepla, reflektorů,

obalových materiálů. Odolnost proti korozi je v atmosférických podmínkách výborná a lze ji zvýšit technickou anodickou oxidací výrobků.

Tabulka 2. *Mechanické vlastnosti a chemické složení hliníkových slitin*

Mechanické vlastnosti	**Mez pevnosti Rm [MPa]**	**Tažnost [%]**	**Mez kluzu Re [MPa]**	**Tvrdost dle Brinella [HB]** 18				
	65-95	≥20	≥20					
Chemické složení	**Křemík Si [%]**	**Železo Fe [%]**	**Měď Cu [%]**	**Mangan Mn [%]**	**Hořčík Mg [%]**	**Zinek Zn [%]**	**Titan Ti [%]**	**Hliník Al [%]**
	≤0,25	≤0,40	≤0,05	≤0,05	≤0,05	≤0,07	≤0,05	zbytek

2 POVRCHOVÁ PŘEDÚPRAVA

Základní a zcela nejdůležitější část procesu práškového lakování je předúprava povrchu kovového podkladu. Pro přípravu povrchu testovaného materiálu můžeme zvolit několik způsobu dle finálního požadavku. Předúprava povrchu ovlivňuje vlastnosti nátěru např. adhezi prášku a tím i životnost vlastního nátěrového systému.

Mezi nejzákladnější metody předúpravy povrchu materiálu patří předúprava mechanická a chemická. Mechanickou předúpravou rozumíme různé možnosti, jak už ručního broušení, leštění kartáčování, tak i strojního tryskání a omílání povrchu. Do chemické předúpravy řadíme odmaštění či moření. Celý postup předúpravy je založen na několika za sebou jdoucích technologických částí s mezioplachovými stupni. Na začátku se jedná o chemické čištění materiálu, při kterém dochází k odmaštění, odstranění nečistot a oxidačních činidel na povrchu s následným fosfátováním, případnou pasivací s jednotlivými oplachy demineralizovanou vodou (demivodou) a finálním sušením.

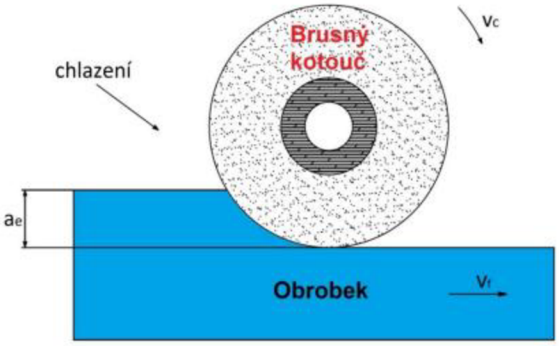
Pro tuto diplomovou práci jsem vybral pět průmyslově nejběžněji používaných metod chemické předúpravy a jednu vlastně navrženou chemickou předúpravu, viz kapitola 2.2.

2.1 Mechanická předúprava

2.1.1 Broušení [4], [38], [39], [40]

Mezi nejzákladnější metody mechanické předúpravy materiálu je řazeno broušení. Jedná se o je souhrnný název obráběcího procesu, který využívá tvrdé abrazivní částice jako řezné médium na obrábění, jak vnitřních, tak vnějších rovinných, válcových případně i tvarových ploch. Vlivem tohoto postupu dochází ke sjednocení kvality povrchu, odstranění

nepravidelnosti, oxidové vrstvy a rzi. Postupně se volí jemnějších brusných prostředků. Kov se při zvýšené teplotě broušením stává plastický. Tento proces je řazen mezi tzv. dokončovací metody obrábění, které jsou charakterizovány dosahováním vysokých přesností (IT 4–10), vynikající drsností povrchu (Ra 0,2–2,4 µm) a požadovaným geometrickým tvarem. Celkový vývojem brousících nástrojů a strojů se raketovým tempem posouvá dopředu. Broušení je využíváno i v dalších procesech jako je například opracování materiálů. Tento proces je definován vysokou pevností a tvrdostí povrchu a obrábění těchto materiálů řeznými nástroji s přesnou geometrií je celkově velmi neefektivní v některých případ až nemožné. Při broušení vzniká odebíraný materiál ve formě drobných částic (třísek), viz obrázek 1, za pomoci řezného nástroje se specifikovanou případně nespecifikovanou řeznou geometrií brusných zrn spojených pojivem.



Obrázek 1. *Základní schéma broušení*

kde **ae** ... hloubka odebírané vrstvy
vc ... řezná rychlost
vf ... rychlost posuvu

Brusné materiály jsou děleny do dvou základních skupin, na přírodní a syntetická brusiva. Nejvýznamnějšími přírodními brusivy jsou diamant, křemen, vápenec, kazivec a korund. Do syntetických brusiv se řadí karbid křemíků (SiC), umělý korund (Al_2O_3), karbid bóru (B_4C) a syntetický diamant. Typ brusného materiálu se volí na základě vlastností obráběného materiálu a samotného druhu materiálu. Například pro broušení ocelí je vhodný druh brusiva umělý korund. Optimální rychlost broušení se pohybuje v rozmezí 30-35 m/s. Pro tvrdší materiál není potřeba vysokých obvodových rychlostí (u ocelí se volí menší než u hliníku). Zrnitost brusiva je zvoleno podle tvrdosti materiálu obrobku, broušené plochy a velikosti úběru materiálu. Díky této charakteristice patří zrnitost brusiva do ovlivnitelných parametrů, kterými lze upravit kvalitu broušené plochy. Zrnitost je značena na základě normy FEPA „F— 42–D–1986 (ČSN 22 4012), ve které je definována jako číslo udávající počet ok síta na jeden palec, kterým ještě brusivo propadne při prosívání.

2.1.2 Tryskání [4]

Mechanický princip tryskání je produktivní způsob čištění na odstraňování okují a korozních zplodin při současném vytvoření vhodné mikrogeometrie a zpevnění povrchu. Tryskání se využívá na zdrsnění a sjednocení povrchu výrobku. Na zpevnění povrchu se využívá speciálního tryskání tzv. balotinování (využití balotiny, což jsou kuličky, kterými nedochází k narušování základního materiálu, ale pouze k rovnání povrchu dílu a tím i ke zpevňování). Tímto způsobem pak nedochází k následné mezikrystalové korozi na materiálu.

V průmyslovém měřítku se využívají různé typy abraziva a to jak kulatozrného, tak ostrohranného. Jako tryskací médium jsou využívány jak kovové materiály (např. ocelová drť, nerezový granulát, případně sekaný drát), tak i materiály nekovové (např. křemičitý písek nebo suchý led). Z organických médií jsou používány (např. ořechové skořápky nebo kukuřičná drť).

Plech, viz obrázek 2, byl vložen do bubnového tryskače, kde na jeho povrch dopadaly abrazivní částice po dobu sedmi minut. Po vyjmutí vzorku plechu byla vidět nová struktura, která se skrývala pod oxidační vrstvou. Tímto tedy došlo k ubrání materiálu, který se reguluje velikostí zrn, druhem otryskávaného materiálu, velikostí a tlakem trysky. Efektivita čištění se dosahuje pomocí vysoké kinetické energie.

Obrázek 2. *Povrch surového a tryskaného plechu*

2.2 Chemická předúprava [4], [5], [6], [42], [43]

Druhý zcela běžně používaný typ je předúprava na bázi chemikálii. Princip chemické předúpravy je od mechanického způsobu zcela odlišný. Technologie chemické předúpravy

vyžaduje buď postřikový nebo ponorový postup, kdy je předupravovaný materiál vkládán do chemických přípravků, případně je vystaven postřiku chemikálií. Mezi jednotlivými kroky této metody je důležitým technologickým krokem oplach. Zbytková chemie na povrchu dílu může způsobovat defekty na finálním laku. V oblasti chemických předúprav známe taktéž několik různých typů jako je odmaštění, fosfátování (železité, zirkonové, zinečnaté), nanotechnologie a mnoho dalších.

Fosfátové vrstvy jsou charakterizovány vznikem při chemické reakci roztoků fosforečnanů na povrch vstupního materiálu. Proces fosfátování má elektrochemickou a krystalizační fáze. V první fázi dochází k tvorbě velice tenké vrstvě amorfního fosfátu na základním materiálu. Podstatou je přeměna rozpustného dihydrogenfosforečnanu na nerozpustný hydrogenfosforečnan a fosforečnan kovu. V druhé fázi krystalizuje fosforečnan na povrchu materiálu. Do těchto metodik se často přidávají dusičnany, dusitany případně i chlornany jako urychlovače reakce. Pro své významné pórovité vlastnosti se užívá spíše jako podklad pro organické povlaky (nátěry), které na něm lépe ulpí. Fosfátové vrstvy chrání proti korozi a zároveň slouží i jako elektro-izolant. Po předúpravě materiálu fosfátováním je vhodné povrch dále upravit ještě impregnačními či nátěrovými hmotami. Fosfátování je běžně využívanou povrchovou úpravou hlavně u nelegovaných ocelí nebo jako podklad galvanicky zinkovaných ocelí.

NANO vrstvy se vytváří v lázních pomocí kyselin. Nejčastěji se využívají na již pozinkovaných materiálech ke zlepšení korozních vlastností. Galvanické zinkování a následná konverzní vrstva na materiálu je hojně využívaný protikorozní proces. Konverzní mezivrstva také zlepšuje přilnavost organických povlaků. Nejčastěji se využívají kyselé lázně. Hlavní složka je kyselina hexafluorozirkoničitá, hexafluorotitaničitá, kyselá oblast pH od 1 do 2,5. Vytvořená vrstva je směsí sloučenin se základním kovem. Vzniklé vrstvy mají vysokou tvrdost a pevnost, užívají se pro své ochranné vlastnosti a neporéznost. Nejčastěji se aplikují ponorem nebo postřikem, příp. poléváním či natíráním.

V diplomové práci jsou zahrnuty tyto systémy chemických předúprav: akalické odmaštění, železité fosfátování, zirkonové fosfátování, nanopasivace na bázi titanu a nanopasivace na bázi zirkonu. Poslední porovnávanou předúpravu je vlastní metodika předúpravy.

2.2.1 Alkalické odmaštění - Alod [7]

Proces alkalického odmaštění je založen na použití alkalického roztoku na bázi hydroxidu sodného případně draselného o koncentraci 8-20 g/l při pH 9-12. Jako podpora celého systému se do lázně s přípravkem přidává ještě tzv. detergent. Jedná se o tenzid na principu

jaru, který slouží jako podpora celého procesu odmaštění. V této technologii dochází pouze k odstranění nečistot, emulzí, případně olejů na povrchu dílů, které jsou na výrobku z prvotního zpracování bez jakéhokoliv následné reakce. Velká výhoda této metody oproti organickým odmašťovadlům spočívá v nehořlavosti, nižší ceně a účinnosti přípravku. Dále celková metodika odmaštění méně zatěžuje lidské zdraví. Mezi nevýhody přípravku patří omezenost odmaštění tvarově složitých dílů.

Aplikaci přípravku na výrobek je možno jak ponorovým systémem, kdy je výrobek ponořen do lázně, kde je nutné, aby roztok proudil. V lázni probíhá odmaštění v rozmezí 5-10 minut při teplotě kolem 60 °C. Přípravek reaguje s mastnotou, z čehož vzniká emulze, která se vlivem gravitace sama odstraní, nebo jí odstraní obsluha u členitějších předmětů. U lázně vyplouvá emulze nahoru, kde je odstraněna buď manuálně absorpčními polštáři, nebo automatickým odlučovačem oleje.

Druhá technika použití alkalického odmaštění je technologie postřiku. Teplota odmaštění se pohybuje okolo 60 °C. Díl je vystaven proudu postřiku přípravku a dochází k odstranění oleje z dílu. Regenerace lázně se provádí opět automatickými odlučovači, případně úpravou parametrů vany. Po odmaštění je nutné vzorek vždy opláchnout užitkovou a následně demineralizovanou vodou, aby došlo k dokonalému smočení dílu a odstranění zbytku chemického přípravku. V posledním kroku předúpravy se vzorek nechá vysušit při teplotě 90 – 150 °C v sušící peci. Následně je vzorek připraven na aplikaci systému barvy.

Obrázek 3. *Princip Alkalického odmaštění na testovacím plechu*

2.2.2 Železitý fosfát - Feph [8], [9]

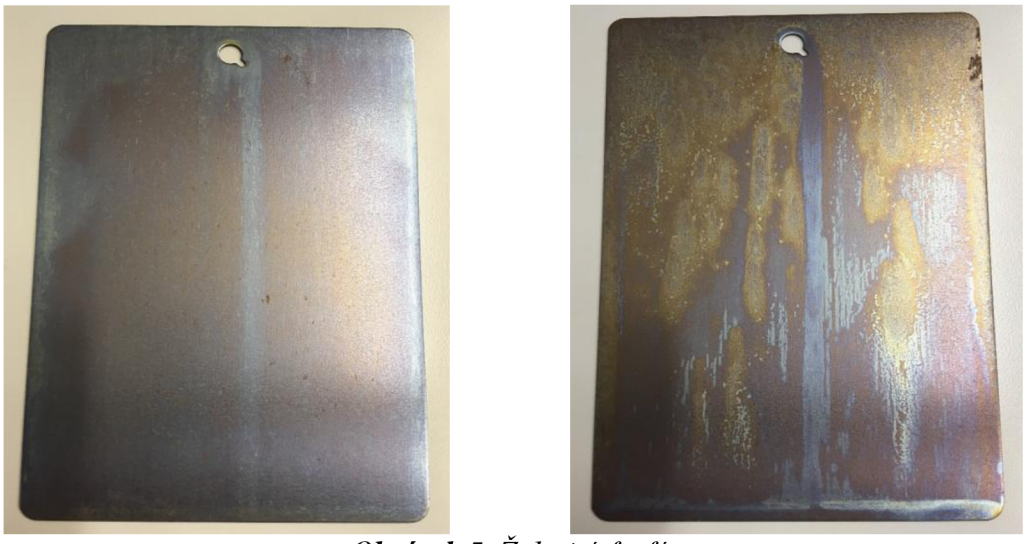
Fosfátování je proces odmaštění materiálu se součastnou tvorbou konverzní vrstvy na povrchu dílu. Nejlevnější a dosti využívaná forma je tzv. fosfát železitý. Při zařazení tohoto přípravku do předúpravy je po procesu fosfátování nutné díl opláchnout. Nejvíce se využívá třístupňový systém chemické předúpravy, kdy v prvním stupni probíhá fosfátování a v následujících stupních oplachování materiálu, viz obrázek 4.

Obrázek 4. *Technologie PPÚ Železitým fosfátováním*

Fosfátování na výrobek zavěšeného na dopravníkovém systému je prováděno nejčastěji postřikovým systémem v tunelové PPÚ. Základem procesu je kyselina fosforečná, která působí na kov. Při reakci vznikají nerozpustné fosforečnany, které jsou vázané do krystalické mřížky kovu a tvoří záporně nabitý iont. Tyto ionty vytváří na povrchu kovu tenkou vrstvičku fosforečnanu železnatého. Vzniklá vrstvička je velmi tenká a kompaktní. Plošná hmotnost této fosfátové vrstvy se pohybuje od 0,2 až 0,5 $g.m^{-2}$. Příliš silná vrstva fosfátu může způsobovat horší adhezi následného nátěrového systému v namáhaných místech. Barva povrchu dílu je závislá převážně na tloušťce vzniklé konverzi, která není po celé ploše rovnoměrná od šedomodré po zlatou, viz obrázek 5. Chemické složení lázně záleží na použitém kovu. Musí být dodržena předepsaná teplota, aby celý proces proběhl v celkovém rozsahu. Teplota lázně s přípravkem se musí pohybovat okolo ± 5-8 °C.

Důležitá je i kontrola technologických parametrů jako je pH, které musí být v rozmezí 5-7, dále se stanovuje koncentrace lázně právě proto, aby bylo vylučování fosfátu co nejefektivnější. Teplota a čas procesu fosfátování se redukuje za použití oxidačních činidel (dusičnany, chlorečnany). Postřikový čas se běžně pohybuje v rozmezí 1-5 minut a při teplotě okolo 50 °C. Tento způsob předúpravy se používá tam, kde nejsou materiály vystaveny silnému koroznímu účinku, protože tento přípravek se řadí do střední třídy kvality. S tímto procesem je spojena i nežádoucí tvorba kalu ve spodní části lázně. Tento kal následně snižuje

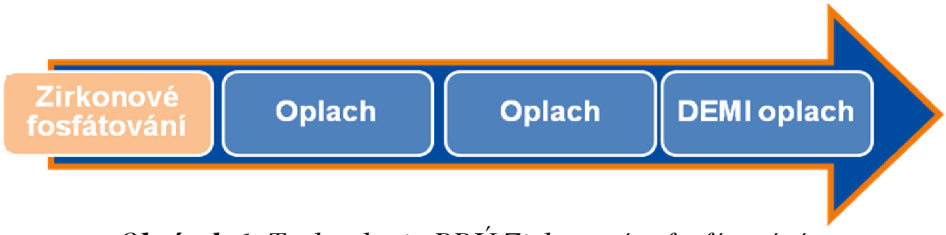
účinnost přípravku a ucpává trysky v postřikovém věnci. Proto je v této technologii důležité dbát na pravidelnou regeneraci van předúpravy. Po procesu fosfátování je nutné vzorek opláchnout a následně vysušit.



Obrázek 5. *Železitý fosfát*

2.2.3 Zirkonový fosfát Zrph [10], [44], [46], [51]

Oproti železitému je zirkonové fosfátovaní náročnější na proces operace. Jak z hlediska kontroly, tak i z pohledu náročnosti oplachového systému, viz obrázek 6.



Obrázek 6. *Technologie PPÚ Zirkonovým fosfátováním*

Základní nosný iont je zirkon, který je nutno hlídat, aby nedocházelo k příliš silné konverzní vrstvě. Jedná o nákladnější, ale průmyslově přístupnější metodu předúpravy povrchu dílu. Výrobek musí mít mikro krystalickou strukturu zrna. Korozní odolnost zirkonového fosfátu je oproti železitému vyšší a i díky tomu se využívá v exteriéru a automobilovém průmyslu. Při volbě této technologie musí být přidán oplachový stupeň navíc z důvodu vysokého přenosu vyloučeného zirkonu. S tímto technologickým problémem je spojena i častější výměna oplachových stupňů a zvýšení nákladů za vstupní vodu. Při tomto fosfátování se nevytváří kal. Vzniklá vrstva fosfátu má žlutou barvu, viz obrázek 7.

Obrázek 7. *Zirkonový fosfát*

Z provozních parametrů se hlídá pH (4-5), koncentrace a teplota přípravku v lázni. Po fosfátu je důležité vzorek opláchnout a následně vysušit ještě před samostatnou aplikací nátěrového systému. U současné době začíná zirkonové fosfátování zcela nahrazovat fosfátování železité převážně z ekologického hlediska.

2.2.4 Nanopasivace – NANOZr, Ti [11], [45]

Technologie fosfátování je v průmyslu možné nahradit tzv. nanopasivacemi, které jsou příznivější jak z pohledu provozních parametrů, tak i celkových nákladů. Velkou předností těchto přípravků oproti fosfátování je schopnost vytvářet konverzní povlaky již za laboratorních teplot. Tato metoda je založena na chemické reakci mezi kovem a prostředím. Celý proces odmaštění se současnou tvorbou konverzní vrstvy může být buď řízený, nebo samovolný. V obou případech vzniká na povrchu anorganická konverzní vrstva směrem dovnitř materiálu, která obsahuje složky kovu i prostředí. S vybranými přípravky budou vznikat na povrchu dílu vrstvy na bázi titanu nebo zirkonu. Hlavní nosnou složkou těchto pasivací je kyselina hexafluorová v kombinaci s příslušným kationtem. V této technologii je důležitá kontrola pH, koncentrace přípravku a expozice. Vytvořené vrstvy mají nažloutlý odstín, viz obrázek 8.

Obrázek 8. *Nanopasivace na bázi zirkonu*

V případě slabě vytvořené konverzní vrstvy může docházet ke ztrátě korozní odolnosti dílu, v opačném případě ke ztrátě adheze následného práškového systému. Kvalitativně jsou tyto pasivace téměř srovnatelné se zinečnatým fosfátem, který se řadí do špičky PPÚ. Technologicky se tvorba konverzní vrstvy zařazuje do systému předúpravy až za prvotní odmaštění dílu (případně železitý fosfát) a oplachový systém, viz obrázek 9. Následuje sušící stupeň a aplikace nátěru.

Obrázek 9. *Technologie PPÚ Nanopasivace*

2.2.4.1 Technologické srovnání předúprav

V průmyslovém měřítku se vždy volí daná PPÚ dle druhu zpracovaného materiálu, požadavku na kvalitu z hlediska korozní odolnosti a v neposlední řadě má vliv i cena technologie. Co se týče běžně používaného způsobu odmaštění (utěrka a benzín)

se cena a korozní odolnost nedá srovnávat s průmyslovými přípravky. S výběrem metody předúpravy je spojen i počet lázní potřebných na správný postup a s tím spojené i navýšení nákladů na celkový provoz. Technolog případně investor musí správně zvolit a vyhodnotit způsob předúpravy, viz tabulka 3.

Tabulka 3. *Technologické srovnání jednotlivých předúprav*

Technologie	Počet van	Korozní odolnost ISO 9227	Materiál
Alod	2°	max. 120	(Fe,poZn,Al)
Feph	3°	120 - 240	Fe (poZn,Al)
Zrph	3°	240 - 480	Fe,poZn,Al
NANO	4°	480 - 720	Fe,poZn,Al
Znph	7°	480 - 720	Fe,poZn

3 PRÁŠKOVÉ LAKOVÁNÍ [4],[6],[8], [12], [13], [14], [15]

Práškové lakování se začalo používat již ve druhé polovině minulého století. Jedná se o aplikaci práškových plastů na substrát a následným vypálením v peci při dodavatelem předepsané teplotě, obvykle 180 – 200°C. V peci nastane roztavení prášku, přechod do taveniny a přilnutí k lakovanému materiálu. Následně dojde k vytvrzení.

3.1 Technologie lakování

Při volbě nanášení nátěrových hmot je nutno dbát na důležité faktory, jako je velikost a tvar lakovaného dílu, požadavky na finální vlastnosti nátěru (vzhled, tloušťka, namáhání), kvalita povrchu (pórovitost, stupeň čistoty) a v neposlední řadě i celková cena za lakování.

3.2 Základní charakteristika práškových nátěrů [47]

Celková směs ve formě prášku obsahuje již zmiňované komponenty a oproti mokrým barvám ničím neředí ani se nijak před samostatnou aplikaci neupravují. Celková výtěžnost prášku při nanášení se pohybuje okolo 98 % (pokud je součástí technologie i recyklační jednotka). V současnosti se systém práškového lakování dostává do mnoha oborů díky své vysoké korozní odolnosti a celkovým vlastnostem. Při jakékoliv manipulaci a styku s barvou nehrozí žádné nebezpečí z pohledu VOC látek. Vlastnosti práškového systému lze

ovlivnit přídavkem specifických aditiv při výrobě. Následně lze nátěrové systémy rozdělit na interiérové, nebo exteriérové využití.

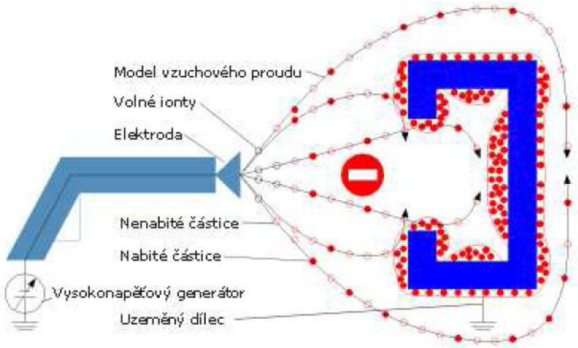
3.3 Aplikace [16], [19]

V průmyslu se pro aplikaci práškové barvy na díl využívá několik metod. Nejpoužívanějšími technikami nanášení jsou tzv. Corona a Tribo. Jedná se o techniky pro aplikaci využívající tlakový vzduch s nabíjením práškových částic. Celková aplikace spočívá v nabití prášku kladnými nebo zápornými ionty, které jsou vrhnuty na uzemněný díl. Třetí nejpoužívanější technika nanášení je označována jako „fluidní lože“. Jedná se o techniku opačného lakování, kdy je předehřátý díl vkládán do zásobníku s barvou.

3.3.1 Corona [19], [21], [48]

Aplikační technika zvaná Corona neboli – elektrostatické nanášení je v aktuálním průmyslovém měřítku nejpoužívanější způsob aplikace. Tato metoda aplikace byla použita v experimentální části této diplomové práce. Princip nanášení spočívá v nabíjení práškových částic pomocí elektrody vysokého napětí, která je umístěna na konci aplikační pistole, viz obrázek 10. Intenzita elektrického pole na hrotu trysky je vysoká a dochází k silné ionizaci okolního vzduchu. Vznikající ionty směřuji vysokou rychlosti k výrobku (cca 100 m/s) a tím si vytváří své vlastní elektrické pole. Takto záporně nabité ionty vzduchu prochází dráhou částic prášku, které mají nižší rychlost a zachytávají je na výrobku. Jakmile se záporný iont a prášková částice srazí, dojde k jejich spojení. Tento způsob nabíjeni je velmi rychlý a účinný (30 kg prášku za hodinu). I proto je tato metoda využívaná i v robotické aplikaci.

Nevýhoda této metody je, že vlivem silně vznikajícího elektrického pole podléhá efektu Faradayovi klece a tudíž není vhodnou aplikací pro tvarově složité dílce. V případě lakování dutin ve výrobku je nutné upravit celkové nabíjení prášku tak, aby se snížila intenzita elektrické pole na co nejnižší stupeň.



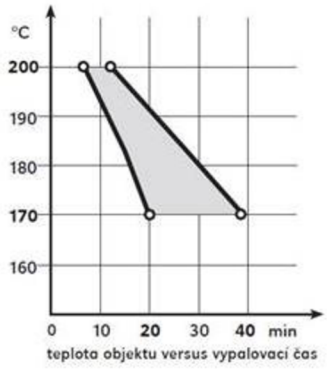
Obrázek 10. *Princip aplikace Corona*

3.4 Recyklace prášku [22]

Obrovská výhoda práškových nátěrových hmot je jejich vysoké procento recyklace (až 100 %). Při samostatné aplikaci je neadsorbovaný prášek veden zpět do práškového centra právě přes recyklační jednotku k dalšímu použití. Průmyslově se používají dva základní typy odlučovačů. První je cyklonový odlučovat zvavý „Cyklon“ a druhý typ odlučovače se nazývá „Cartridge“.

3.5 Vytvrzování nátěru [22], [23]

Naaplikovaný prášek na výrobku je pomocí dopravníkového systému vpraven do vytvrzovací pece. Dle konstrukce lze pece dělit na průběžné nebo komorové a dle použitého zdroje tepla na horkovzdušné a IR pece. Prášek se vlivem vysoké teploty dostane do fáze taveniny, spojí a zapeče se (chemicky zreaguje) do celistvé tvrdé vrstvy. Chemická reakce v tavenině způsobí zesíťování polymeru, což poskytuje povrchu odolnost vůči mechanickému porušování. Každý práškový nátěr má přesné vypalovací podmínky, které jsou specifikovány dodavatelem v technickém listu. Definovaná teplota je požadavek, který má daný díl dosáhnout a čas, který musí v peci strávit, aby se dosáhlo žádaného výsledného povrchu. Tyto parametry charakterizuje tzv. vypalovací okno, viz obrázek 11.



Obrázek 11. *Vypalovací okno vybrané práškové barvy*

Čas vypalování se pohybuje v rozmezí od 10 – 30 minut. Pokud by nebylo dosaženo žádaných parametrů, lak by se stal tzv. nevypáleným, zkřehl by a mohlo by nastat odlupování od materiálu. Po vychladnutí dílu je možná okamžitá montáž nebo následná expedice. Jednou vytvrzený povrch se už při dalším zahřívání neroztaví a nepoteče vlivem vzniku trojrozměrné molekuly polymeru.

4 NÁVRH EXPERIMENTÁLNÍHO ŘEŠENÍ

Jakákoliv vytvořená vrstva je charakteristická přilnavostí k základnímu materiálu. Jedná se o typické vlastnosti určující adhezivní a mechanické síly vztažené na jednotku plochy. Celková závislost je definovaná způsobem odlučování aplikované vrstvy od základního podkladu. Na zkušebních vzorcích se budou stanovovat jak parametry přilnavosti, tak odolnosti proti negativním činitelům. Stanovení stupně adheze nátěrového systému od základního materiálu a deformaci laku nám určí tyto mechanické zkoušky: mřížková, odtrhová a ohybová zkouška. Na všechny zmiňované zkoušky je primárně navázáno měření tloušťky aplikované vrstvy. Korozní odolnost nátěru nám určí zkouška neutrální solnou mlhou a pomocí SEM a EDS analýzy zjistíme charakteristiku vrstvy.

4.1 Stanovení tloušťky nátěru [24], [25]

Metoda měření tloušťky naneseného nátěrového systému stanovuje aktuální sílu vrstev povrchové úpravy (práškové barvy) v konkrétních místech. Tato zkouška je normovaná dle ČSN EN ISO 2360 a pracuje na principu metody vířivých proudů využívajících změnu amplitudy. Jedná se o metodu nedestruktivní. Na měření tloušťky existuje celá řada přístrojů a pro tento experiment byl použit tloušťkoměr označovaný jako Elcometer 456. Principem měření je metoda vířivých proudů, která spočívá v přiložení sondy na materiál s povlakem do předem zvolených částí dílu s následným vyhodnocením vrstvy v μm. Předpokládané hodnoty tloušťek na testovaných vzorcích by se měly pohybovat okolo 40-80 μm.

4.2 Mřížková zkouška [25], [26]

Na stanovení přilnavosti nátěrového systému k základnímu materiálu se používá normovaná Mřížková zkouška (ČSN EN ISO 2409). Zkouška je založena na proříznutí povrchové vrstvy nožem na sebe kolmými tahy až na základní materiál. Celý řez i potřebná sada na zkoušku, viz obrázek 12. Řezací nůž má přesný počet řezných zubů závisející na tvrdosti základového materiálu. Zvolení správné velikosti závisí na změřené tloušťce.

Pro vrstvy se v rozmezí od 0-60 μm používá řezák s označením 1. Znamená to, že mezi jednotlivými řeznými noži je odstup 1 mm. Pro tloušťky v rozsahu od 60-120 μm se využívá řezák s označením 2. Odstupy mezi noži jsou 2 mm. Pro tloušťku na základním materiálu v rozmezí od 120-200 μm se používá řezák s označením 3. Odstupy mezi noži 3 mm.

Na řezném nástavci se může nacházet buď 6 řezných zubů pro tvrdé a kovové materiály, případně až 11 zubů pro středně tvrdé materiály. Tato metoda je určena pro měření přilnavosti povlaku s celkovou tloušťkou menší než 250 μm nebo pro nátěry se strukturou. Pro nátěrové systémy, kde aplikační vrstva převyšuje 250 μm, se pro stanovení používá metoda křížového řezu.

Po provedení řezu vrstvou se dané místo očistí kartáčkem a následně se přilepí předepsaná adhezivní páska, která se odtrhne. Kvalita nátěru se hodnotí po odtržení pásky.

Ve finále se dle obrázkových kategorií v normě určí stupně přilnavosti:

0: Nedošlo k žádnému odloupnutí povlaku.

1: Nařezané čtverečky pevně drží na základním materiálu, okraje řezu jsou ostré a hladké.

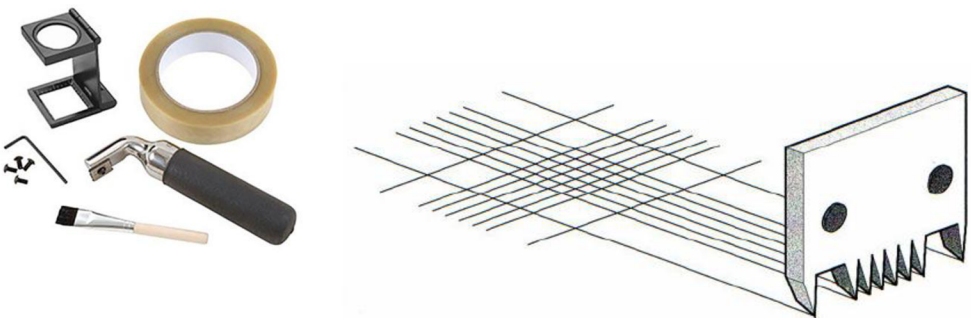
2: Čtverečky pevně drží na podkladu, okraje řezu jsou neostré a roztřepené (porušení max. 5 % plochy).

3. Čtverečky v mřížce jsou náhodně odloupnuty od základního materiálu (porušení 5-35 % plochy).

4. Cca polovina čtverečků je odloupnutá od podkladu, v čárách řezu mimo mřížku drží pevně.

5. Většina čtverečků je odloupnuta, nátěr se zvedá a odlupuje se v pruzích, již při prvním rovnoběžném řezu.

Pro přesnější vyhodnocování zkoušky se používá mikroskop.



Obrázek 12. *Sada pro Mřížkovou zkoušku*

4.3 Odtrhová zkouška [24], [26]

Stanovení odtrhu je metoda využívaná pro kovové a práškové laky sloužící k určení přilnavosti jednotlivých vrstev při namáhání smykovými silami. Stanovení se provádí pomocí tzv. panenky, která je dvoufázovým lepidlem přilepena na lakovaný povrch. U lepidla je důležité, aby mělo vyšší pevnost než spoj mezi materiálem a lakem. Po uschnutí

a vytvrdnutí lepidla se částečně vybrousí okraj okolo panenky, aby došlo k rozdělení povlaku pod panenkou a mimo ni. Následně je proveden odtrh panenky pomocí přístroje se stupnicí, na kterém se odečte maximální hodnota vyvinutého tahu pro odtržení.

Zkouška nezahrnuje tloušťku povlaku, která má významný vliv na výsledky zkoušky. Neuvažuje o žádném smíšeném lomu adhezního a kohezního porušení. Velikost zkušební panenky zásadně ovlivňuje celý průběh a výsledek zkoušky, a proto se k měření používá panenka o průměru 20 mm.

4.4 Ohybová zkouška [27], [28]

Ohybová zkouška je nejdůležitější ze zkoušek mechanických vlastností materiálu. Podle chování ohýbaného povlaku můžeme celkový nátěr rozdělit na houževnatý a křehký. V případě houževnatého povlaku dochází k prohnutí, ale výsledný nátěr není porušen. Co se týká křehkého povlaku, v určitém ohybu dochází k prasknutí zkušebního nátěru. Ohybová zkouška se řadí mezi zkoušky statické a spočívá v jednoduchém principu, kdy je testovaný plech vložen do zavíracích svorek v přístroji s následným ohybem přes předem zvolený váleček. Velikost vloženého válečku se mění až do dosažení nejmenšího válce, u kterého dojde k porušení povlaku. Po provedení testu se hodnotí, zda došlo k prasknutí nátěru či nikoliv. Zkouška ohybem se řídí dle ČSN EN ISO 1519, kde je celý postup a princip detailně vysvětlen.

4.5 SEM analýza [28], [29], [30], [31], [49]

SEM (Scanning Electron Microscope) je metoda označovaná také jako rastrovací elektronová mikroskopie. V určitých případech je možné tuto metodu považovat za analogii světelného mikroskopu, ale obrovskou výhodou SEM oproti světelnému mikroskopu je jeho velké rozlišení. Principiálně tato metoda spočívá v detekování sekundárních elektronů emitovaných preparátem po interakci s primárním svazkem elektronů, kdy je primární svazek elektronů soustředěn do velmi malého bodu a skenuje povrch řádek po řádku.

U této metody se objevuje dojem reliéfu, který vzniká různou intenzitou vyrážení sekundárních elektronů vůči primárnímu paprsku a také tím, že elektrony z odvrácených ploch reliéfu dopadají na detektor s menší pravděpodobností než elektrony z ploch přikloněných k detektoru. Vznikají zde také přesvětlená místa, nejvíce na hranách a ostrých výčnělcích preparátu. Jednak je to způsobeno tím, že se z těchto hran snadněji uvolňují elektrony než jinde na preparátu, a jednak za to může elektrostatické nabíjení preparátu. Tomu se dá předejít dostatečným pokovením vzorku.

V případě kvality obrazu je hodnocená rozlišovací schopnost, která je definovaná jako nejmenší vzdálenost mezi dvěma body nebo mezi dvěma čárami, které lze rozlišit jako dva různé obrazy až do chvíle, kdy dojde k optickému splynutí obou bodů. Rozlišovací schopnost je závislá na velikosti vlnové délky elektronů podmíněné menší vlnovou délkou než viditelné světlo a lze ji vypočítat pomocí vzorce 1:

Vzorec 1:

$$\Delta = \frac{\lambda}{n \times sin\alpha} \; [nm]$$

kde je λ vlnová délka použitého záření n. Sin α je numerická apertura. Rozlišovací schopnost u SEM se pohybuje podle použitého urychlovacího napětí řádově v nm.

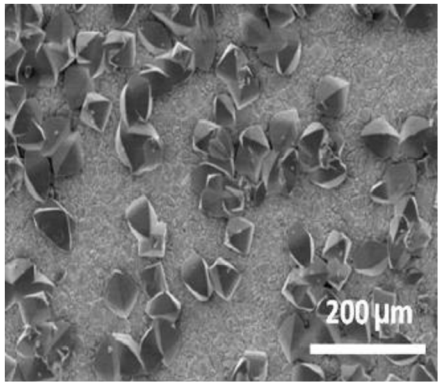
Zvětšení mikroskopu Z_m, je poměrem rozlišení na obrazovce a rozlišení vztaženého na předmět (stopy elektronového paprsku na vzorku) a lze je vypočítat pomocí vzorce 2:

Vzorec 2:

$$Z_m = \frac{d_0}{d_m} \; [m]$$

kde **d_o** je rozlišení na monitoru

d_m je rozlišení vztažené na předmět



Obrázek 13. *Snímek SEM analýzy*

4.6 EDS analýza [41], [49]

EDS - Energiově disperzní spektroskopie (energy dispersive spectroscope) je metoda založena na využití speciálního senzoru, který vytváří elektrické pulzy při kontinuálním dopadu rentgenového záření na aktivní plochu s následným generováním spektra prvků. Detektor se skládá z několika částí kolimátoru, elektronové pasti, okénka, senzoru (krystalu), FET tranzistoru a chladiče detektoru.

Bariérou pro vakuum uvnitř detektoru představuje tzv. okénko, které je drženo na nejvyšší možné úrovni pro rentgenové záření o nízké energii. Okénko se může skládat ze dvou základních materiálů. První z nich je beryllium (Be), které má charakter robustního materiálu ovlivňující absorpci rentgenového záření o nízké energii a tím pádem je možné detekovat pouze prvky s vyšší elektronegativitou než právě beryllium. Druhým typem základního materiálu jsou sklíčka na polymerní bázi.

Nejvýznamnější část detektoru představuje senzor, který převádí rentgenové záření na elektrický náboj o odpovídající energii. Zcela běžně se využívají dva typy senzorů, Si (Li+) detektor a SDD detektor.

4.7 Korozní testy [32]

Pro celkové vyhodnocení účinnosti povrchových úprav je nutné zahrnout všechny složky korozního systému. Jakákoliv příčina znehodnocení povlaku musí vycházet ze znalosti interakce základního materiálu a jeho součinnosti s předúpravou a konečným nátěrovým systémem.

Z pohledu zkoušení, vyhodnocení mechanismu a korozních procesů se jedná o časově náročné zkoušky. Z tohoto důvodu se na zjišťování chování procesu provádí modelové řešení s využitím simulačních podmínek, které by mohli mít hlavní vlivy na korozní proces. Tyto informace po simulaci jsou brány pouze jako orientační, protože nelze zahrnout všechny vlivy a také čas interakce prostředí a materiálu. Ukázkové zkoušky se využívají na posuzování kvality kovových materiálů, povrchových ochran a ke stanovení pravděpodobných příčin ovlivňujících korozní proces. Celosvětově je pro relativní posouzení systému uznávaná zkouška v umělých atmosférách, tedy v solné mlze.

4.7.1 Korozní zkoušky v umělé atmosféře [32]

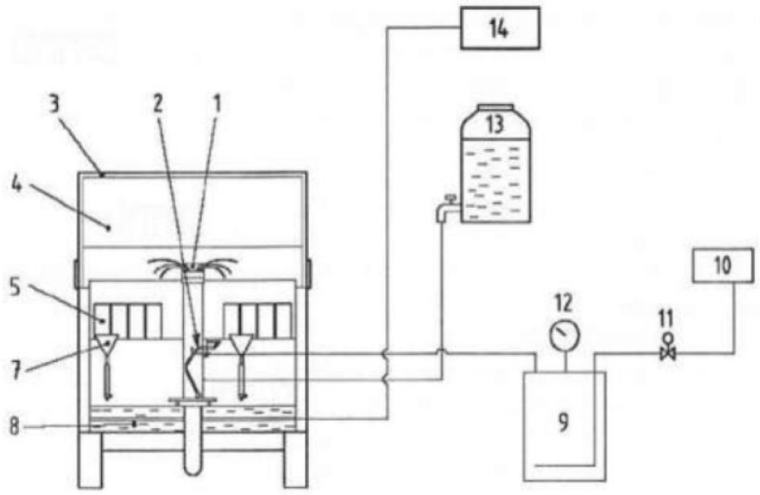
Korozní zkoušky v umělých atmosférách jsou prováděny dle normy ČSN EN ISO 9227. V této normě je popsáno zařízení, potřebná chemie a postup zkoušky. Tato ISO norma

popisuje všechny korozní testy, které se provádí neutrální solnou mlhou, okyselenou solnou mlhou a okyselenou solnou mlhou s přídavkem chloridu měďnatého. Všechny zkoušky posuzují korozní odolnost kovových materiálů s dočasnou nebo trvalou protikorozní ochranou nebo případně i bez ní.

Nejvíce a zcela běžně používaná zkouška neutrální solnou mlhou (NSS) je nejčastěji využívána pro kovy a jejich slitiny, dále pro kovové povlaky (katodické i anodické), konverzní povlaky, anodické oxidované povlaky a organické povlaky na kovových materiálech. Tuto zkoušku jsem si vybral pro otestování vzorků v této diplomové práci.

Další zmiňované zkoušky - okyselenou solnou mlhou (AASS) a okyselenou solnou mlhou s přídavkem chloridu měďnatého (CASS) jsou převážně vhodné zejména pro zkoušky dekorativního povlakování, např. nikl-chrom nebo měď-nikl-chrom. Dále jsou vhodné pro zkoušení anodických a organických povlaků na hliníku.

Znázornění konstrukce solné komory pro všechny tři typy zmiňovaných zkoušek, viz obrázek 14.



Obrázek 14. *Schematické znázornění konstrukce solné komory*

Legenda: 1- věž na rozprašování mlhy, 2 – rozprašovač, 3 – víko, 4 – zkušební komora, 5 – zkušební vzorek, 6 – držák zkušebního vzorku, 7 – sběrací zařízení, 8 – komora, 9 – sycení vzduchu, 10 - kompresor vzduchu, 11 - solenoidový ventil, 12 – tlakoměr, 13 – nádrž na zkušební roztok, 14 – regulace teploty, 15 – úprava vypouštěné solné mlhy, 16 – odtah vzduchu, 17 – úprava odpadní vody, 18 – odpadní nádrž, 19 - topení

4.7.2 Vyhodnocení koroze [33]

Pro úspěšné splnění jednotlivých požadavků kvality, je nutné využít různá kritéria hodnocení zkoušek. Buď se může jednat o hodnocení hmotnostních změn, to znamená, že je rychlost koroze určovaná z rozdílu hmotnosti před a po expozici. Případně druhou variantou pomocí metalografického hodnocení. Způsob vyhodnocení spočívá ve vizuální kontrole vzorku. Používá se ke stanovení charakteru, rozmístění, tvaru a hloubky korozního napadení na testovaných vzorcích. Následně jsou vzorky odebrány z části provozního zařízení pro zvětšení na mikroskop.

Princip vyhodnocování vzhledových transformací je založen na vizuálním hodnoceni povrchu vzorku napadeného korozi jednak s korozními produkty a následně i po jejich odstranění.

Vyhodnocení rozměrových změn je způsob spočívající v určování změn tloušťky vzorku nebo stěny zařízení.

4.7.3 Vyhodnocení degradace nátěru [34], [35], [36], [37]

Do experimentální části své diplomové práce jsem zahrnul i hodnocení dle normy ČSN EN ISO 4628, která je složena z deseti částí a popisuje hodnocení degradace nátěrů. V této práci budou využity pouze tři konkrétní části, které jsou většinou žádané zákazníky pro hodnocení po korozních zkouškách v rámci vnitropodnikových norem.

Konkrétně se jedná o ČSN EN ISO 4628-2 - hodnocení stupně puchýřkování, ČSN EN ISO 4628-3 - hodnocení stupně prorezavění a ČSN EN ISO 4628-8 - hodnocení stupně delaminace a koroze v okolí řezu nebo jiného umělého defektu.

Pro stanovení stupně puchýřkování se používá klasifikační číslo, které charakterizuje puchýřkování nátěrového systému pomocí množství (hustoty) a velikosti puchýřků. Množství a velikost puchýřků v nátěrovém systému je hodnoceno dle obrazových standardů, které jsou uvedeny v již zmiňované normě. K vyhodnocení prorezavění se používá klasifikační číslo, které charakterizuje stupeň prorezavění nátěrového systému. Vyhodnocení probíhá pomocí obrazových standardů uvedených ve výše zmiňované normě. Vyhodnocení stupně delaminace a koroze se stanovuje ihned po expozici vzorků v solné komoře. Po vyjmutí zkušebního vzorku z komory je vzorek nejprve opláchnut vodou a uvolněný nátěr je opatrně odstraněn čepelí nože, lepicí paskou případně i stlačeným vzduchem. Pro další fázi hodnocení se používá přesně kalibrované posuvné měřítko, kdy je stanovena celková šířka oblasti

delaminace na náhodně vybraných šesti místech rovnoměrně rozložených podél řezu. Stejný způsob je použit na měření celkové šířky oblasti koroze. Pomoci vzorců 3 a 4 je stanovena průměrná šířka oblasti delaminace a koroze v okolí řezu:

Vzorec 3:

$$x = \frac{a+b+c+d+e+f}{6}$$

Vzorec 4:

$$y = \frac{x-w}{2}$$

kde *x* označuje průměrnou celkovou šířku delaminace nebo koroze, *y* značí rozsah delaminace případně koroze, *w* je šířka původního řezu nebo různého uměle vytvořeného defektu v milimetrech a *a, b, c, d, e, f* jsou výsledky jednotlivých měření delaminace a koroze. Pro realizaci hodnocení stupně delaminace a koroze je nezbytné před samotnou zkouškou v uměle atmosféře provést i řez dle normy ČSN EN ISO 17872 Nátěrové hmoty – Návod k provedení řezů povlakem na kovových vzorcích pro korozní zkoušky pomocí řezného nástroje.

4.8 Potenciodynamická polarimetrie [58]

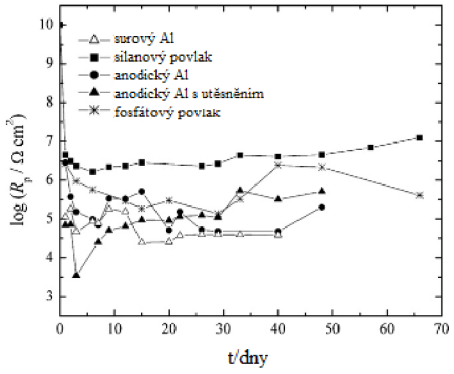
Potenciodynamická polarizace je metoda stanovující vliv povrchové úpravy ocelového materiálu a hliníkových slitin na korozní charakteristiky. Tato zkouška znázorňuje závislost proudové hustoty na korozním potenciálu vůči referenční metodě. Během stanovení dochází k postupné změně elektrodového potenciálu anodickým případně katodickým směrem. Tyto směry určuje charakteristické chování stanovovaného vzorku. Následně je pomocí programu vyhodnocena tzv. potenciodynamická polarizační křivka, ve které jsou znázorněny hodnoty korozního potenciálu E_{kor}, korozní proudová hustota i_{kor}. Tyto parametry jsou uvedeny v tabulce u každého stanoveného vzorku v kapitole 6.7. Z těchto hodnot je možné vypočítat i rychlost koroze v_{kor}.

Parametr E_{kor} indikuje ustálený stav studovaného systému. To znamená, že různé korozní reakce předpokládají konstantní rychlost. Doba korozní reakce dosáhnout ustáleného stavu se může lišit. U některých reakcí se pohybujeme v řádu minut, zatímco jiné mohou trvat

až několik hodin. I_{kor} stanovuje korozní proudovou hustotu, kdy anodický proud odpovídá oxidaci kovu. Nelze měřit přímo, ale je možné ho odhadnout pomocí elektrochemických technik. V reálném systému je i_{kor} a v_{kor} funkcí mnoha systémových proměnných např.: teploty, použitého druhu kovu a složení roztoku.

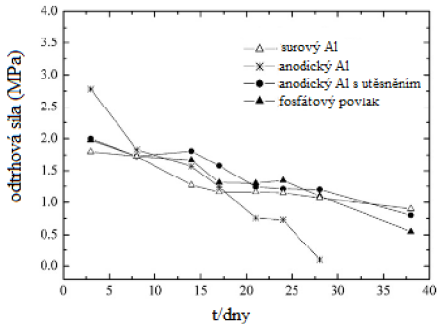
4.9 Současný výzkum zkoumané problematiky

Vliv předúpravy povrchu hliníku na korozní stabilitu a přilnavost práškového povlaku studoval ve své práci J.B. Bajat a kolektiv [53]. Testování proběhlo na vzorcích z hliníkové slitiny AA6060 (0,45% Si; 0,42%; 0,22% Fe; 0,019% Mn; 0,012% Zn; 0,002% Cu) potažené polyesterovým povlakem 60 ± 5 mikronů. Hliníkový povrch byl předem odmaštěn v čistícím roztoku při teplotě 50 °C po dobu 5 minut při pH 9,5. Následně proběhlo několik metodik předúprav povrchu: anodizace hliníku, anodizace s utěsněním, tvorba fosfátového a silanového povlaku. Fosfátový povlak byl vytvořen ponořením testovaného vzorku do roztoku obsahující NaOH, H_3PO_4 a NaF při 60 °C, pH 3,8 po dobu 5 minut. Silanový povlak potom do přípravku Alficoatu 770/771 při teplotě 20 °C po dobu 1 minuty s následným oplachem a vzorku při teplotě 120 °C. Po jednotlivých předúpravách byl na vzorky aplikován práškový epoxidový nátěrový systém s následným vytvrzením při teplotě 190 °C po dobu 20 minut. Adheze na vzorcích byla stanovena pomocí odtrhové zkoušky, následoval NMP test a elektrochemická impedanční spektroskopie (EIS). Před samostatným měřením přilnavosti nátěru pomocí odtrhové zkoušky byly zkušební vzorky ponořeny do 3% NaCl po dobu 40 dnů z důvodu vlivu korozního činidla na adhezi. Při druhé zkoušce adheze byly vzorky vystaveny NMP (N-ethyl-2-pyrrolidonu) při teplotě 60 °C do doby odleptání nátěrového systému. Před stanovením impedance pomocí EIS byly vzorky vystaveny 3% NaCl po dobu 65 dnů podobně jako u odtrhové zkoušky. Následně byla stanovena impedance ve frekvenčním rozsahu 100 kHz až 10 mHz s využitím střídavého potenciálu amplitudy ± 5 mV. Nejvyšší hodnoty korozní odolnosti a nejnižší hodnoty kapacity povlaku byly stanoveny pro polyesterový povlak na hliníku předupraveném silanovým povlakem, což predikuje lepší korozní stabilitu tohoto ochranného systému ve srovnání s ostatními metodami, viz obrázek 15.



Obrázek 15. *Časová závislost korozní odolnosti pro polyesterové povlaky R_p, na různých předúpravách Al povrchu, během expozice 3% NaCl*

Při testování jednotlivých povlaků v NMP rozpouštědle vykazoval nejlepší výsledky opět hliníkový materiál se silanovým povlakem, nejhorší výsledky tohoto testu byly zaznamenány na surovém hliníku bez jakékoliv předúpravy. Odtrhová zkouška byla stanovena dle ISO 4624, jak na mokrém, tak na suchém povlaku. Z naměřených výsledků, viz obrázek 16, vyplývá závěr, že fosfátový povlak zpočátku vytvářel silné vazby s polyesterovými nátěry, které však nebyly v korozivním prostředí stabilní a po časovém období docházelo k rapidnímu snížení přilnavosti. U ostatních variant PPÚ byla stanovena tendence snižování adheze po určitém časovém období také, ale pozvolnějšího charakteru než u fosfátového povlaku.

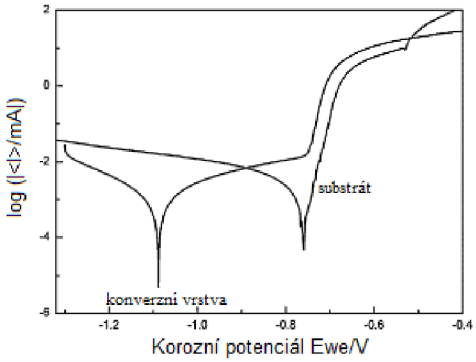


Obrázek 16*. Závislost odtrhové síly na čase*

Sinha a Feser [54] se zabývali elektrochemickým nanášením fosfátových povlaků na povrchy měkké a nerezové ocele. Tento systém povlakování ocelového materiálu aplikovali za účelem zvýšení korozní odolnosti, zvýšení mazacích vlastností a zlepšení tváření za studena. Vytvoření homogenního povlaku na povrchu oceli zahrnoval tři technologické stupně. Čištění vzorku oceli ponořením do roztoku alkalického přípravku pro odstranění mastnoty a jiných nečistot, aktivaci povrchu vzorku ponořením do suspenze obsahující

Ti-fosfát Parcolene Z2 o koncentraci 2 g/l při laboratorní teplotě na dobu 1 minuty pro vytvoření nukleačního místa pro depozici fosfátu a finální elektrochemické povlakování za použití elektrolytu obsahující ZnO, H_3PO_4 a NaOH při teplotě 65 °C po dobu 3 minut, kdy docházelo k vysrážení fosfátu na povrchu vlivem elektrického pole. Ze stanovení SEM a EDS metod bylo zjištěno, že povrch vzorků tvořil trikationtový fosfát (Zn, Fe, Ca). U předúpravy měkkých ocelí bylo fosfátování provedeno za použití střídavého proudu, které naleptalo ocelový podklad s následným vytvořením fosfátové vrstvičky. Povrchové struktury připravené tímto způsobem byly složeny z malých kubických krystalů trikationtového fosfátu, které doplnili drobné jehlicovité krystaly zinečnatého fosfátu. Proces povlakování fosfátovou vrstvou zvýšil u oceli odolnost proti korozi a celkové vlastnosti povrchu. U vzorků z nerezové ocele byl do roztoku elektrolytu přidán vápník, což způsobilo potažení povrchu substrátu bez použití střídavého proudu.

Přípravou a vlastnostmi bezchromového barevného konverzního nátěru na bázi Ti/Zr na hliníkové slitině se zabýval Aihua, Yi a kolektiv [55]. Jako vstupní materiál zvolili hliníkovou slitinu AA6063. Vzorky byly odmaštěny ve směsném roztoku NaOH a Na_3PO_4 po dobu 2 minut. Následně byla provedena konverze v přípravku obsahující titan a zirkon s přídavkem kyseliny tříslové a fluoridem sodným jako katalyzátorem reakce. Kyselina tříslová obsahuje hydroxylové skupiny v orto poloze a tím může docházet k reakci s ionty kovu za vzniku organicko-kovového komplexu. Po předúpravě vzorků byly stanoveny výsledky pomocí SEM, EDS, XPS a FTIR. Dále byla provedena potenciodynamická polarizační analýza na korozní charakteristiky povlaku. Výsledky všech analýz odhalily, že hlavní složkou konverzního povlaku byl Na_3AlF_6 s organickými komplexy Ti a nižším zastoupením $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$, TiO_2 a TiF_4. Koncentrace fluoridových iontů se zvyšovala přídavkem katalyzátoru, který měl za úkol rozpouštění Al_2O_3 na povrchu hliníkového materiálu pro snadnou reakci a vytvoření povlakového komplexu. Část hliníkového substrátu se rozpustila s následným vytvořením krystalu Na_3AlF_6. Vzniklé krystaly rostly s časem a vzájemným propojováním vznikla konverzní vrstva na substrátu. Z korozní charakteristiky pak vyhodnotili snížení hodnot i_{cor} i E_{cor}, viz obrázek 17.

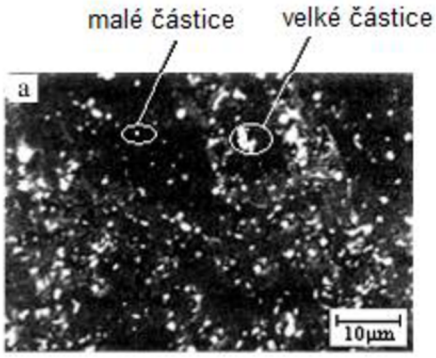


Obrázek 17. *Závislost korozního potenciálu na proudové hustotě*

Dunham Bruce [56] se zabýval provozním srovnáním předúpravy na bázi oxidu zirkoničitého, jako náhrady předúpravy za železité a zinečnaté fosfátování. Provedl srovnávací analýzu několika druhů materiálů (ocel, galvanizovaná ocel, hliník) z různých technologických i mechanických hledisek. Hlavními aspekty srovnávání byla korozní odolnost, adheze, provozní parametry i ekologická stránka metody. Z ekologického hlediska se jednalo o nejšetrnější metodu, která nenarušuje ekosystém, převážně z bezfosfátové přítomnosti. Technologickou předností zirkonové předúpravy oproti fosfátování byla provozní teplota. Bruce v této práci potvrdil skutečnost, že je tato metoda funkční i za provozních teplot bez jakéhokoliv tepelného ohřevu. Tímto aspektem se zirkon dostal do popředí i z pohledu ušetření za energie. Z výsledku tohoto experimentu vyplývá, že zirkonový přípravek je multimetalický. Na všech zkoumaných materiálech byly stanoveny dobré až excelentní korozní výsledky hlavně oproti fosfátu železitému. K porovnání přilnavosti vzniklého zirkonového povlaku na základním materiálu provedli sérií mřížkových a odtrhových testů, ve kterých měl zirkonový povlak také nejlepší výsledky. Z provozních parametrů stanovili další přednosti této varianty předúpravy jak z pohledu snadného použití, tak i z pohledu celkových nákladů. Při tvorbě zirkonového povlaku nevzniká oproti fosfátům žádný kal, tím pádem je tato varianta spořivá i k provoznímu zařízení (trysky, čerpadla atd.). Další srovnávací parametr byla aplikace, ve které bylo zjištěno, že je tento přípravek vhodný jak pro ponorovou, tak i postřikovou technologii. Z výsledků vyplývá, že se jedná o nejšetrnější variantu předúpravy k životnímu prostředí vzhledem k jeho složení, aplikačním podmínkám i snadnému zpracování odpadu.

Zhang a kol. [57] zkoumal alternativní řešení náhrady dusičnanů ve fosfátové předúpravě oxidem ytritým pro přípravu fosfátu zinečnatého na hliníkové slitině. Oxid ytritý plnil v reakci funkci katalyzátoru. Testování bylo provedeno na vzorcích slitiny 6061-Al o velikosti

50 mm x 25 mm x 1 mm. Všechny vzorky byly před samotnou předúpravou mechanicky vyleštěny brusným papírem P3000 do podoby zrcadlového povrchu s následným oplachem v acetonu, metanolu a finálním vysušením. Hlavním krokem experimentu byla předúprava vzorků ponořením do fosfátové lázně, při teplotě 40 °C a pH 3 na 60, 120 až 600 sekund. Hlavní fázi vytvořeného povlaku byl hopeit a kovový zinek. Morfologie vzniklého povlaku byla silně ovlivněna přítomností Y_2O_3. Oxid ytritý způsobil tvorbu menších krystalů a umožnil vytvoření spojitější vrstvy za současného vzniku krystalu zinečnatého fosfátu, který je nerozpustný. OCP (Potenciál otevřeného obvodu) metody prokázal, že přídavkem 20 mg/dm^{-3} Y_2O_3 bylo dosaženo stabilního korozního potenciálu za kratší časový úsek. To mělo za důsledek urychlení celého fosfátovacího procesu. Přítomnost malých krystalických částic potvrdila i SEM analýza, viz obrázek 18.



Obrázek 18. *SEM analýza*

5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část se zaměřuje na vybrané typy povrchových úprav a jejich specifika jsou vytvořena na základě požadavků výrobce. Cílem experimentu je porovnání šesti odlišných povrchových úprav. Prvních pět metod předúprav jsou běžně používané v průmyslových lakovacích linkách tak, aby vykazovaly optimální charakter celého procesu. Poslední metoda předúpravy je mnou navržena a ve finále porovnána s průmyslovými přípravky. Použité přípravky pro lázně předúpravy jsou určeny pro protikorozní ochranu jak ocelových, tak i hliníkových a pozinkovaných materiálů. Výhody jednotlivých přípravků jsou shrnuty v závěru. Bude se jednat o přípravky, které pouze odmašťují povrch dílu, případně zároveň ještě vytváří tzv. konverzní vrstvu. Názvy použitých přípravků není možné z důvodu zájmu průmyslového dodavatele uvádět. Pro přípravu lázní se využívá demineralizovaná voda. Charakteristika provozních parametrů daného typu předúpravy je specifikovaná v technickém listu, podle kterého jsou lázně na předúpravy připraveny. Následně bude provedena aplikace práškové barvy v průmyslové lakovně pomocí automatického aplikačního zařízení.

5.1 Přístroje a pomůcky

- řezná pila Struers Discotom-6
- vrtačka
- světelný mikroskop Axio Observer Z1M
- elektronový mikroskop Zeiss EVO LS-10 (Carl Zeiss Ltd., Cambridge, UK) s energiově disperzním spektrometrem (OXFORD Instruments X-MAX 80 mm^2, Abingdon, UK), přístroj na stanovení potenciodynamiky
- laboratorní sklo
- tloušťkoměr (Elcometer 456)
- mřížková zkouška
- odtrhoměr
- ohyboměr

5.2 Použité chemikálie

- kyselina sírová (96 %)
- kyselina fluorovodíková (49–51 %)
- hydroxid sodný (mikroperly)
- destilovaná (demineralizovaná) voda
- etanol (96 %)
- komerční přípravek na odmaštění povrchu (na bázi hydroxidu draselného)
- komerční přípravky na fosfátování povrchu (na bázi kys. fosforečné, tetrafluoroborité a hexafluorozirkonové).

5.3 Příprava vzorků

Všechny vzorky byly před samostatnou PPÚ zdrsněny pomocí brusného papíru P220 a následně prvotně odmaštěny v komerčním přípravku STAR. Celková koncentrace přípravku na prvotní odmaštění byla ředěna na 5 % dle specifikace dodavatele. Z prvotního zdrsnění plechu, viz obrázek 19, je patrná změna reliéfu povrchu testovaných vzorků.

Obrázek 19. *Testovaný vzorek oceli EN 10 130 (vlevo) a hliníku Al 99,5 (vpravo)*

5.4 Příprava a parametry lázní na jednotlivé metody PPÚ

Všechny lázně byly nasazeny na celkový objem 8 litrů do plastové vaničky, ve které docházelo i k ohřevu lázně a samostatné předúpravě testovaných plechů, viz obrázek 20. Jednotlivé vzorky byly ihned po ponorové předúpravě vysušeny pomocí vzduchového vysoušeče.

Obrázek 20. *Lázeň předúpravy*

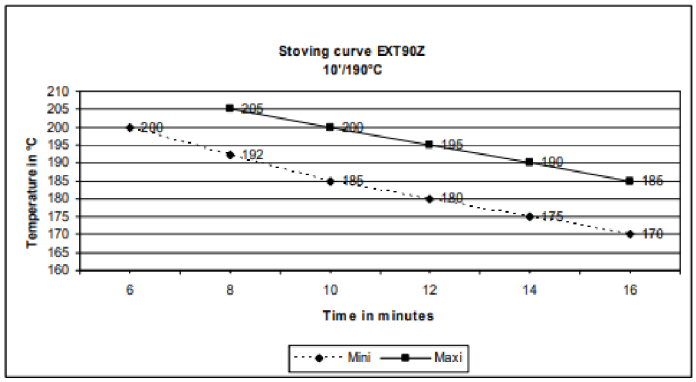
5.5 Stanovení Potenciodynamické polarizace

Po provedení všech metodik PPÚ byly z testovaných plechů odstřiženy kousky plechu s danou předúpravou pro následné stanovení potenciodynamiky. U každého vzorku se i vzhledem ke statistice prováděly vždy tři stanovení.

5.6 Aplikace práškového nátěrového systému

Předúpravené vzorky byly následně do šestnácti hodin zalakovány práškovým nátěrovým systémem podle specifikací daných dodavatelem. Samotná aplikace byla provedena v průmyslové lakovně, ve které se vzorky následně i vypalovaly. Nanesená prášková barva nese označení EXT90Z. Jedná se o polymerní práškovou barvu výhradně k venkovnímu využití s vysokým stupněm lesku 70 ± 10 GU, významnými mechanickými vlastnostmi a světle šedou barvou, viz obrázek 21. Celková charakteristika procesu vypalování tohoto typu barvy je definovaná vypalovacím oknem, viz obrázek 22. Parametry aplikace prášku na vzorky byly standardně zvoleny práškovou lakovnou. Vzorky strávily dvanáct minut ve vypalovací peci při teplotě 190 °C, což koreluje s předepsanými podmínkami od výrobce. Výsledná vytvrzená vrstva na vzorcích se pohybuje v rozmezí 40-80 mikrometrů.

Obrázek 21. *Vzorek s aplikací práškového systému*



Obrázek 22. *Vypalovací křivka práškové barvy EXT90Z*

5.7 Pozorování pomocí SEM s EDS

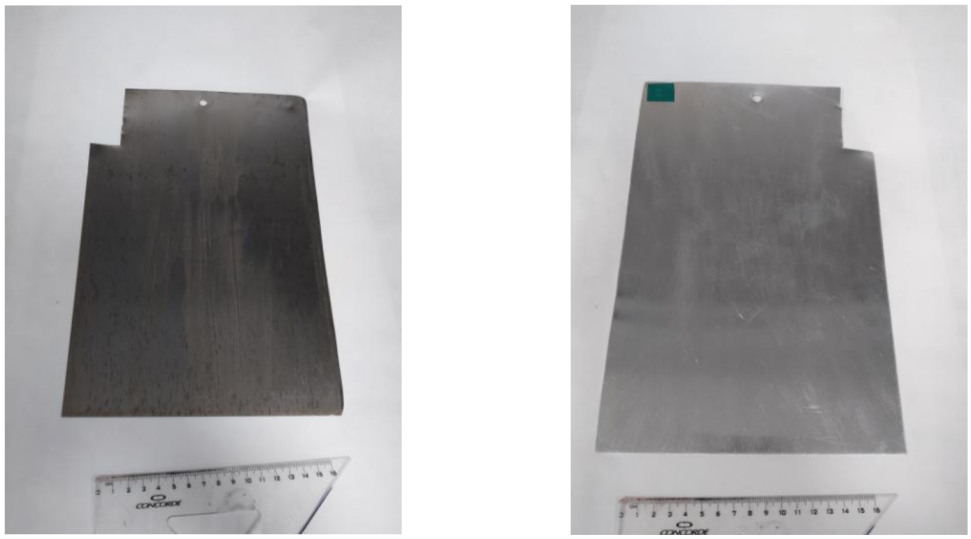
Všechny vzorky byly nařezány na metalografické pile a následně zality do tablety se směsí pryskyřice ClaroFast a IsoFast. Dále byly vzorky zbroušeny nejprve pomocí brusného papíru P60 (hrubé broušení) a také brusným papírem P320 (jemné broušení). Po nabroušení byly vzorky leštěny a to ve třech fázích. První fáze leštění, tzv. hrubé leštění, bylo provedeno na leštičce s prvotním odebráním 9 mikronů ze vzorků. Ve druhé fázi leštění byla odebrána 3 mikronová vrstva a ve finální třetí fázi, zvané jemné leštění, byla odebraná 1 mikronová vrstvička. Před samotnou mikroskopií byly všechny vzorky opláchnuté v isopropanolu a vysušeny pomocí vzduchového vysoušeče. Na připravených vzorcích z metalografického výbrusu byly stanoveny charakteristiky práškového nátěru pomocí mikroskopických metod SEM a EDS.

6 VÝSLEDKY A DISKUZE

6.1 Alkalické odmaštění - Alod

Vzorek číslo jedna a dva byl předupraven pomocí komerčního alkalického přípravku o koncentraci lázně 50 g/l na oceli v celkovém čase ponoru 5 minut. Pro hliník byla zvolena stejná koncentrace lázně s 10-ti minutovým ponorem. Tato předúprava byla zvolena jako referenční stav pro vzorky, které byly předúpraveny pomocí nanopasivačních přípravků. Celkový ponor byl proveden při pH 9,13 a teplotě lázně 55 °C jak na oceli, tak na hliníku. Po samotné předúpravě následoval minutový oplach užitkovou vodou a půl minutový oplach demineralizovanou vodou, po které se vzorek vždy vysušil. Následně byly vzorky zalakovány do 16-ti hodin práškovou barvou.

Po ponoření jak vzorku oceli, tak vzorku hliníku do připravené lázně, nebyla dle předpokladu pozorována téměř žádná reakce. Tento průběh byl vzhledem k samotnému odmaštění dílu očekáván. Při pozorování vzorků metodou SEM, viz kapitola 6.12, bylo prokázáno, že se na povrchu nevyskytují žádné zbytkové oleje a tím pádem jsou vzorky dokonale odmaštěny a tím i připraveny pro následnou aplikaci.



***Obrázek 23**. Vzorek Fe po PPÚ č.1 (vlevo), č.2 Al (vpravo)*

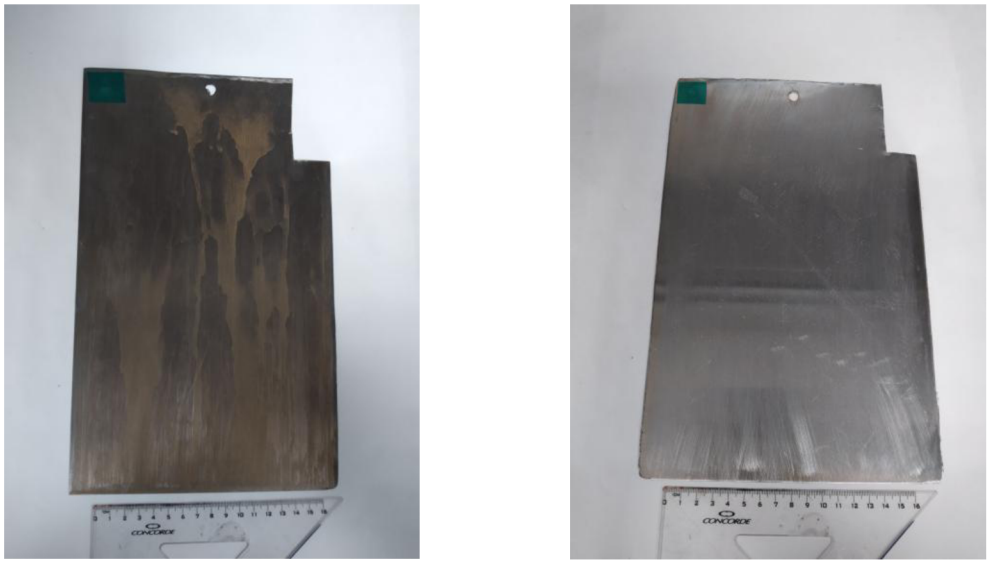
6.2 Železité fosfátování - Feph

Vzorek číslo tři a čtyři byl předupraven pomocí komerčního přípravku železitým fosfátováním o koncentraci lázně 25 g/l na oceli i na hliníku. Celkový ponor byl proveden při

pH 5,18 a teplotě lázně 47 °C na oceli a pH 4,30 a teplotě lázně 47 °C na hliníku. Celkový čas ponoru byl 9 minut u obou materiálů. Po samotné předúpravě následoval minutový oplach užitkovou vodou a půl minutový oplach demineralizovanou vodou, po které se vzorek vždy vysušil. Následně byly vzorky zalakovány do 16-ti hodin práškovou barvou.

Po ponoření jak vzorku oceli, tak vzorku hliníku do připravené lázně byla pozorována mírná reakce v podobě tvorby bublinek na povrchu materiálu. Po vysušení vzorků byla na oceli viditelná vrstva fosfátu, viz obrázek 24, vzorek č. 3.

Při pozorování vzorků metodou SEM, viz kapitola 6.12, bylo prokázáno, že se na povrchu vzorků vyskytují různorodé póry, které jsou důkazem reakce mezi slitinou a lázní.

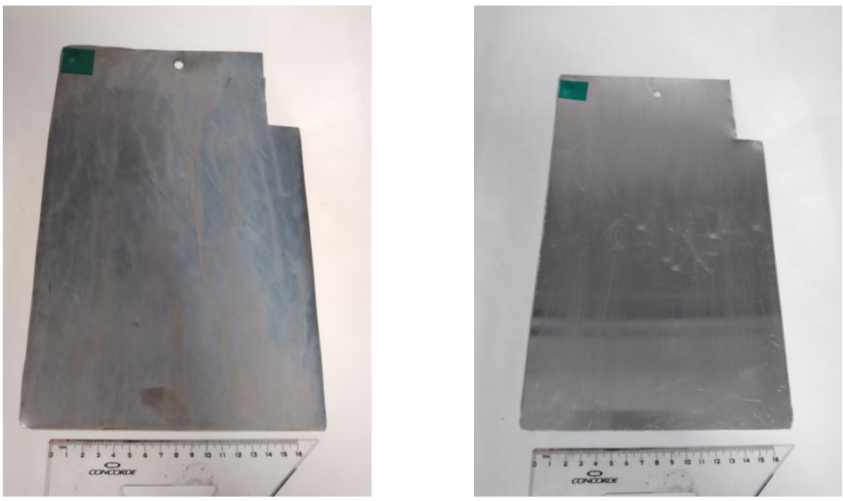


Obrázek 24. *Vzorek Fe po PPÚ č.3 (vlevo), č.4 Al (vpravo)*

6.3 Zirkonové fosfátování - Zrph

Vzorek číslo pět a šest byl předupraven pomocí komerčního přípravku zirkonovým fosfátováním o koncentraci lázně 12 g/l na oceli a 17 g/l hliníku. Celkový ponor byl proveden při pH 4,96, teplotě lázně 40 °C a čase ponoru 4 minuty na oceli a pH 4,76, teplotě lázně 40 °C a čase ponoru 8 minut na hliníku. Po samotné předúpravě následoval minutový oplach užitkovou vodou a půl minutový oplach demineralizovanou vodou, po které se vzorek vždy vysušil. Následně byly vzorky zalakovány do 16-ti hodin práškovou barvou.

Po ponoření jak vzorku oceli, tak vzorku hliníku do připravené lázně byla pozorována mírná reakce (stejně jako u železitého fosfátu) v podobě tvorby bublinek na povrchu materiálu. Po vysušení vzorků byla na oceli viditelná vrstva fosfátu, viz obrázek 25, vzorek č. 5.

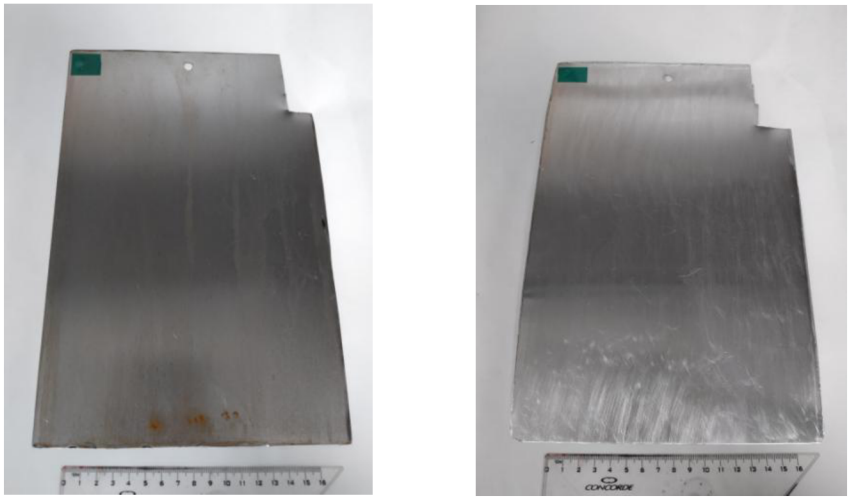


***Obrázek 25**. Vzorek Fe po PPÚ č.5 (vlevo), č.6 Al (vpravo)*

6.4 Nanopasivace na bázi Zirkonu - NANOZr

Vzorek číslo sedm a osm byl předupraven pomocí komerčního přípravku pro nanopasivaci na bázi zirkonu. Při koncentraci lázně 5 g/l na oceli a 15 g/l na hliníku. Celkový ponor byl proveden při pH 4,83, teplotě lázně 22 °C a čase ponoru 2 minuty na oceli a pH 4,85, teplotě lázně 22 °C a čase ponoru 5 minut na hliníku. Po samotné předúpravě následoval minutový oplach užitkovou vodou a půl minutový oplach demineralizovanou vodou, po které se vzorek vždy vysušil. Následně byly vzorky zalakovány do 16-ti hodin práškovou barvou.

Po ponoření jak vzorku oceli, tak vzorku hliníku do připravené lázně nebyla v tomto přípravku pozorována žádná reakce jako v předchozích případech fosfátování. Až po vysušení vzorků byla na oceli viditelná oxidační konverzní vrstva, viz obrázek 26, vzorek č. 7. Na hliníkovém vzorku č. 8 nebyla pozorovaná žádná vizuální změna.

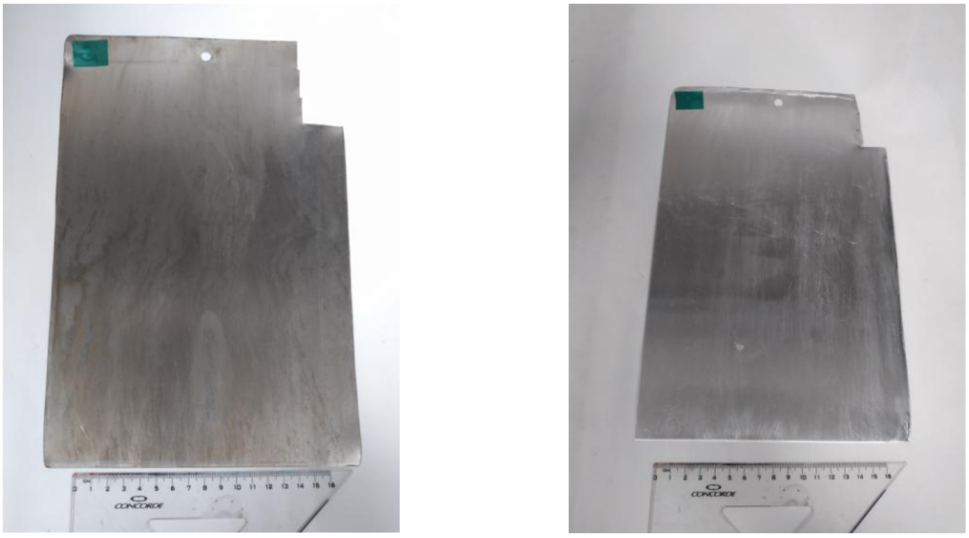


***Obrázek 26**. Vzorek Fe po PPÚ č.7 (vlevo), č.8 Al (vpravo)*

6.5 Nanopasivace na bázi Titanu - NANOTi

Vzorek číslo devět a deset byl předupraven pomocí komerčního přípravku pro nanopasivaci na bázi titanu. Při koncentraci lázně 5 g/l, jak na oceli, tak na hliníku. Celkový ponor byl proveden při pH 2,92, teplotě lázně 22 °C a čase ponoru 1 minuty na oceli a pH 2,92, teplotě lázně 22 °C a čase ponoru 2,5 minut na hliníku. Po samotné předúpravě následovalo pouze vysušení vzorků bez jakýchkoliv oplachových mezistupňů, jelikož byl vybraný přípravek bezoplachový. Následně byly vzorky zalakovány do 16-ti hodin práškovou barvou.

Po ponoření jak vzorku oceli, tak vzorku hliníku do připravené lázně nebyla v tomto přípravku pozorována žádná reakce. Až po vysušení vzorků byla na oceli viditelná oxidační konverzní vrstva, viz obrázek 27, vzorek č. 9. Na hliníkovém vzorku č. 10 nebyla pozorovaná žádná změna.

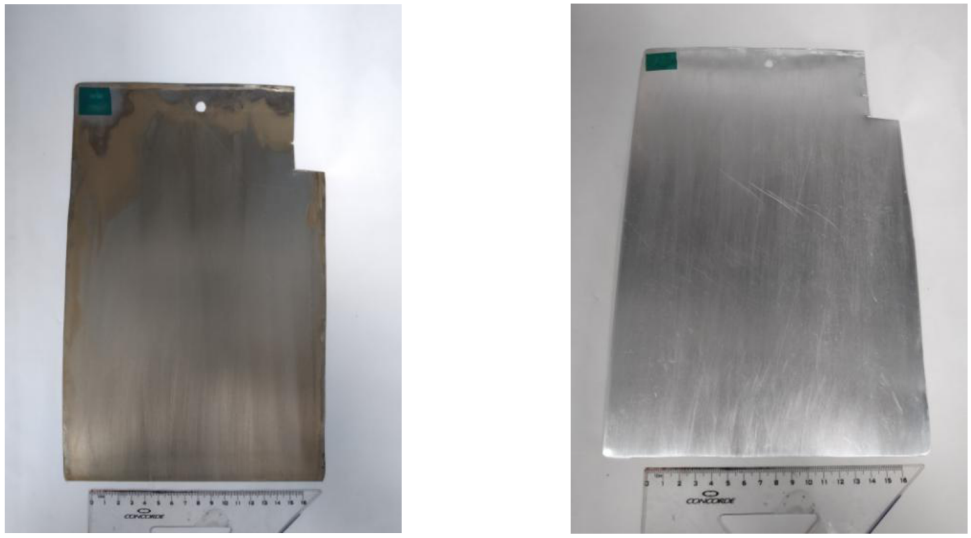


***Obrázek 27**. Vzorek Fe po PPÚ č.9 (vlevo), č.10 Al (vpravo)*

6.6 Vlastní PPÚ - VlPPÚ

Vzorek číslo jedenáct a dvanáct byl předupraven pomocí vlastně navrženého přípravku. Lázeň předúpravy obsahovala 0,1 g/l H_2SO_4 + 0,75 ml/l HF jak na oceli, tak na hliníku. Celkový ponor byl proveden při pH 1,0, teplotě lázně 22 ° C a čase ponoru 1 minuty, jak na oceli, tak na hliníku. Po samotné předúpravě následoval minutový oplach pitnou vodou a půl minutový oplach demineralizovanou vodou, po které se vzorek vždy vysušil. Následně byly vzorky zalakovány do 16-ti hodin práškovou barvou.

Po ponoření jak vzorku oceli, tak vzorku hliníku do připravené lázně byla ihned pozorována bouřlivá reakce v podobě tvorby velkého množství bublinek na povrchu materiálů. Po vysušení vzorků byla na oceli zcela viditelná oxidační vrstva, viz obrázek 28, vzorek č. 11. Na hliníkovém vzorku byla oxidační vrstva pozorována také, ale v nižší koncentraci.

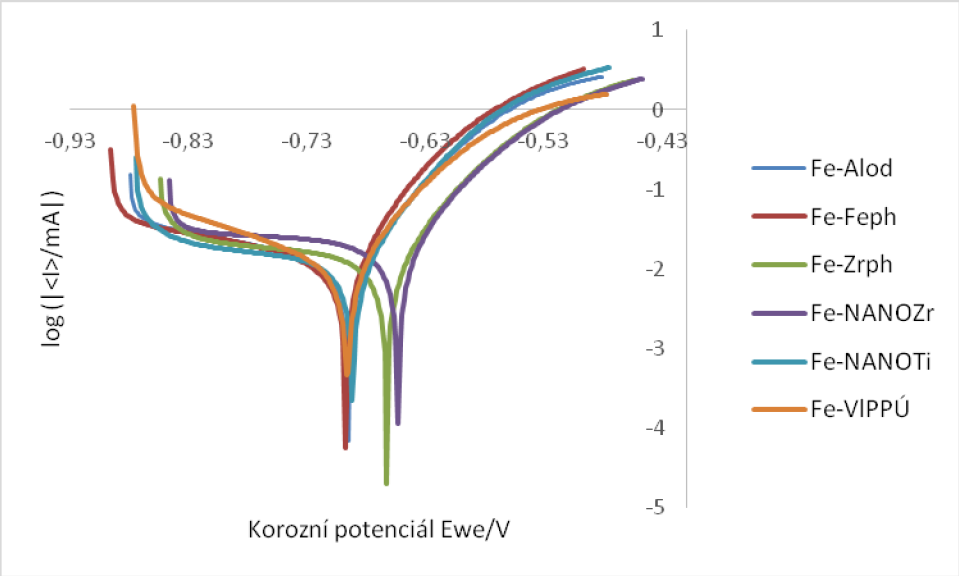


***Obrázek 28**. Vzorek Fe po PPÚ č.11 (vlevo), č.12 Al (vpravo)*

6.7 Vyhodnocení Potenciodynamické polarizace

Po předúpravě byly z každého vzorku odstřiženy vždy tři menší vzorky vhodné pro měření metodou potenciodynamické polarizace pro stanovení korozní charakteristiky a celkové náchylnosti materiálu ke korozi. Následně byly, pomocí programu EC-Lab V11.16 extrapolací lineárních částí naměřených křivek, stanoveny hodnoty korozního potenciálu E_{kor}, korozní proudové hustoty i_{kor} a Tafelových směrnic b_c a b_a. Ze stanovených křivek jednotlivých vzorků, viz obrázek 29 a 30 a především vyhodnocením hodnot E_{kor} a i_{kor} v tabulce 4 a 5, lze vyvodit tyto závěry. Jako korozně nejodolnější se jeví předúprava ocelového materiálu vzorku 11 (VlPPÚ) a to především z důvodu nejnižšího i_{kor}, i když hodnotou E_{kor} se řadí mezi vzorky 1 (Alod), 3 (Feph) a 9 (NANOTi). Obdobně je to i u hliníkových slitin, kdy nejlepší korozní charakteristiku vykazoval vzorek 8 (NANOZr) s nejnižším i_{kor}. Nevyrovnanost hodnot v anodické oblasti u měření povrchových předúprav

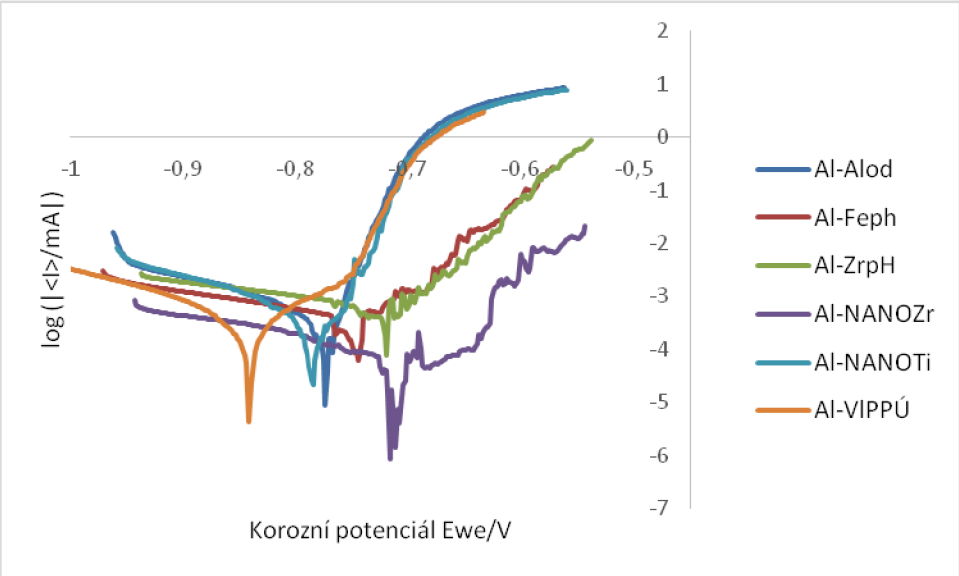
Al slitiny byla způsobena nereaktivitou v této oblasti. Řešením by mohlo být prodloužení ustalovacího času před samotným měřením.



Obrázek 29. *Potenciodynamické křivky vzorků oceli*

Tabulka 4. *Stanovené parametry potenciodynamické křivky pro vzorky oceli*

	E_{kor}(mV)	i_{kor} (µA)	b_a (mV)	b_c (mV)
Vzorek 1	-694,835	13,985	65,7	460,3
Vzorek 3	-697,573	11,107	20,5	94,9
Vzorek 5	-662,346	13,022	52,8	307,4
Vzorek 7	-653,19	15,272	71,8	280,4
Vzorek 9	-690,893	10,658	67,3	680,7
Vzorek 11	-696,106	9,365	61,4	345



Obrázek 30. *Potenciodynamické křivky vzorků hliníkových slitin*

Tabulka 5. Stanovené parametry potenciodynamické křivky pro vzorky hliníkových slitin

	E_{kor} (mV)	i_{kor} (µA)	b_a (mV)	b_c (mV)
Vzorek 2	-770,083	0,235	20,5	94,9
Vzorek 4	-738,984	0,349	71,8	280,4
Vzorek 6	-712,728	0,57	61,4	345
Vzorek 8	-664,984	0,034	32,5	186,7
Vzorek 10	-766,767	0,252	22,7	124,8
Vzorek 12	-839,298	0,322	110,9	145,4

6.8 Vyhodnocení tloušťek vrstev práškového nátěru

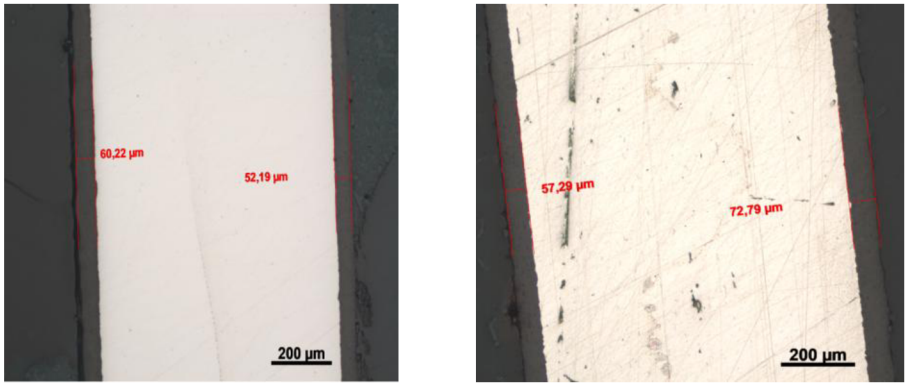
Po aplikaci a vytvrzení práškové nátěrové hmoty bylo provedeno stanovení tloušťek na všech vzorcích, nejdříve pomocí průmyslového tloušťkoměru Elcometer 456 dle **ČSN EN ISO 2360** a následně v laboratoři na světelném mikroskopu Axio Observer Z1M. Každý vzorek byl statisticky proměřen v několika místech a naměřené hodnoty tloušťek byly zaznamenány v kapitole 6.8.1. a 6.8.2.

6.8.1 Průmyslové měření tloušťky pomocí Elcometeru 456

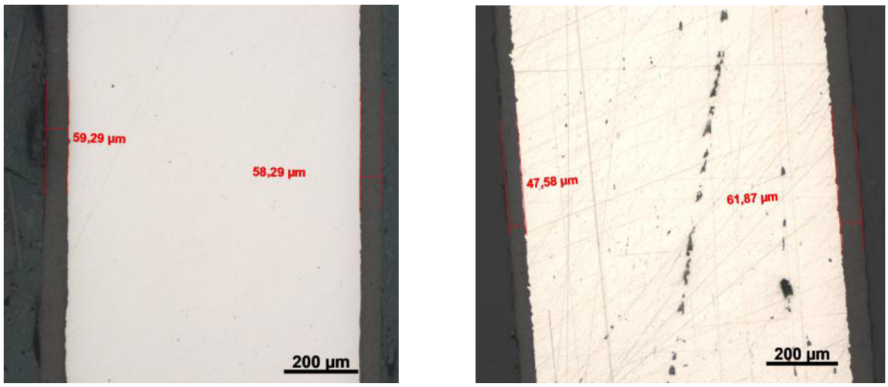
Tabulka 6. *Naměřené hodnoty práškového systému na jednotlivých vzorcích pomocí Elcometeru 456*

	Alod		**Feph**		**Zrph**		**NANOZr**		**NANOTi**		**VIPPÚ**	
číslo vzorku	**1.**	**2.**	**3.**	**4.**	**5.**	**6.**	**7.**	**8.**	**9.**	**10.**	**11.**	**12.**
1. měření (µm)	55,5	55	46,4	41	40,7	47,8	43,7	50,5	50,4	48,9	53,7	51,7
2. měření (µm)	45,3	47,4	42,7	34,1	43,7	37,2	46,9	46,9	43	33,7	45,6	46,8
3. měření (µm)	45,9	48,6	45,3	40,4	45,8	42,3	50,3	49,5	43,9	40,7	47,5	39,7
4. měření (µm)	63,7	85,2	63,1	71,2	65	62,1	66,6	74,5	70,9	70,8	70,9	77,8
5. měření (µm)	54,8	62,4	65,8	54,6	68,8	55,9	59,4	80,7	54	69,1	63,2	62,3
průměrná vrstva	53,0	59,7	52,7	48,3	52,8	49,1	53,3	60,4	52,4	52,6	56,1	55,6
odchylka 2 σ	7,6	15,4	10,9	14,8	13,1	10,1	9,4	15,9	11,3	16,7	10,7	14,9

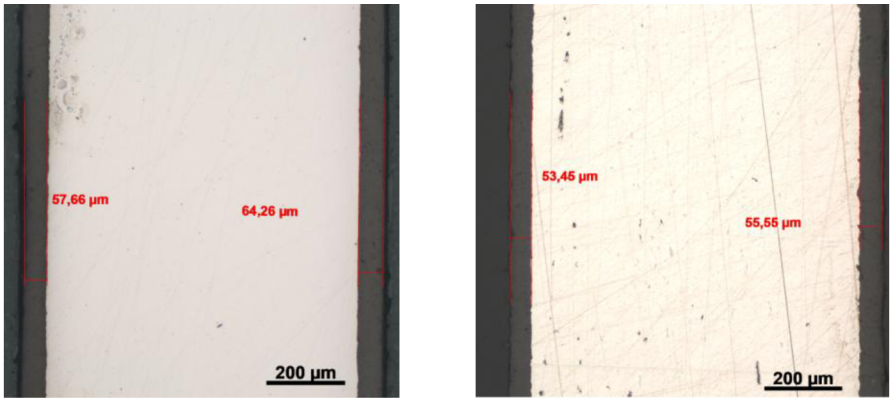
6.8.2 Laboratorní měření pomocí světelného mikroskopu Axio Observer Z1M



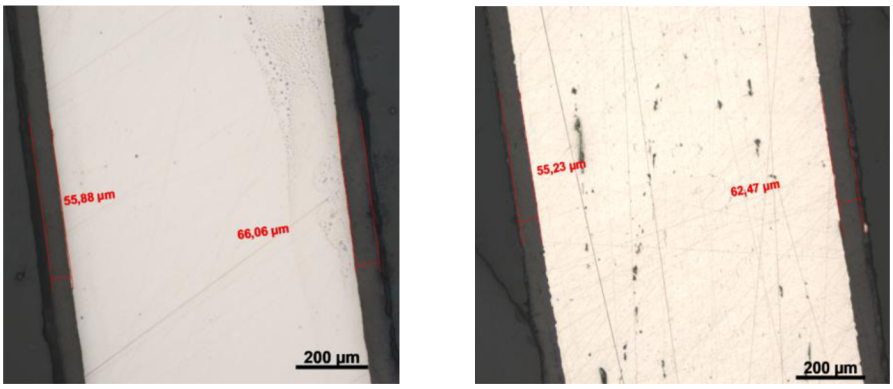
Obrázek 31. *Vzorek Fe po PPÚ č.1 (vlevo), č.2 Al (vpravo)*



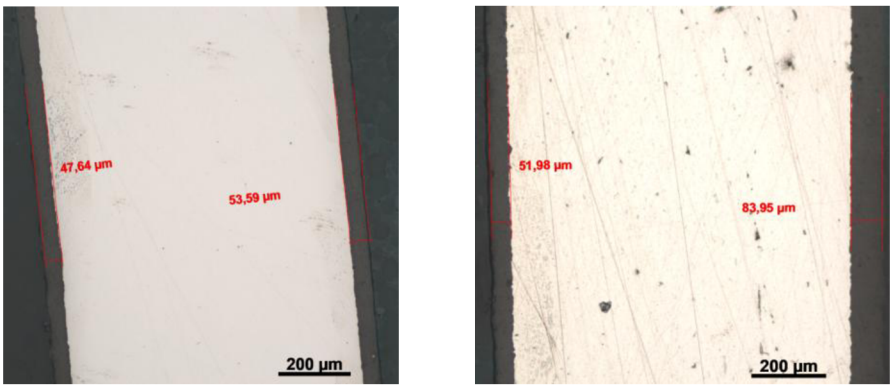
Obrázek 32*. Vzorek Fe po PPÚ č.3 (vlevo), č.4 Al (vpravo)*



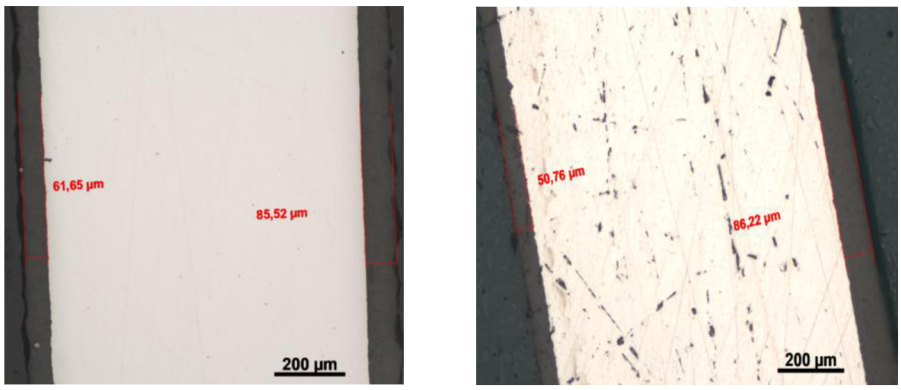
Obrázek 33. *Vzorek Fe po PPÚ č.5 (vlevo), č.6 Al (vpravo)*



Obrázek 34. *Vzorek Fe po PPÚ č.7 (vlevo), č.8 Al (vpravo)*



Obrázek 35*. Vzorek Fe po PPÚ č.9 (vlevo), č.10 Al (vpravo)*



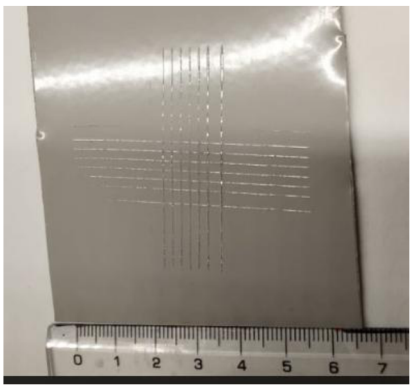
Obrázek 36. *Vzorek Fe po PPÚ č.11 (vlevo), č.12 Al (vpravo)*

Tabulka 7. *Naměřené hodnoty práškového systému na jednotlivých vzorcích pomocí světelného mikroskopu*

	Alod		**Feph**		**Zrph**		**NANOZr**		**NANOTi**		**VIPPÚ**	
číslo vzorku	**1.**	**2.**	**3.**	**4.**	**5.**	**6.**	**7.**	**8.**	**9.**	**10.**	**11.**	**12.**
1. měření (µm)	60,2	57,3	59,3	47,6	57,7	53,5	55,9	55,2	47,6	52,0	61,7	50,8
2. měření (µm)	52,2	72,8	58,3	61,7	64,3	55,6	66,1	62,5	53,6	84,0	85,5	86,2
průměrná vrstva	56,2	65,0	58,8	54,6	61,0	54,5	61,0	58,9	50,6	68,0	73,6	68,5
odchylka 2 σ	5,7	11,0	0,7	10,0	4,7	1,5	7,2	5,1	4,2	22,6	16,9	25,1

6.9 Vyhodnocení mřížkové zkoušky

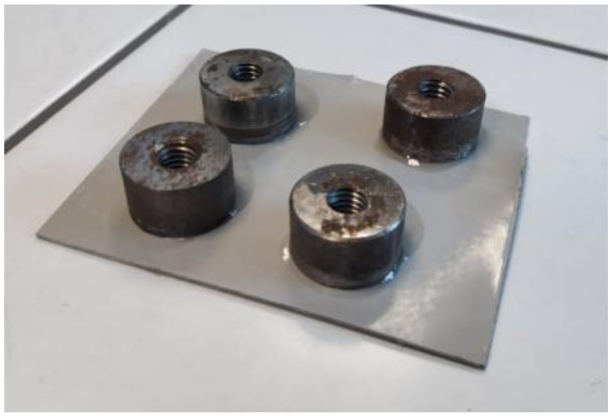
Dalším stanovovaným parametrem vzorků byla zkouška přilnavosti zvaná jako mřížková zkouška dle **ČSN EN ISO 2409**. U všech vzorků byla vyhodnocena 100% přilnavost nátěru bez jakékoliv známky poškození s výsledkem 0, viz obrázek 37.



Obrázek 37. *Vzorek s mřížovou zkouškou*

6.10 Vyhodnocení odtrhové zkoušky

Na každý vzorek s jednotlivou metodou předúpravy byly nalepeny tzv. panenky, viz obrázek 38, pro stanovení odtahové zkoušky pomocí lepidla na bázi kyanoakrylátu dle **ČSN EN ISO 4624**. Po řádném vytvrdnutí lepidla byl proveden odtrh a jednotlivé naměřené hodnoty byly zaznamenány v tabulce 8. Z výsledků lze usoudit, že lepší přilnavost práškového systému vykazovaly všechny metody předúprav na ocelových materiálech.



Obrázek 38. *Vzorek s nalepenými panenkami na odtrhovou zkoušku*

Tabulka 8. Srovnání výsledků odtrhové zkoušky na jednotlivých vzorcích

	Alod		Feph		Zrph		NANOZr		NANOTi		VIPPÚ	
číslo vzorku	**1.**	**2.**	**3.**	**4.**	**5.**	**6.**	**7.**	**8.**	**9.**	**10.**	**11.**	**12.**
1. měření (Pa)	4,4	3,6	5,5	3	4,8	1,8	5,5	3,5	5,3	5,3	5,1	4,5
2. měření (Pa)	4,2	3,2	5,6	3,1	4,5	1,5	5,2	3,4	5,2	4,9	5,1	4,4
3. měření (Pa)	4,2	3,5	5,5	3	4,9	2,1	5,5	3,5	5,5	5,1	5	4,5
4. měření (Pa)	4,1	3,3	5,6	3	4,9	1,9	5,5	3,1	5,2	5,1	4,7	4,2
průměrná vrstva	4,2	3,4	5,5	3	4,7	1,8	5,4	3,3	5,3	5,1	4,9	4,4
odchylka 2 σ	0,1	0,2	0,1	0	0	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1

6.11 Vyhodnocení ohybové zkoušky

Pro další stanovení mechanických vlastností nátěru byla zvolena ohybová zkouška dle **ČSN EN ISO 1519**. V technické dokumentaci k aplikované práškové barvě EXT90Z dodavatel uvádí odolnost práškové barvy přes 4 mm válec. Po vyhodnocení této zkoušky bylo zjištěno, že prášková barva u několika vzorků vydržela ještě extrémnější podmínky. Všechny stanovené parametry z ohybové zkoušky pro jednotlivé vzorky jsou uvedeny v tabulce 9.

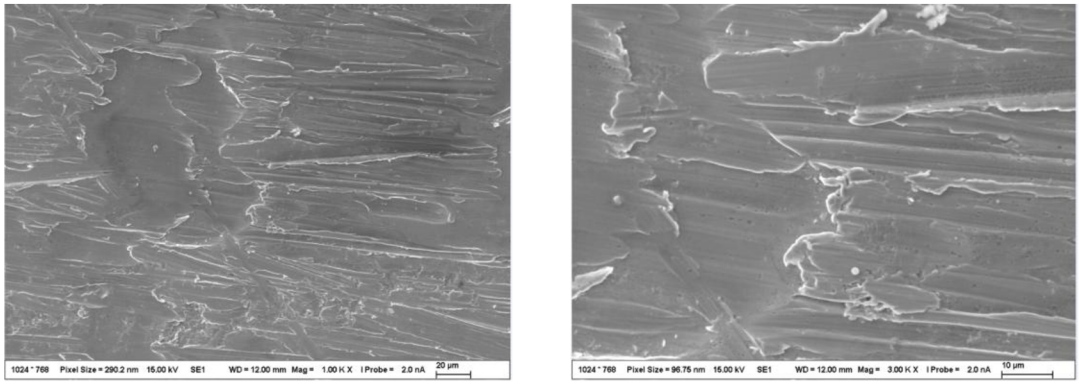
Obrázek 39. *Porušení práškového nátěru přes 2 mm válec*

Tabulka 9. *Srovnání výsledků ohybové zkoušky na jednotlivých vzorcích*

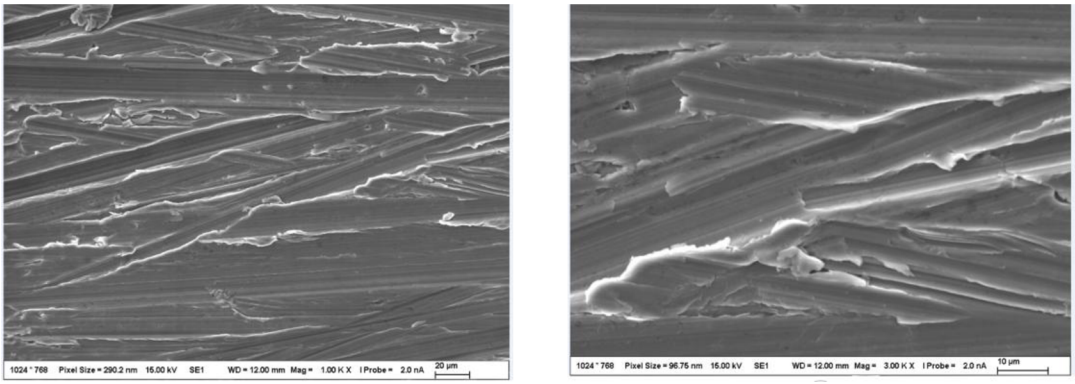
	Alod		Feph		Zrph		NANOZr		NANOTi		VIPPÚ	
číslo vzorku	**1.**	**2.**	**3.**	**4.**	**5.**	**6.**	**7.**	**8.**	**9.**	**10.**	**11.**	**12.**
vyhodnocen OK výsledku přes trn (mm)	2	3	2	3	2	4	2	4	3	2	2	4

6.12 Vyhodnocení SEM a EDS analýzy

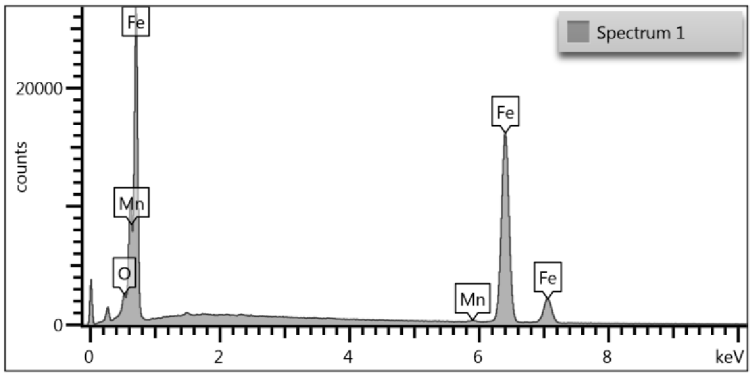
Při pozorování pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu je možné sledovat, že povrch vzorku č. 1, viz obrázek 40 a vzorku č. 2, viz obrázek 40, neobsahuje žádné zbytkové organické nečistoty ani další nežádoucí látky. Také prvková analýza nepotvrdila jak na vzorku oceli, tak na hliníkovém vzorku přítomnost nežádoucích prvků. V těchto případech nedocházelo k naleptání povrchu materiálu, ale pouze k odmaštění. Struktura povrchu je zcela zachována. Viditelné jsou pouze známky po broušení, které se provádělo před samotnou předúpravou vzorků. Tento předpoklad je dokázán při pohledu na oba vzorky převážně při přiblížení 3000 ×. Chyba měření prvkové analýzy je ± 0,5 hm. %.



Obrázek 40. *Vzorek č. 1 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



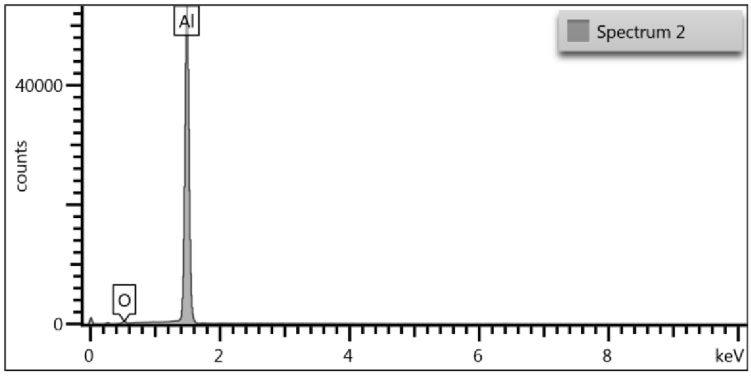
Obrázek 41. *Vzorek č. 2 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



Obrázek 42. *EDS analýza vzorku č. 1*

Tabulka 10. *Prvkové zastoupení vzorek č. 1*

Prvek	Hm. %	At. %
O	1.10	3.75
Mn	0.57	0.56
Fe	98.33	95.68

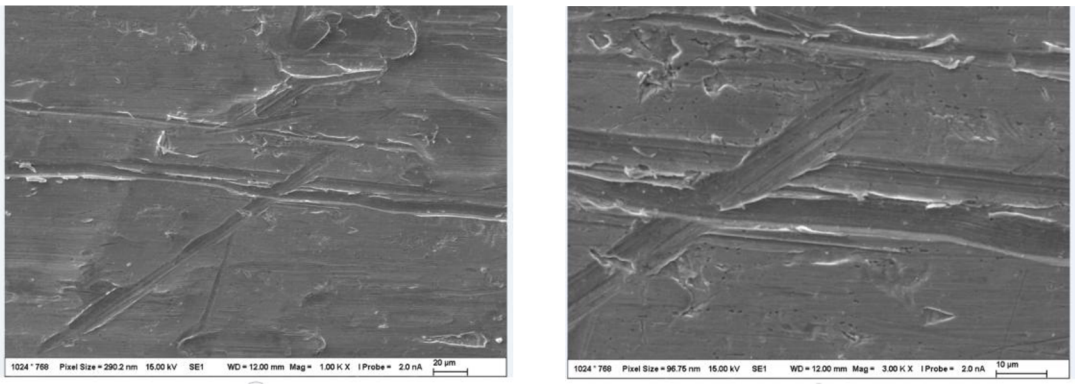


Obrázek 43. *EDS analýza vzorku č. 2*

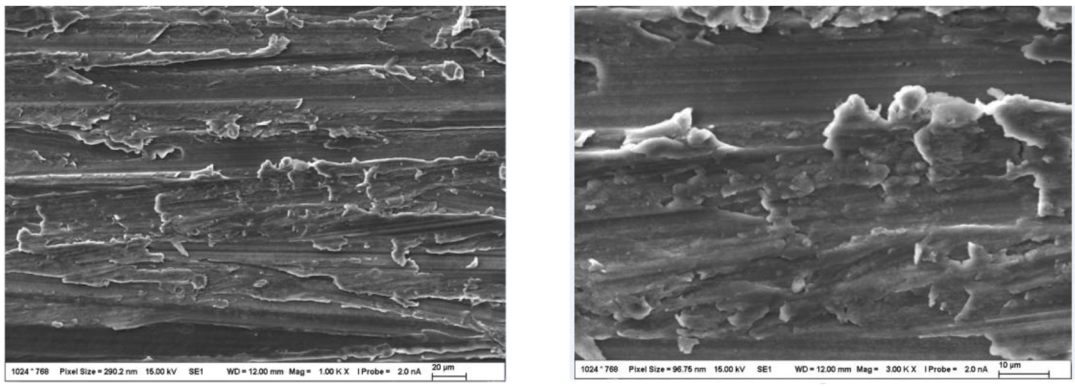
Tabulka 11. *Prvkové zastoupení vzorek č. 2*

Prvek	Hm. %	At. %
O	1.84	3.06
Al	98.16	96.94

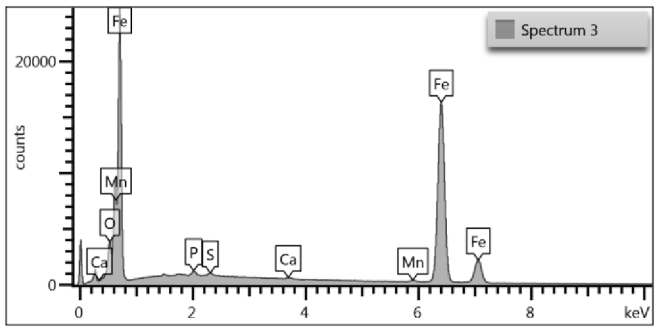
Vzorky č. 3 a 4 byly předupraveny železitým fosfátováním. Na obou materiálech je při SEM pozorovatelný výskyt různých pórů na povrchu materiálů. Z toho je patrné, že během předúpravy došlo k naleptání materiálu. Opět jsou viditelné známky po broušení a z celkového výskytu pórů můžeme vyvodit reakci slitiny s přípravkem, kterou nám potvrdila i EDS analýza. Tento předpoklad je detekovatelný při pohledu na oba vzorky převážně při přiblížení 3000 ×.



Obrázek 44. *Vzorek č. 3 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



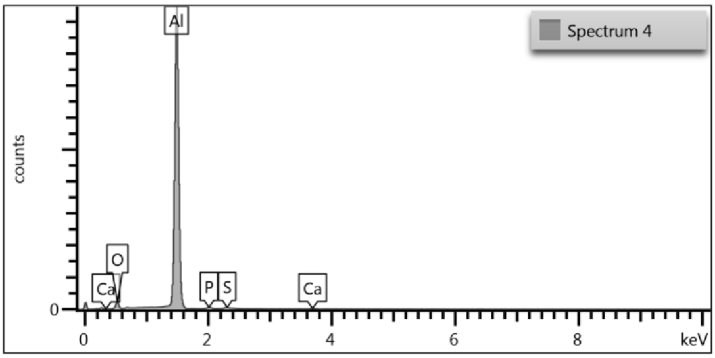
Obrázek 45. *Vzorek č. 4 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



Obrázek 46. *EDS analýza vzorku č. 3*

Tabulka 12. *Prvkové zastoupení vzorek č. 3*

Prvek	Hm. %	At. %
O	2.34	7.68
P	0.40	0.67
S	0.21	0.34
Ca	0.20	0.26
Mn	0.58	0.56
Fe	96.28	90.49

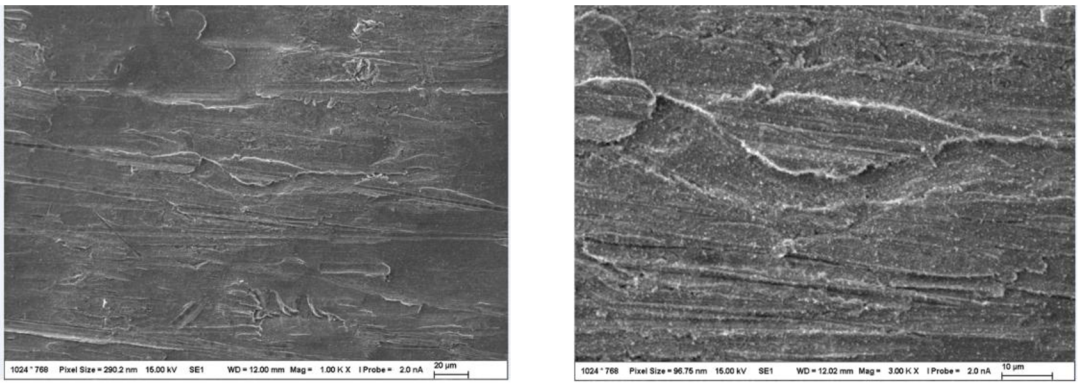


***Obrázek 47**. EDS analýza vzorku č. 4*

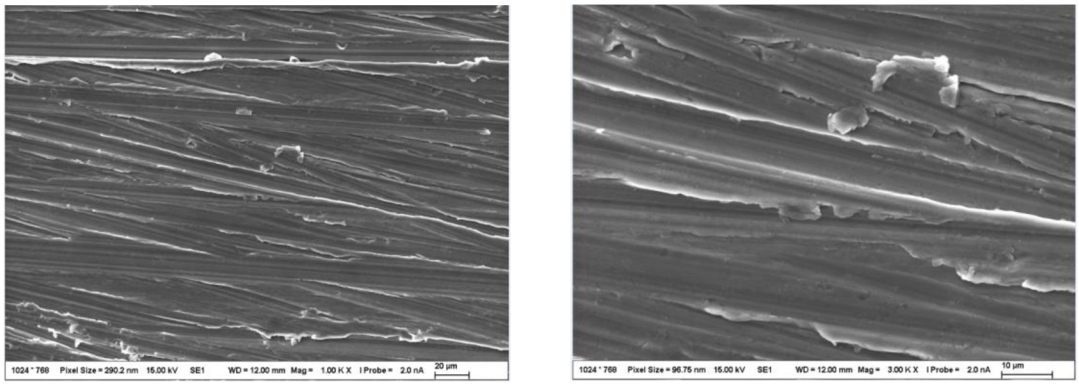
***Tabulka 13**. Prvkové zastoupení vzorek č. 4*

Prvek	Hm. %	At. %
O	6.39	10.36
Al	91.64	88.08
P	0.98	0.82
S	0.62	0.50
Ca	0.37	0.24

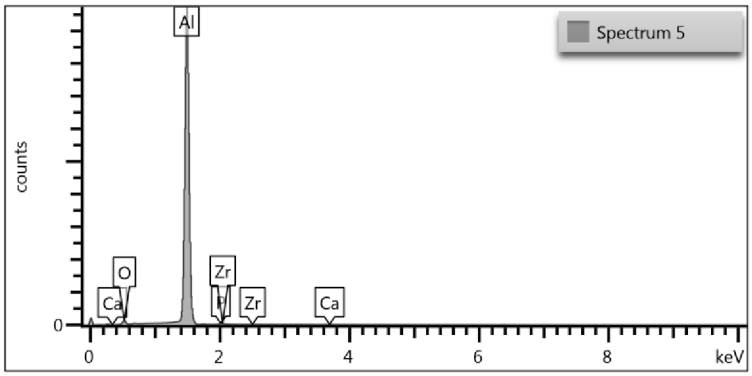
Vzorek č. 5, viz obrázek 48 a vzorek č. 6, viz obrázek 49, byly předupraveny tzv. zeleným zirkonovým fosfátováním. Při pozorování pomocí SEM je jednoznačně vidět naleptání vzorků na obou materiálech. Tento předpoklad je dokázán při pohledu na vzorky hlavně při přiblížení 3000 ×, kdy jsou pozorovány zaoblené (zoxidované) jednotlivé struktury materiálů. Prvková analýza potvrdila přítomnost zirko-fosfátové vrstvičky, jak na vzorku železa, tak na hliníkovém vzorku.



***Obrázek 48.** Vzorek č. 5 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



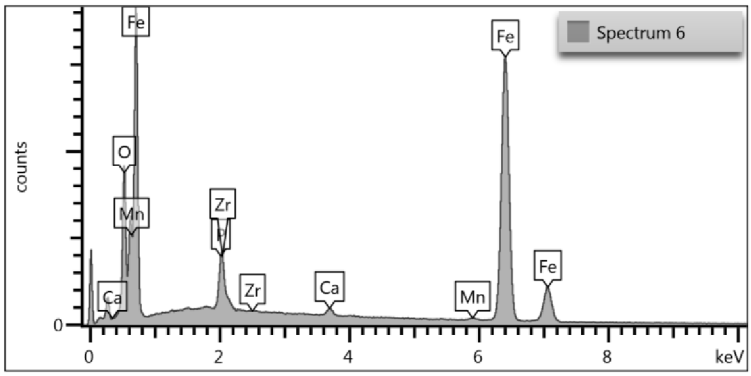
***Obrázek 49**. Vzorek č. 6 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



***Obrázek 50.** EDS analýza vzorku č. 5*

***Tabulka 14.** Prvkové zastoupení vzorek č. 5*

Prvek	Hm. %	At. %
O	3.65	6.03
Al	95.12	93.25
P	0.51	0.44
Ca	0.19	0.13
Zr	0.52	0.15

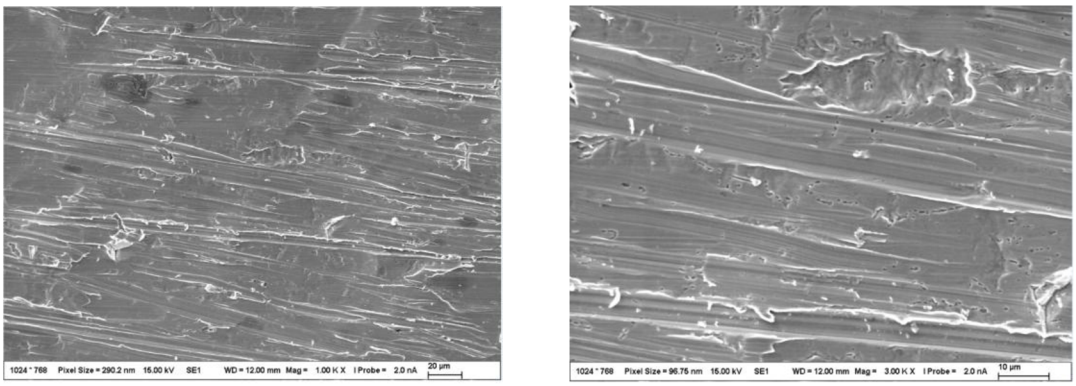


***Obrázek 51**. EDS analýza vzorku č. 6*

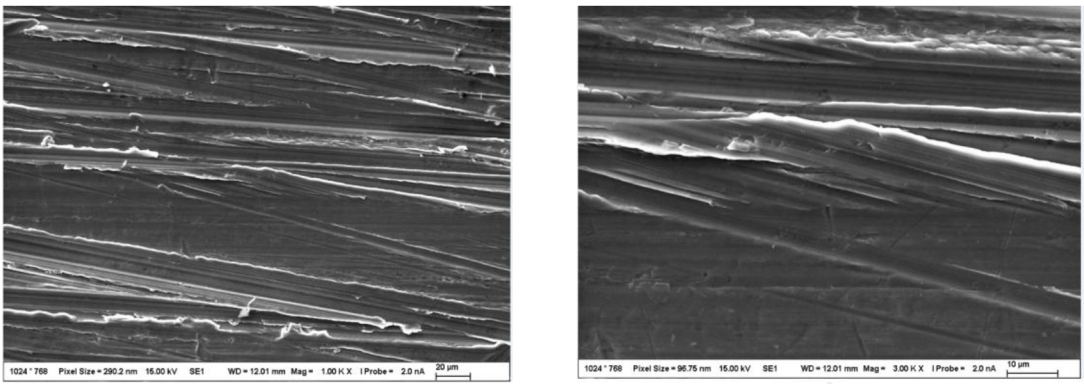
***Tabulka 15.** Prvkové zastoupení vzorek č. 6*

Prvek	Hm. %	At. %
O	7.39	21.62
P	2.21	3.34
Ca	0.59	0.69
Mn	0.50	0.42
Fe	86.64	72.56
Zr	2.67	1.37

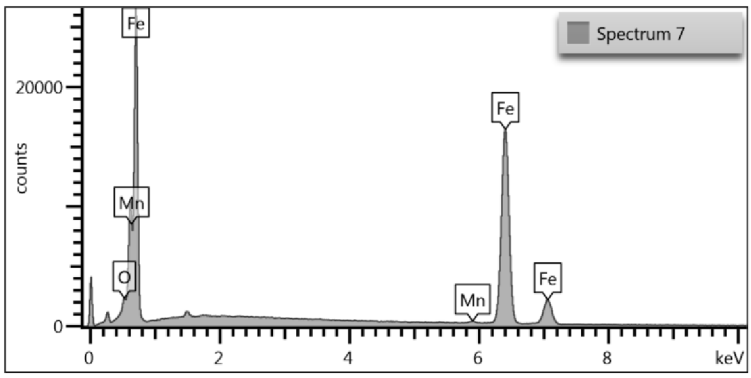
Při pozorování vzorků č. 7-10 pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu je možné sledovat přítomnost různých póru na povrchu vzorků. Tento fakt nám potvrzuje přítomnost pasivačních vrstviček na materiálech. Prvková analýza potvrdila přítomnost zirkonu na hliníkovém vzorku č. 8, který je ve formě kyseliny hexafluorozirkoničité hlavní složkou přípravku. Přítomnost titanové nanopasivace nám potvrdila EDS analýza vzorku č. 9, na kterém byla stanovena přítomnost titanu, který je ve formě kyseliny hexafluorotitaničité, obsažen v komerčním přípravku. Opět jsou na vzorcích viditelné známky po broušení. Tento fakt je dokázán při pohledu hlavně při přiblížení 3000 ×.



***Obrázek 52**. Vzorek č. 7 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



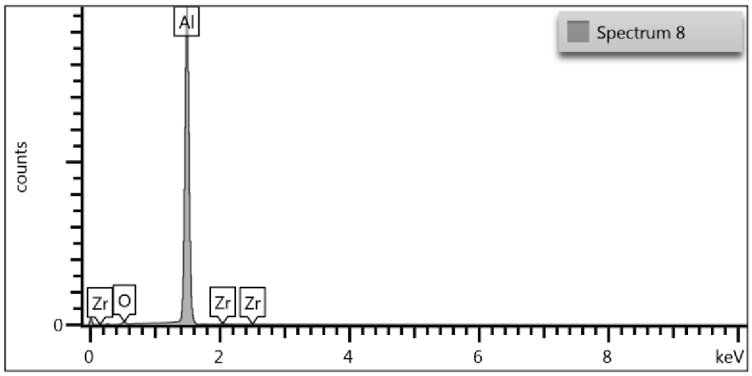
***Obrázek 53**. Vzorek č. 8 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



***Obrázek 54**. EDS analýza vzorku č. 7*

***Tabulka 16.** Prvkové zastoupení vzorek č. 7*

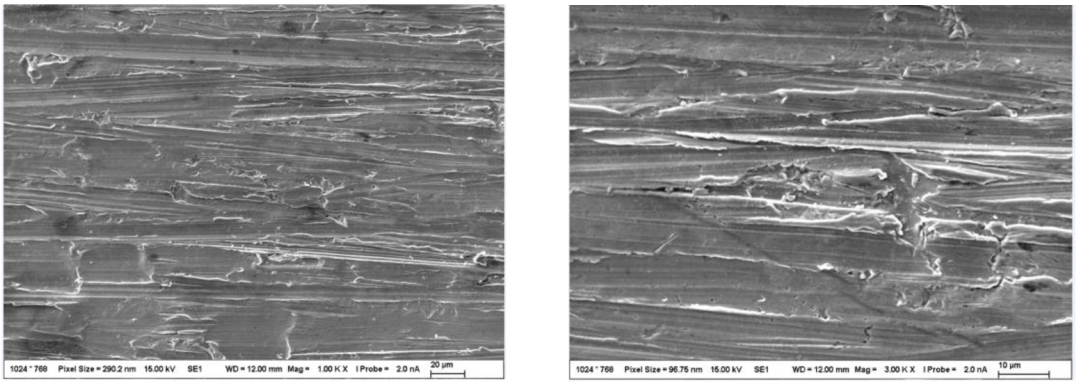
Prvek	Hm. %	At. %
O	0.81	2.77
Mn	0.71	0.71
Fe	98.48	96.52



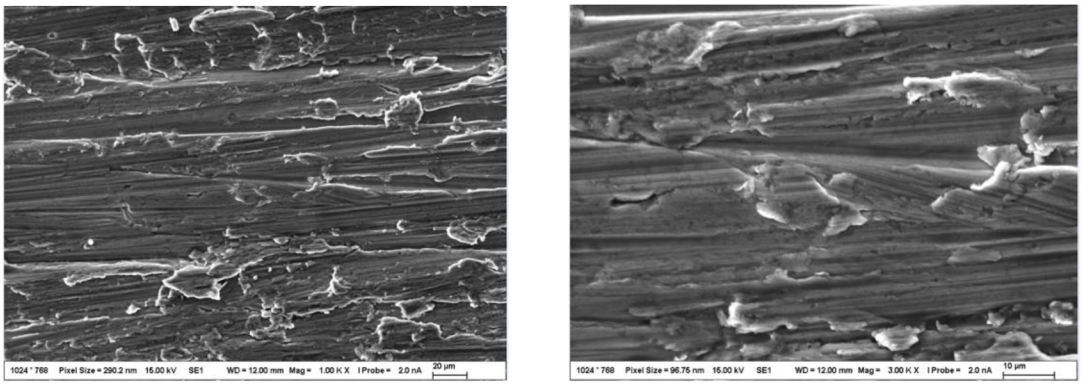
***Obrázek 55**. EDS analýza vzorku č. 8*

***Tabulka 17.** Prvkové zastoupení vzorek č. 8*

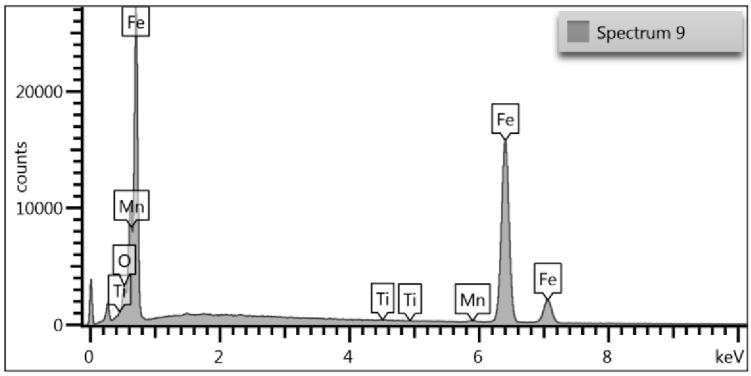
Prvek	Hm. %	At. %
O	2.36	3.93
Al	96.89	95.85
Zr	0.75	0.22



***Obrázek 56**. Vzorek č. 9 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



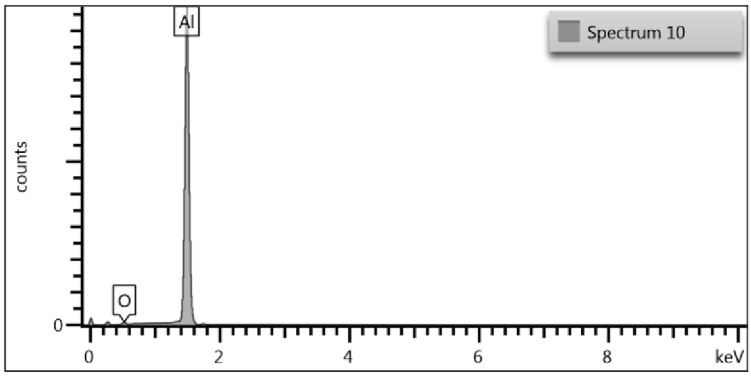
***Obrázek 57**. Vzorek č. 10 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



Obrázek 58. *EDS analýza vzorku č. 9*

Tabulka 18*. Prvkové zastoupení vzorek č. 9*

Prvek	Hm. %	At. %
O	1.90	6.33
Ti	0.12	0.13
Mn	0.48	0.47
Fe	97.50	93.07

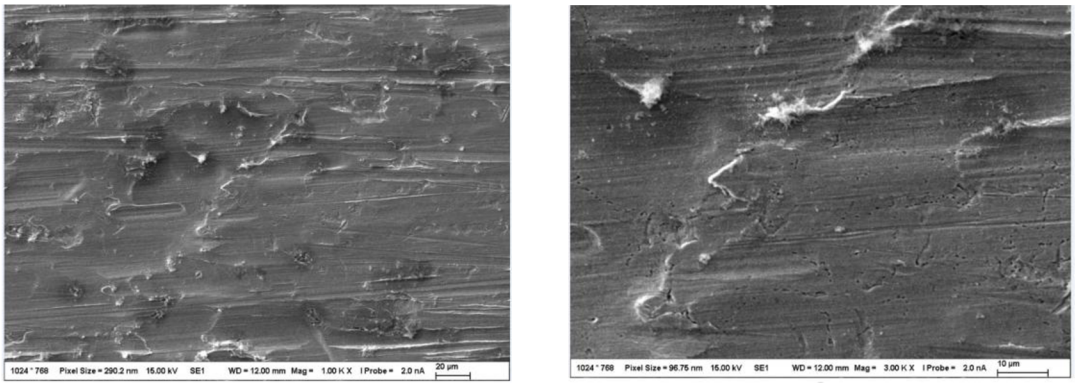


Obrázek 59. *EDS analýza vzorku č. 10*

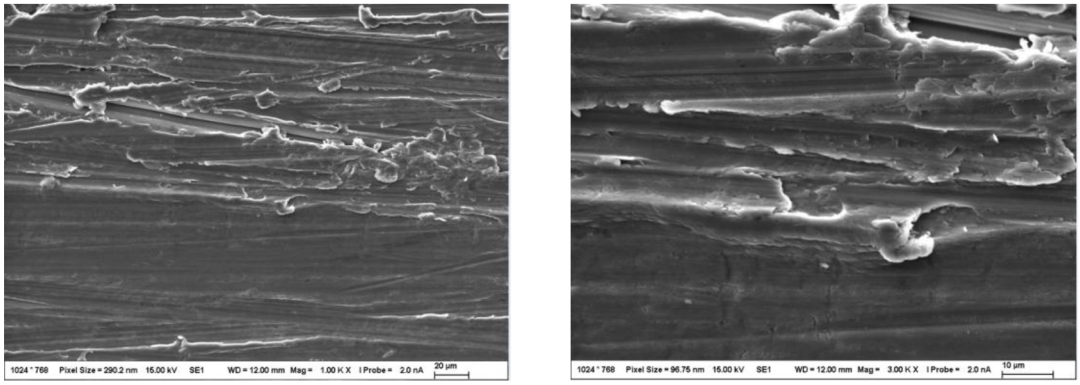
Tabulka 19*. Prvkové zastoupení vzorek č. 10*

Prvek	Hm. %	At. %
O	2.11	3.51
Al	97.89	96.49

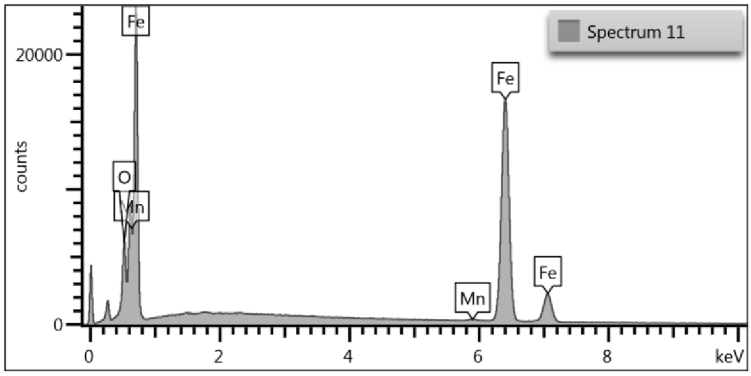
Vzorky č. 11 a 12 předupravené vlastní metodikou směsi kyseliny sírové a fluorovodíkové vykazují při pozorování pomocí SEM velmi zaoblené materiálové struktury vlivem silné oxidační reakce při procesu předúpravy. EDS analýza nám potvrdila přítomnost kyslíku na vzorcích. Z toho můžeme usoudit, že je na analyzovaných vzorcích přítomna oxidační vrstva.



***Obrázek 60**. Vzorek č. 11 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



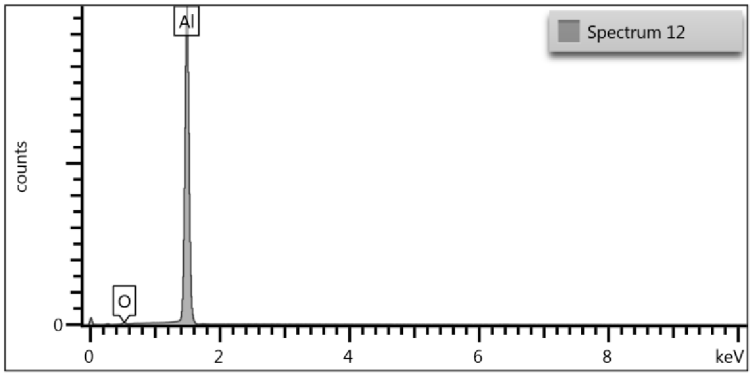
***Obrázek 61**. Vzorek č. 12 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo)*



***Obrázek 62**. EDS analýza vzorku č. 11*

Tabulka 20. Prvkové zastoupení vzorek č. 11

Prvek	Hm. %	At. %
O	4.12	13.05
Mn	0.48	0.44
Fe	95.40	86.51



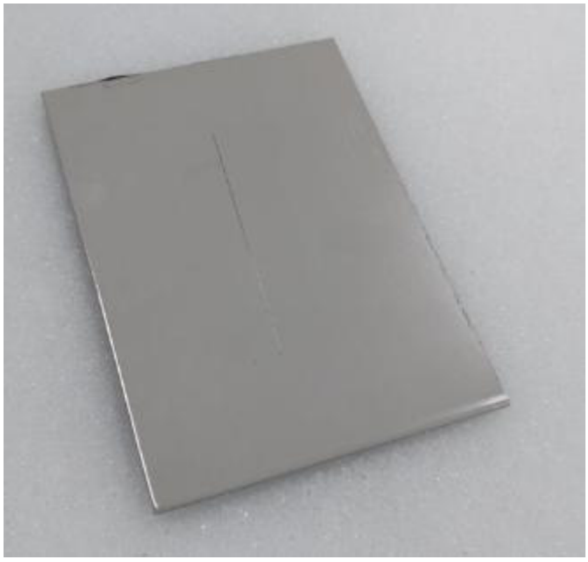
***Obrázek 63**. EDS analýza vzorku č. 12*

Tabulka 21. Prvkové zastoupení vzorek č. 12

Prvek	Hm. %	At. %
O	1.33	2.23
Al	98.67	97.77

6.13 Vyhodnocení NSS zkoušky

Z každé varianty předúpravy byly připraveny vždy tři vzorky pro stanovení korozní odolnosti pomocí NSS zkoušky dle **ČSN EN ISO 9227**. Před vložením vzorků do solné komory byl na všech vzorcích proveden definovaný řez až na základní materiál, viz obrázek 64. Po vyjmutí vzorků z komory bylo provedeno vyhodnocení dle **ČSN EN ISO 4628.**



Obrázek 64. *Vzorek s řezem před NSS zkouškou*

Po ukončení korozního testu byly všechny vzorky opláchnuty vodou, osušeny a vyhodnoceny. Stupeň puchýřkování u všech vzorků byl shodný s výsledkem 0(S0). Ani u jednoho vzorku nedošlo k puchýřkování. Hodnocení stupně prorezavění u všech vzorků bylo stanoveno jako Ri0. Na vzorcích hliníkových slitin nebyla viditelná žádná známka koroze, pouze na některých vzorcích oceli se vytvořily korozních produkty v okolí řezu, bez jakéhokoliv příznaku delaminace nátěrového systému, viz obrázek 65.

Obrázek 65. *Vzorek s řezem po NSS zkouškou*

Korozní zkoušky byly ukončeny po 520 hodinách. Téměř ideální výsledky korozních testů z velké části zapříčinil polymerní nástřik práškovou barvou. Tyto hodnotící parametry řadí vybrané metody do kvalitativního prostředí C3-C4. Při použití těchto práškových systému můžeme docílit i nejvyšší třídy korozní odolnosti.

6.14 Ekonomické srovnání PPÚ

Po vyhodnocení všech korozních a mechanických parametrů vybraných variant PPÚ je důležité i ekonomické srovnání. Celková cena se výrazně odlišuje v případě ruční varianty odmaštění za použití odmašťovacího přípravku (benzín, líh atd.) a utěrky. V dnešní době už dochází k plné automatizaci průmyslových provozů, a i v tomto měřítku se cena předúprav mírně liší. Z dlouhodobého pohledu dle množství předupraveného materiálu je pak celkový náklad na chemický přípravek diametrálně odlišný. Jednotlivé ceny za předupravený metr čtvereční materiálu byly vypočteny z průmyslových provozů, dle vzorce 5.

Vzorec 5:

$$\frac{Kč}{m^2} = \frac{Cena\ za\ spotřebovanou\ chemii\ (Kč)}{Počet\ předúpravených\ m^2}$$

Tento výpočet lze aplikovat pouze na průmyslové komerční přípravky z důvodu podložených dat za určité období. V tabulce 22 jsou uvedeny ceny jednotlivých předúprav, které vychází ze spotřeb chemie a z nalakovaných metrů čtverečních za rok.

Cena za předupravený metr čtvereční vlastním přípravkem vychází pouze z provozního modelu a laboratorního předpokladu. V případě, kdy byla použita provozní lázeň o objemu lázně 8 litru (stejně jak u PPÚ komerčními přípravky), spotřeba chemikálií by činila 0,044 l 96 % kyseliny sírové a 0,006 l 48 % kyseliny fluorovodíkové. Při ceně kyseliny sírové 148 Kč/l a ceně kyseliny fluorovodíkové 273 Kč/l by se výsledná cena dostala na částku 8,15 Kč za lázeň. V tomto případě se jedná pouze o náklad na vstupní suroviny. Celková spotřeba chemikálií vychází z průmyslového modelu. Celkový objem 0,05 l vstupních chemikálií předupravil cca 5 m^2 materiálů. Z tohoto modelu vyplývá, že by metr čtvereční předupraveného materiálu stál 1,63 Kč. Z dlouhodobého ekonomického hlediska je tato varianta jedna z nejlevnějších, přihlédneme-li k tomu, že se v provozním modelu jednalo o spotřebu chemikálií na nasazení lázně. Zároveň by byla cena ještě mnohem nižší, až o poloviny, při nakupování chemikálií ve velkém množství.

Tabulka 22. *Ekonomické srovnání metod PPÚ*

Technologie	**Cena v Kč/m^2**
Utěrka + odmašťovací přípravek	12,00
Alod	2,00 - 3,50
Feph	0,50 - 1,50
Zrph	1,00 - 1,75
NANO Ti, Zr	1,25 - 2,25
Znph	3,50 - 5,00
VlPPÚ	1,63

7 ZÁVĚR

Tématem této diplomové práce bylo na základě literární rešerše provést přehled možností několika metod předúprav na oceli a hliníkové slitině s následnou aplikací práškové barvy. Poté byla pomocí jednotlivých metod provedena charakterizace spektrálními, korozními a mechanickými zkouškami. V celkovém porovnání se charakteristiky vybraných předúprav výrazně nelišily. První metoda alkalického odmaštění zcela potvrdila předpoklad, že je přípravek v zásaditém prostředí určen na přípravu povrchu materiálu v podobě odstranění mechanických nečistot a organických látek. Z mechanických testů byla tato metoda srovnatelná s konverzními variantami, a to i z pohledu korozní odolnosti. Hlavním důvodem srovnatelných výsledků byla volba kvalitního práškového polymeru. Spektrální analýzy potvrdily, že bylo odmaštění zcela účinné a ze vstupních materiálů byly kompletně odstraněny nežádoucí složky. Ideální využití nachází alkalické odmaštění jako referenční stav pro následné pasivace.

Druhou vybranou metodikou bylo železité fosfátování, které je v průmyslovém měřítku komerčně aplikováno jak na oceli, tak na hliníkových slitinách. Prokazatelná adheze pomocí mechanických testů a celková korozní odolnost okolo 520 hodin v neutrální solné mlze řadí tento přípravek do nejčastěji používaných průmyslových variant, a to i z ekonomického pohledu.

Varianta zirkonového fosfátu je v mechanických vlastnostech a stanovení vytvořené vrstvy na povrchu materiálu srovnatelná s železitým fosfátováním. Jak na oceli, tak na hliníkové slitině byly po 520 hodinách v solné mlze vyhodnoceny téměř ideální parametry nátěrového systému, což řadí tuto metodiku do vyšších korozních tříd. U této varianty PPÚ hraje důležitou roli i ekonomická a ekologická stránka, která řadí tento přípravek do skupiny nejdražších variant.

Nejvyšší korozní odolnosti měly vykazovat dle dodavatele nanopasivace. Z výsledků diplomové práce jednoznačně plyne, že obě použité varianty pasivací jsou srovnatelné s metodou fosfátování. Z pohledu oceli je pro následnou aplikaci lépe vyhovující nanovrstva Zr, jak z mechanických vlastností, tak z pohledu korozní odolnosti. Tento přípravek vykazoval výborné parametry i na hliníkové slitině.

Vlastní navržená předúprava složená ze směsi kyseliny sírové a fluorovodíkové se ukázala jako velice kvalitní konkurenční varianta pro komerční přípravky. Výsledky mechanických

zkoušek a korozní odolnosti byly také zcela srovnatelné jak s pasivačními, tak fosfátovými komerčními přípravky.

Z pohledu průmyslového využití je optimální metodou předúpravy pro ocelové materiály jakákoliv varianta fosfátování, a to z pohledu všech stanovených vlastnosti. Pro hliníkové slitiny je z výsledků optimálním řešením nanopasivace na bázi Zr, která se ukázala jako adekvátní řešení pro následnou aplikaci práškové barvy. Jelikož se všechny vybrané varianty liší, z pohledu mechanických a korozních vlastností minimálně, pak nastává srovnání z ekonomické stránky produktů. Nejlevnější průmyslovou předúpravou z vybraných metod je zcela jednoznačně železitý fosfát, který se s 0,50 Kč/m^2 řadí mezi nejčastější volbu předpovrchové úpravy ocelových i hliníkových materiálů pro následnou aplikaci práškových nátěrových systému. Po započítání ceny chemikálií v průmyslovém měřítku lze říci, že v dlouhodobém horizontu je cena za železitý fosfát srovnatelná s cenou za vlastně navrženou předúpravu. Z diplomové práce vyplývá, že při zvolení kvalitní exteriérové práškové barvy, která byla použita v experimentální části, jen minimálně záleží na použité předúpravě povrchu. Závěrem lze shrnout, že výsledné vlastnosti povrchové úpravy byly určeny vlastnostmi vytvrzeného polymerního povlaku.

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

[1] FERONA, s.r.o.: *Velkoobchod hutním materiálem* [online]. 2016 [cit. 2020-11-11]. Dostupné z: http://www.ferona.cz/

[2] Periodická tabulka: Hliník. STRAKA, Jan. *Periodická tabulka* [online]. 2016 [cit. 2020-01-07]. Dostupné z: http://www.tabulka.cz/prvky/ukaz.asp?id=13

[3] *HP STEEL* [online]. 2015 [cit. 2016-01-07]. Dostupné z: http://www.hpsteel.cz/

[4] MOHYLA, Miroslav. *Technologie povrchových úprav kovů*. 3. vyd. Ostrava: VŠB -Technická univerzita, 2006. ISBN 80-248-1217-7.

[5] OMEGA DESIGN. *IDEAL Trade Service: dodavatel lakovacích linek, kompresorů a chemikálií pro povrchovou úpravu* [online]. 2012, 2016 [cit. 2021-03-20]. Dostupné z: http://www.itsbrno.cz/

[6] KRAUS, Václav. *Povrchy a jejich úpravy*. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2000. ISBN 80-708-2668-1

[7] KUBÍCEK, Jaroslav. *Renovace a povrchové úpravy* [online]. Brno: Ing. Jaroslav Kubíček, 2006. Dostupné z: <http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani /opory_soubory/ renovace_a_povrchové_úpravy_kubíček.pdf>

[8] SZELAG,Petr; CHOCHOLOUŠEK, Jaroslav. *Železnaté fosfátování. MM Průmyslové spektrum*. 2008, č.4, s.70. Dostupné z: http://www.mmspektrum.com /clanek/zeleznate-fosfatovani

[9] PALKOVA, Michaela. *Korozní a chemická odolnost konverzních povlaků*. Brno, 2013. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická. Vedoucí práce Ing. Jaromír Tulka, CSc.

[10] NOVAKOVA, Barbora. *Fosfátové konverzní povrchy*. Brno, 2012. Diplomová práce. Vysoké učení technické, fakulta chemická. Vedoucí práce Ing. Martin Zmrzly, Ph.D.

[11] KONVALINKA, Roman. *Nahrazovaní fosfátovaní konverzními povlaky na bázi zirkonu. Povrchové úpravy* [online]. Praha, 2018, (3), 1-4 [cit. 2021-03-31]. ISSN 0551-7354. Dostupné z: http://povrchoveupravy.cz/PDF/3-2018/PU_2018-03_WEBtext-V3-cl_22.pdf

[12] O povrchové úpravě. *PREFA: Aluminiumprodukte GmbH* [online]. 2015 [cit. 2020-11- 5]. Dostupné z: http://cz.prefa.com/cz/stavebnik/servis/otazky-odpovedi/o-povrchove-uprave.html

[13] JEŽEK, Josef. *Desatero bodů k práškovému lakování. Jevan* [online]. 2012, (4), 3 [cit. 2020-11-15]. Dostupné z: http://www.jevan.cz/cz/hlavni-nabidka/clanky/desatero-bodu-k-praskovemu-lakovani. Text byl sestaven pro školení pořádané ve spolupráci s ČVUT: 4/2012.

[14] ALBIXON: *Prášková lakovna* [online]. 2016 [cit. 2021-04-03]. Dostupné z: http://www.praskovalakovna.cz/

[15] ROŽEK, Pavel. *Nové trendy v povrchových úpravách materiálů – chromování, komaxitování.* In: MŠMT. *Odborný výcvik ve 3. tisíciletí* [online]. SPŠ Uherský Brod, 2010, s. 14 [cit. 2020-10-21]. Dostupné z: http://docplayer.cz/14265394-Odborny-vycvik-ve-3-tisicileti-nove-trendy-v-povrchovych-upravach-materialu-chromovani-komaxitovani.html

[16] BAKSA, Zdeněk. *Diference povrchových ochran v oblasti produkce městského mobiliáře*. Brno, 2013. Diplomová práce. Mendlova univerzita v Brně, Agronomická fakulta. Vedoucí práce Ing. et Ing. Petr Dostal, Ph.D.

[17] TUREK, Tomáš. *Moderní úpravy práškovými laky*. Brno, 2010. Bakalářská práce. Vysoké učení technické, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Jaroslav Kubíček.

[18] HUBLAR, Martin. *Druhy práškových barev a jejich vliv na kvalitu*. Prezentace. Brno.

[19] CINGROŠ, Vladimír. *Aplikace rozhodovací analýzy v praxi*. Plzeň, 2014. Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní. Vedoucí práce Doc. Ing. Milan Edl Ph.D.

[20] TRIBOLÓGIA: *Tribotechnika* [online]. Tech Park, o.z., 2015 [cit. 2020-12-01]. Dostupné z: http://www.tribotechnika.sk/

[21] HUBLAR, Martin. *Princip nanášeni PNH*. Prezentace. Brno.

[22] POWDER COATING UK [online]. 2002-2010. Dostupné z: http://www.powder-coatings.org.uk

[23] SURFIN [online]. 2010. Dostupné z: <http://www.surfin.cz>

[24] DRIML, Bohuslav. *Základní vlastnosti materiálů a jejich zkoušení*. Univerzita Palackého v Olomouci [online]. [cit. 2021-02-01]. Dostupné z: http://chemikalie.upol.cz/skripta/mvm/zkousky_mat.pdf

[25] Coating Thickness Gage: Electronic. *Drillspot: Industrial grate at work* [online]. [cit. 2021-01-20]. Dostupné z: http://www.drillspot.com/products/339013/Defelsko_POSITECTOR_6000_FNS1_Coating_Thickness_Gage

[26] Pull off adhesion testing. *Elcometer* [online]. 2015 [cit. 2021-01-20]. Dostupné z: http://www.elcometer.com/en/coating-inspection/adhesion-testers/pull-off-adhesion-testing.html

[27] RYBNIKÁŘ, František. *Analýza a zkoušení plastických hmot. 1.vydání* . Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1965, 418 s.

[28] ŠUŠKIN N.G.: *Elektronový mikroskop*. Praha: Státní nakladatelství technické litaratury, 1954.

[29] WILBUR, Steven. *Factors Determining Sensitivity in ICP-MS* [online]. 1. 11. 2009 [cit. 2020-10-09]. Dostupné z:http://www.spectroscopyonline.com/factorsdetermining-sensitivity-icp-ms

[30] NĚMCOVA, I. ČERMAKOVA, L. RYCHLOVSKY, P.: *Spektrometrické analytické metody 1. 2.vydani*, Praha, Karolinum. 2004. 166 s. ISBN: 80-246-0776-X

[31] HRIVŇÁK, I. *Elektronová mikroskopia ocelí*: Bratislava: Slovenská akademie věd, 1986. 284 s. ISBN 71-066-86.

[32] SKYBA, Pavel. *Hodnocení koroze u vybraných typů hliníkových slitin pro letecky průmysl*. Brno, 2009. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Doc. Ing. Bohumil Pacal, CSc.

[33] ČSN EN ISO 9227 (038132). *Korozní zkoušky v umělých atmosférách - Zkoušky solnou mlhou*. Idt ISO 9227:2017. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a statni zkušebnictví, 2017.

[34] ČSN EN ISO 17872. *Nátěrové hmoty - Návod na provedeni řezu povlakem na kovových vzorcích pro korozní zkoušky*. Praha: Česky normalizační institut, 2007.

[35] ČSN EN ISO 4628-2. *Nátěrové hmoty - Hodnoceni degradace nátěrů - Klasifikace množství a velikosti defektů a intenzity jednotlivých změn vzhledu: Část 2: Hodnoceni stupně puchýřkování*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a statni zkušebnictví, 2016.

[36] ČSN EN ISO 4628-3. *Nátěrové hmoty - Hodnoceni degradace nátěrů - Klasifikace množství a velikosti defektů a intenzity jednotlivých změn vzhledu: Část 3: Hodnoceni stupně prorezavěni*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a statni zkušebnictví, 2016.

[37] ČSN EN ISO 4628-8. *Nátěrové hmoty - Hodnoceni degradace nátěrů - Klasifikace množství a velikosti defektů a intenzity jednotlivých změn vzhledu: Část 8: Hodnoceni stupně delaminace a koroze v okolí řezu nebo jiného umělého defektu*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a statni zkušebnictví, 2016.

[38] BRYCHTA, Josef, a další. *Nové směry v progresivním obrábění.* [Online] 2007. Dostupné z: http://www.elearn.vsb.cz/archivcd/FS/NSPO/texty.pdf.

[39] HUMÁR,Anton, *Technologie obrábění* 3. část. [Online] 2005. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/oporysave/Dokoncovaci_a_nekonvencni_metody_obrabeni/TI_TO-3.cast.pdf

[40] ŘASA, Jaroslav, GABRIEL, Vladimír. *Strojírenská technologie 3. 1. díl, Metody, stroje a nástroje pro obrábění.* Praha: Scienta, 2005. ISBN 80-7183-337-1.

[41] HOEFT H., SCHWAAB P.. *Investigations towards optimizing EDS analysis by the Cliff-Lorimer method in scanning transmission electron microscopy* [online]. Oxford Instruments, 2009 [cit. 2021-02-12]. Dostupné z: https://analyticalsciencejournals.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/xrs.1300170509

[42] TALBERT, Rodger. *Picking the Correct Pretreatment Before Powder Coating*. [online]. 2019, Vol. 84 Issue 3, p34-35. 2p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.pfonline.com/articles/picking-the-correct-pretreatment-before-powder-coating

[43] WICHELHAUS W.; BUTFERING L., *Cleaning and chemical pretreatment of metals* [online]. Nov2005, Vol. 47 Issue 6, p60. 2p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/294402237_Cleaning_and_chemical_pretreatment_of_metals

[44] TALBERT, Rodger, *The influence of aluminium surface pretreatment on the corrosion stability and adhesion of powder polyester coating*. [ONLINE]. Dec2010, Vol. 69 Issue 4, p316-321. 2p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944010001803?via%3Dihub

[45] HERRMANN, Thomas. *New Technologies and Trends in Powder Coating*. [online]. Oct2014, Vol. 30 Issue 10, p48-51. 3p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://web.b.ebscohost.com/ehost/pdfviewer/pdfviewer?vid=6&sid=b2c7f1e6-bee5-41fd-b8b6-d5aaba49fd65%40pdc-v-sessmgr04

[46] DUNHAM, Bruce. *Zirconium Pretreatments: Not Just for Early Adopters Anymore*. [online]. Jul/Aug2012, Vol. 110 Issue 6, p18-21. 4p. DOI: 10.1016/S0026-0576(13)70215-0.[cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0026057613702150

[47] CHINELATTO, Robertino. *Additives for Powder Coatings.* [online]. Sep2020, Vol. 36 Issue 9, p68-72. 5p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://web.b.ebscohost.com/ehost/pdfviewer/pdfviewer?vid=22&sid=b2c7f1e6-bee5-41fd-b8b6-d5aaba49fd65%40pdc-v-sessmgr04

[48] BINDER, John. *Powder Coating with robots and dense phase technology-a critical blend of advanced technologies.* [online]. 2012, Vol. 110 Issue 9A, p194-198. 5p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/256813764_Powder_Coating_with_Robots_and_Dense_Phase_Technology_A_Critical_Blend_of_Advanced_Technologies

[49] CAHUICH, J.; HEREDIA-LANZ, H. G.; SOSA-BAZ, M. R.; BARTOLO-PÉREZ, P.; OROZCO-Cruz, R.; REYES, J.; PÉREZ, T. *SEM/EDS analysis of corrosion process of industrial alloys in marine environment.* [online]. 2014, Vol. 23 Issue 1, p44-55. 12p. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://acta-microscopica.org/acta/article/view/213

[50] AYNALEM, GEBRE FENTA. *A study on microstructure and mechanical properties of in-situ processed Aluminum alloy composites* [ONLINE]. 2020, P1-19. 19P. DOI: 10.1155/2020/3765791 [CIT. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785321016126

[51] MOORE, Richard; DUNHAM, Bruce. *Zirconization™: The future of coating pretreatment processes: Alternative, phosphate-free, eco friendly pretreatment procedure addresses energy and chemical consumption while improving product quality..* [online]. 2008, Vol. 106 Issue 7/8, p46-55. 10p. DOI: 10.1016/S0026-0576(08)80259-0. [cit. 2021-02-13]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0026057608802590

[52] WASSERBAUER, Jaromír, TKACZ, Jakub, BŘEZINA, Matěj, *Praktikum z kovových materiálů: soubor návodů pro laboratorní cvičení ze zkušebních metod pro charakterizaci kovových materiálů - oceli, mosazi, hliníkových a jiných slitin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2017. ISBN 978-80-214-5463-7.

[53] BAJAT, J.B., POPIČ, J.P., MIŠKOVIČ-STANKOVIČ, V.B. *The influence of aluminium surface pretreatment on the corrosion stability andadhesion of powder polyester coating.* [online]. 2010, Vol. 69 Issue 4, p316-321. [cit. 2021-05-22]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944010001803?via%3Dihub

[54] SINHA, P.K. a R. FESER. *Phosphate coating on steel surfaces by an electrochemical method, Surface and Coatings Technology* [online]. 2002, Vol. 161, č. 2-3 s. 158-168 [cit. 2021-05-22]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897202005212

[55] AIHUA, Yi, WENFANG, Li, JUN, Du, SONGLIN, Mu. *Preparation and properties of chrome-free colored Ti/Zr based conversioncoating on aluminum alloy* [online]. 2012, Vol. 258, č. 16 s. 5960-5964 [cit. 2021-05-22]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433211019362

[56] DUNHAM, Bruce. *Zirconium Pretreatments: Not Just for Early Adopters Anymore* [online]. Jul2012, Vol. 110, č. 6 s. 18-21 [cit. 2021-05-22]. Dostupné z: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0026057613702150

[57] ZHANG S.-L., H.-H. CHEN, X.-L. ZHANG a M.-M. ZHANG. The growth of zinc phosphate coatings on 6061-Al alloy, *Surface and Coatings Technology* [online]. 2008 roč. 202, č. 9, s. 1674-1680 [cit. 2021-05-22]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897207007827

[58] *Stanovení korozní rychlosti elektrochemickými polarizačními metodami* [online]. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická [cit. 2021-05-22]. Dostupné z: http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Stanoven%C3%AD%20korozn%C3%AD%20rychlosti%20elektrochemick%C3%BDmi%20metodami.pdf?redirected

9 SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK

Obrázek 1. Základní schéma broušení 11
Obrázek 2. Povrch surového a tryskaného plechu 12
Obrázek 3. Princip Alkalického odmaštění na testovacím plechu 14
Obrázek 4. Technologie PPÚ Železitým fosfátováním 15
Obrázek 5. Železitý fosfát 16
Obrázek 6. Technologie PPÚ Zirkonovým fosfátováním 16
Obrázek 7. Zirkonový fosfát 17
Obrázek 8. Nanopasivace na bázi zirkonu 18
Obrázek 9. Technologie PPÚ Nanopasivace 18
Obrázek 10. Princip aplikace Corona 20
Obrázek 11. Vypalovací okno vybrané práškové barvy 21
Obrázek 12. Sada pro Mřížkovou zkoušku 23
Obrázek 13. Snímek SEM analýzy 25
Obrázek 14. Schematické znázornění konstrukce solné komory 27
Obrázek 15. Časová závislost korozní odolnosti pro polyesterové povlaky R_p, na různých předúpravách Al povrchu, během expozice 3% NaCl 31
Obrázek 16. Závislost odtrhové síly na čase 31
Obrázek 17. Závislost korozního potenciálu na proudové hustotě 33
Obrázek 18. SEM analýza 34
Obrázek 19. Testovaný vzorek oceli EN 10 130 (vlevo) a hliníku Al 99,5 (vpravo) 36
Obrázek 20. Lázeň předúpravy 37
Obrázek 21. Vzorek s aplikací práškového systému 38
Obrázek 22. Vypalovací křivka práškové barvy EXT90Z 38
Obrázek 23. Vzorek Fe po PPÚ č.1 (vlevo), č.2 Al (vpravo) 39
Obrázek 24. Vzorek Fe po PPÚ č.3 (vlevo), č.4 Al (vpravo) 40
Obrázek 25. Vzorek Fe po PPÚ č.5 (vlevo), č.6 Al (vpravo) 41
Obrázek 26. Vzorek Fe po PPÚ č.7 (vlevo), č.8 Al (vpravo) 41
Obrázek 27. Vzorek Fe po PPÚ č.9 (vlevo), č.10 Al (vpravo) 42
Obrázek 28. Vzorek Fe po PPÚ č.11 (vlevo), č.12 Al (vpravo) 43
Obrázek 29. Potenciodynamické křivky vzorků oceli 44
Obrázek 30. Potenciodynamické křivky vzorků hliníkových slitin 44
Obrázek 31. Vzorek Fe po PPÚ č.1 (vlevo), č.2 Al (vpravo) 46
Obrázek 32. Vzorek Fe po PPÚ č.3 (vlevo), č.4 Al (vpravo) 46
Obrázek 33. Vzorek Fe po PPÚ č.5 (vlevo), č.6 Al (vpravo) 46
Obrázek 34. Vzorek Fe po PPÚ č.7 (vlevo), č.8 Al (vpravo) 47
Obrázek 35. Vzorek Fe po PPÚ č.9 (vlevo), č.10 Al (vpravo) 47
Obrázek 36. Vzorek Fe po PPÚ č.11 (vlevo), č.12 Al (vpravo) 47
Obrázek 37. Vzorek s mřížovou zkouškou 48
Obrázek 38. Vzorek s nalepenými panenkami na odtrhovou zkoušku 48
Obrázek 39. Porušení práškového nátěru přes 2 mm válec 49
Obrázek 40. Vzorek č. 1 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) 50
Obrázek 41. Vzorek č. 2 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) 50
Obrázek 42. EDS analýza vzorku č. 1 51
Obrázek 43. EDS analýza vzorku č. 2 51
Obrázek 44. Vzorek č. 3 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) 52
Obrázek 45. Vzorek č. 4 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) 52

Obrázek 46. EDS analýza vzorku č. 3 ... 52
Obrázek 47. EDS analýza vzorku č. 4 ... 53
Obrázek 48. Vzorek č. 5 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 53
Obrázek 49. Vzorek č. 6 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 54
Obrázek 50. EDS analýza vzorku č. 5 ... 54
Obrázek 51. EDS analýza vzorku č. 6 ... 55
Obrázek 52. Vzorek č. 7 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 56
Obrázek 53. Vzorek č. 8 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 56
Obrázek 54. EDS analýza vzorku č. 7 ... 56
Obrázek 55. EDS analýza vzorku č. 8 ... 57
Obrázek 56. Vzorek č. 9 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 57
Obrázek 57. Vzorek č. 10 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 57
Obrázek 58. EDS analýza vzorku č. 9 ... 58
Obrázek 59. EDS analýza vzorku č. 10 ... 58
Obrázek 60. Vzorek č. 11 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 59
Obrázek 61. Vzorek č. 12 zvětšení 1000x (vlevo) 3000x (vpravo) ... 59
Obrázek 62. EDS analýza vzorku č. 11 ... 59
Obrázek 63. EDS analýza vzorku č. 12 ... 60
Obrázek 64. Vzorek s řezem před NSS zkouškou ... 61
Obrázek 65. Vzorek s řezem po NSS zkouškou ... 61

Tabulka 1. Mechanické vlastnosti a chemické složení oceli ... 9
Tabulka 2. Mechanické vlastnosti a chemické složení hliníkových slitin ... 10
Tabulka 3. Technologické srovnání jednotlivých předúprav ... 19
Tabulka 4. Stanovené parametry potenciodynamické křivky pro vzorky oceli ... 44
Tabulka 5. Stanovené parametry potenciodynamické křivky pro vzorky hliníkových slitin ... 45
Tabulka 6. Naměřené hodnoty práškového systému na jednotlivých vzorcích pomocí Elcometeru 456 ... 45
Tabulka 7. Naměřené hodnoty práškového systému na jednotlivých vzorcích pomocí světelného mikroskopu ... 47
Tabulka 8. Srovnání výsledků odtrhové zkoušky na jednotlivých vzorcích ... 49
Tabulka 9. Srovnání výsledků ohybové zkoušky na jednotlivých vzorcích ... 49
Tabulka 10. Prvkové zastoupení vzorek č. 1 ... 51
Tabulka 11. Prvkové zastoupení vzorek č. 2 ... 51
Tabulka 12. Prvkové zastoupení vzorek č. 3 ... 52
Tabulka 13. Prvkové zastoupení vzorek č. 4 ... 53
Tabulka 14. Prvkové zastoupení vzorek č. 5 ... 54
Tabulka 15. Prvkové zastoupení vzorek č. 6 ... 55
Tabulka 16. Prvkové zastoupení vzorek č. 7 ... 56
Tabulka 17. Prvkové zastoupení vzorek č. 8 ... 57
Tabulka 18. Prvkové zastoupení vzorek č. 9 ... 58
Tabulka 19. Prvkové zastoupení vzorek č. 10 ... 58
Tabulka 20. Prvkové zastoupení vzorek č. 11 ... 60
Tabulka 21. Prvkové zastoupení vzorek č. 12 ... 60
Tabulka 22. Ekonomické srovnání metod PPÚ ... 63

10 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

PPÚ	Předpovrchová úprava
PNH	Práškové nátěrové hmoty
Alod	Alkalické odmaštění
Feph	Železitý fosfát
Zrph	Zirkonový fosfát
NANO	Nanopasivace
Znph	Zinečnatý fosfát
VlPPÚ	Vlastně navržená předpovrchová úprava
ČSN	Česká technická norma
EN	Evropská norma
ISO	Mezinárodní normy vydané International Organization for Standardization
RAL	Vzorník barev
NCS	Natural Color Systém
Tzv.	Tak zvaný (á,é,í)
Tzn.	To znamená
Atd.	A tak dále
TRIBO	Elektrokinetické nabíjení
µm	Mikrometr
NSS zkouška	Zkouška neutrální solnou mlhou
Hm.%	Hmotnostní procento
At.%	Atomární procenta

11 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1 Materiálový list dodavatele pro ocelový materiál 75
Příloha 2 Materiálový list dodavatele pro hliníkový materiál 76

Příloha 1 *Materiálový list dodavatele pro ocelový materiál*

TEST REPORT: 2.2 EN 10204:2004 PAGE No: 1
- izveštaj o ispitivanju (strana br):

PURCHASER: PIKARO TRADING, SE
(kupac) KOŠICE
PROTIFAŠISTICKYCH BOJOVNIKOV 11
TRADING CO: MINERFIN, A.S.
(izvoznik, BRATISLAVA
(primalac) NAMESTIE LUDOVITA STURA 2

CERTIFICATE No: 118308
(uverenje broj)

UGOVOR KUPCA 652953/2
CONTRACT No. MICZ1119CZ
(ugovor broj.)

PRODUCT: COLD ROLLED COILS
(proizvod)
DIMENSIONS: 0,800 X 1000 X
(dimenzije, mm) EN 10131/2006
QUALITY: DC01
(kvalitet): EN 10130/2006
Net Weight (kg): 41370
QUALITY AND SURFACE CONDITION: A M
(kvalitet i stanje površine)

T: CR

DATE OF ISSUE 25/11/2019
(dat.izdavanja)

Transport: 336747729139

COIL No, PACK No, (kotur br. paket br)	HEAT No (šarža br)	MECHANICAL PROPERTIES - MEH.TEH.OSOBINE Re MPa	Rm MPa	Re/Rm %	Elongation on 80 mm %	Cold bend test S	Erichsen test izv.	Hardness (tvrdoca) HRB	HRF	HR30T	Fish scale test (B2)	r	n	Melt furnace prod.
359875	157996	213	324	,66	34									Y
359876	157999	213	324	,66	34									Y
359878	157996	225	325	,69	36									Y
726403	157996	225	325	,69	36									Y
726500	157999	213	324	,66	34									Y

CHEMICAL COMPOSITION OF HEAT - HEMIJSKI SASTAV SARZE (%)

	157996	157999
C	0,06	0,07
Mn	0,39	0,39
Si	0,007	0,010
P	0,010	0,010
S	0,007	0,006
Al	0,030	0,032
Cu	0,02	0,02
Cr	0,02	0,02
Ni	0,02	0,02
Mo	0,003	0,003
Ti	0,001	0,001
V	0,001	0,001
Nb	<0,001	<0,001
N	0,004	0,005
As	0,003	0,003

Measured values of alpha and beta/gamma surface contamination of the examined goods are for alpha emitters lower than 4 Bq/100cm2, as well as for beta/gamma emitters lower than 40 Bq/100cm2

We hereby declare that above mentioned products were manufactured in accordance with specifications and contract requirements.

Statement of compliance with the order, with indication of results of non-specific inspection

QUALITY ASSURANCE
OBEZBEDJENJE KVALITETA

Document is valid without signature and stamp.

Příloha 2 *Materiálový list dodavatele pro hliníkový materiál*

ALINVEST	**AL INVEST BŘIDLIČNÁ, a.s.** Bruntálská 167, 793 51 Břidličná, Czech Republic Tel.: +420 554 22 1111 Fax: +420 554 22 2700 www.alinvest.cz e-mail: info@alinvest.cz	Strana/ Page/ Blatt 1/1

ČSN EN ISO 9001:2016	**Inspekční certifikát/ Inspection certificate/ Abnahmeprufzeugnis** **3.1. ČSN EN 10 204**	Dokument č./ Document No./ Dokument Nr.: **MEC 2046/20**

Příjemce/Customer/Käufer :	Zakázka č./ Order No/ Bestellung Nr.:	Kontrakt č./ Order No Customer/ Auftransbetätigung :	Výrobek/Product/ Erzeugnisform :
Sklad 51 - Hradec Kralove	10567401	658090/W	Al plech

Specifikace/ Specification acc standards/ Ausführung der Ware :	Množství/ Quantity/ Anzahl : (Netto)	Rozměr/ Dimensions/ Abmessung (mm) :
EN 485-2 EN AW 1050A (Al99,5) H24 EN 485-1,573-3,PN 42 7305 9O0474M	235 ks - 1015 kg	0,8 x 1000 x 2000

Výsledky mechanických zkoušek/ Results of mechanical tests/ Prüfungsresultate

Zkouška č. Test No Probe Nr.	Tavba č. Cast No Schmelz. Nr.	Pás č. Coil No Bänd Nr.	Rm MPa	Rp0,2 MPa	A50 %	A10 %	tl. mm
2747	D 696	2	144,4	142,5	4,1	4,7	0,8

Chemický rozbor/ Chemical analysis/ Chemische Analyse

Zkouška č. Test No Probe Nr.	Tavba č. Cast No Schmelz. Nr.	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Ti	Zn	Cr
2747	D 696	99,61	0,00386	0,00111	0,00853	0,08867	0,22565	0,02614	0,00439	0,00072

Poznámky :
1
Balení: Pack 1

CE 1020/07	ES Certifikát č. 1020 - CPR - 070033419 ČSN EN 15088:2006

Tímto způsobem potvrzujeme, že výše popsaný materiál byl testován a vyhovuje podmínkám zakázky dle smlouvy.
We hereby confirm that the material described above has been tested and complies with the terms of order contract.
Auf diese Weise wir beweisen, dass dieses Material beschreiben höhr war getestet und ist entsprechend mit die Bedinungen den Auftrag des Kontraktes.

Datum vystavení Date Austellungs datum	Zkoušku provedl Test carried out by Probe hat durchgefrührt	Atestace Engineering inspektion Technische Kontrolle	Vystavil Issued by Es hat ausgestellt
10.2.2020	Mrhalová Petra technician of laboratory		Tučková Naděžda quality officer

ALINVEST