

Využití nanočástic oxidu titaničitého při povlakování fluorplastovými povlaky



Ing. Irena Lysoňková, Ing. Jaromír Cais, Ph.D.,
prof. Ing. Štefan Michna, Ph.D.

Využití nanočástic zaznamenává v dnešní době značný rozvoj. Jejich potenciál má velké využití téměř ve všech odvětvích. Jako nanočástice označujeme částice s velikostí pod 100 nm a v tomto případě je využíváme díky jejich velikosti ve vztahu k velikosti nanovrstvy. V tomto článku se popisuje využití nanočástic oxidu titaničitého v PFTE (polytetrafluorethylen) povlacích využitých na pracovních plochách hliníkových slitin, kde je důležité neustálé zvyšování užitečných vlastností, jako jsou tvrdost a drsnost. Konkrétně by toto vylepšení mělo být využito v automobilovém průmyslu pro lisování pneumatik. Oxid titaničitý se přidává za účelem zvýšení tvrdosti povrchu, oteruvzdornosti a odolnosti vůči opotřebení.

Povlakovaný materiál

Povlakovat PFTE povlaky je možné různé materiály, ovšem tento článek je zaměřen na hliníkové slitiny typu Al-Si. Konkrétně se jedná o slitinu typu Al-Si-Cu-Mg, z které se odlévají nízkotlakým litím formy pro výrobu pneumatik. V procesu výroby pneumatik v Al formách se používají teploty 170–200 °C a proto je nutné, aby byl brán zřetel na mechanické vlastnosti za zvýšených teplot. Jedná se o náhradu doposud využívaných slitin typu Al-Mg a Al-Si. [1]

Konkrétní složení povlakované slitiny bylo identifikováno pomocí spektrální analýzy a je uvedeno v tabulce 1. Měření bylo provedeno

prostřednictvím optického emisního spektrometru Q4 TASMÁN. Výsledné chemické složení je průměrem hodnot z pěti měření.

Fluorplastový povlak

Uvedená slitina se povlakuje PFTE povlaky, které mají za úkol zvýšit trvanlivost využití hliníkových forem. Odstavení hliníkových forem je nutné vždy zhruba po 2500 až 2700 lisovacích cyklech, kdy je nutné formu odstavit, rozestat na jednotlivé segmenty a vyčistit pomocí mechanického čištění – ocelovými kartáči, suchým ledem či otrýskáváním pískem. Každá odstávka samozřejmě způsobuje finanční ztráty, proto je nutné tyto prostoje minimalizovat. Samotný povlak zvyšuje počet cyklů bez čištění o 200–400 % a pomocí přídatku nanočástic je snaha dosáhnout dalšího navýšení.

Tento nanopovlak je o tloušče několika stovek nm. Postup povlakování je: odmaštění – moření – oplach – ponor v metalické lázni – oplach – osušení – nanosení finálního povlaku – vypálení povlaku. Oxid titaničitý se přidává do finálního povlaku v různých procentuálních koncentracích. [2]

Oxid titaničitý

Oxid titaničitý je velmi využívanou sloučeninou, ovšem v nynější době se jedná spíše o využití částic o velikosti 200–300 nm. Tyto částice se využívají v různých odvětvích, například jako potravinářské barvivo

E 171 k bělení mléka, výrobě žvýkaček, zubních past či jako pigment do nátěrových hmot, polymerů, keramiky a papíru. V dnešní době se rozvíjí výzkum nanočástic oxidu titaničitého. [3]

Plán a příprava experimentu

Všeobecně lze říci, že experiment spočívá v přípravě vzorků (technologické předúpravy) a povlakování PFTE povlaky s přídatkem oxidu titaničitého v různých koncentracích.

Způsoby jednotlivých předúprav vzorků:

- oddělení pásovou pilou,
- frézování,
- broušení brusnými zrnky SiC o zrnitosti 80,
- broušení brusnými zrnky SiC o zrnitosti 800,
- leštění.

Koncentrace nanoprášku TiO₂ v roztoku:

- 0 %,
- 2 %,
- 5 %,
- 9 %.

Vyhodnocení drsnosti

Ukazatelem takto vylepšeného povlaku jsou hodnoty drsnosti, konkrétně parametry Ra, Rz a Rt, které byly měřeny na Hommel Tester T8000 dle normy ČSN EN ISO 4288. Měření probíhalo v podélné a následně kolmé poloze. Každé měření bylo opakováno 10x a v tabulce 2 jsou jejich aritmetické průměry.

Tab. 1

Prvek	Al	Si	Cu	Fe	Mn	Mg
Obsah (%)	85,98	10,7	1,02	0,42	0,31	0,56

Tab. 2

Povrchová úprava	0 % TiO ₂						2 % TiO ₂					
	podél			kolmo			podél			kolmo		
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]
Uříznutý pásovou pilou	13,22	71,10	117,43	2,16	12,05	19,91	12,42	62,39	141,75	2,53	13,41	22,91
Frézovaný	2,96	12,65	14,81	0,70	5,23	8,44	2,77	12,30	15,26	0,73	5,01	7,39
Broušený 80	1,17	8,32	11,17	1,15	7,51	10,67	0,90	5,46	7,12	1,21	8,45	10,67
Broušený 800	0,29	1,54	2,02	0,27	1,50	1,93	0,52	2,73	3,71	0,37	1,95	2,94
Leštěný	0,54	2,63	4,74	0,52	2,29	3,57	0,47	2,17	3,28	0,48	2,09	2,91
Povrchová úprava	5 % TiO ₂						9 % TiO ₂					
	podél			kolmo			podél			kolmo		
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rt [μm]
Uříznutý pásovou pilou	10,82	57,61	125,25	2,96	16,56	26,83	11,03	57,25	106,53	2,04	11,57	16,53
Frézovaný	1,90	9,52	12,69	1,71	9,55	12,33	1,71	9,37	12,33	2,18	10,84	13,79
Broušený 80	1,03	7,26	10,11	1,15	7,03	9,38	1,32	8,01	12,01	0,92	5,78	7,80
Broušený 800	0,21	1,15	1,82	0,11	0,61	0,91	0,64	3,13	4,44	0,37	1,92	2,67
Leštěný	0,42	2,08	3,06	0,45	2,71	3,91	0,45	2,31	3,29	0,45	2,06	2,95

Tab. 3

Povrchová úprava	Obsah TiO ₂			
	0%	2%	5%	9%
Uříznutý pásovou pilou	83	91	79	79
Frézovaný	82	84	83	83
Broušený 80	82	85	82	82
Broušený 800	92	87	90	83
Leštěný	82	83	81	83

Tab. 4

Prvek	Hmotnostní koncentrace [%]	Atomová koncentrace [%]
Kyslík	33,21	44,88
Titan	26,03	11,75
Hliník	22,42	17,96
Křemík	6,91	5,32
Uhlík	11,08	19,94
Železo	0,35	0,14

Vyhodnocení tvrdosti

Dále byla vyhodnocována tvrdost dle Brinella při zatížení 62,5 KgF HB10 na přístroji ERNST Härteprüfer Sa dle normy ČSN EN ISO 6506-1. Na každém vzorku se měření opakovalo 10x a z něho se provedl výpočet aritmetického průměru. Jednotlivé hodnoty jsou uvedeny v tab. 3.

Identifikace nanočástic oxidu titaničitého

V poslední části došlo k identifikaci jednotlivých částic oxidu titaničitého, jeho velikosti a rozložení. K analýze byl využit skenovací elektronový mikroskop TESCAN Vega 3 vybavený EDS analyzátozem BRUKER X-FLASH a leštěný vzorek s koncentrací 2 % a 9 % oxidu titaničitého.

Na obrázku 1 můžeme pozorovat jednotlivé částice oxidu titaničitého v 2 % povlaku. Identifikace proběhla pomocí plošné EDS analýzy, kdy je jedna částice označena čtverečkem. Celkově jsme analyzo-

vali tři částice se stejnou morfologií a zabarvením, kde plošné EDS analýzy prokázaly přítomnost oxidu titaničitého. V tab. 4 jsou uvedeny výsledky ze zmíněné EDS analýzy. Kromě prvků obsažených v nanopovlaku a nanočásticích (Ti, O₂, F, C, Fe) i prvky ze základního materiálu (Al, Si).

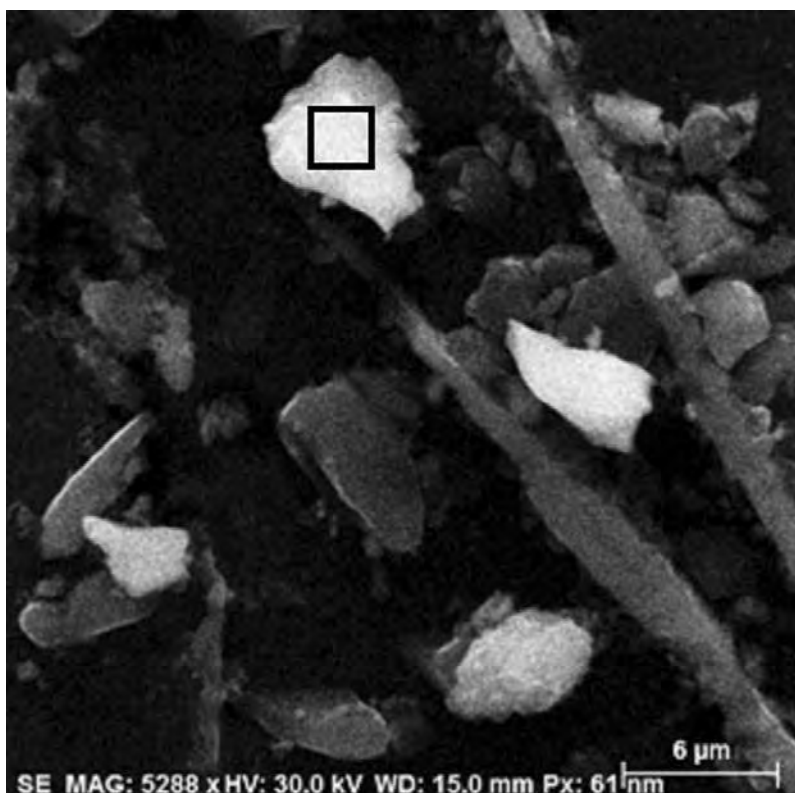
Na obrázku 2 je ukázáno, jak proběhla bodová identifikace částic. Na tomto snímku je možné pozorovat shlukování jednotlivých částic díky elektrostatické síle. Částice je označena křížkem. Tabulka 5 poukazuje na stejné výsledky EDS analýzy, tedy nanočástice (Ti, O₂, F) a prvky základního materiálu (Al, Si).

Tab. 5

Prvek	Hmotnostní koncentrace [%]	Atomová koncentrace [%]
Hliník	24,17	21,17
Křemík	8,17	6,87
Kyslík	35,05	51,78
Titan	27,21	13,43
Fluor	5,41	6,74

Shrnutí

V tomto článku je popsáno povlakování fluorplastovým povlakem s přídavkem nanočástic oxidu titaničitého za účelem vylepšení jeho vlastností. Na vzorky byl tedy nanášen povlak bez oxidu titaničitého a povlak s koncentracemi 2 %, 5 % a 9 %. Vyhodnocení proběhlo pomocí měření drsnosti, tvrdosti a analyzováním částic pomocí EDS analýzy na skenovacím elektronovém mikroskopu. Pomocí elektronové mikroskopie jsme identifikovali zachycení jednotlivých nanočástic oxidu titaničitého. Ze snímků jsme identifikovali shlukování nanočástic, které je nežádoucí.



Obr. 1

Tvrdość byla hodnocena dle Brinella při zatížení 62,5 KgF HB 10. Zde můžeme podle výsledků vyhodno-

tit jako nevhodnější předúpravu frézování s kombinací 2% roztoku oxidu titaničitého, jelikož vyšší kon-

centrace oxidu titaničitého nevykázala znatelné zvýšení tvrdosti.

Pomocí skenovací elektronové mikroskopie jsme identifikovali zachycení jednotlivých nanočástic oxidu titaničitého. Jedním z problémů je ovšem jejich shlukování, které není žádoucí.

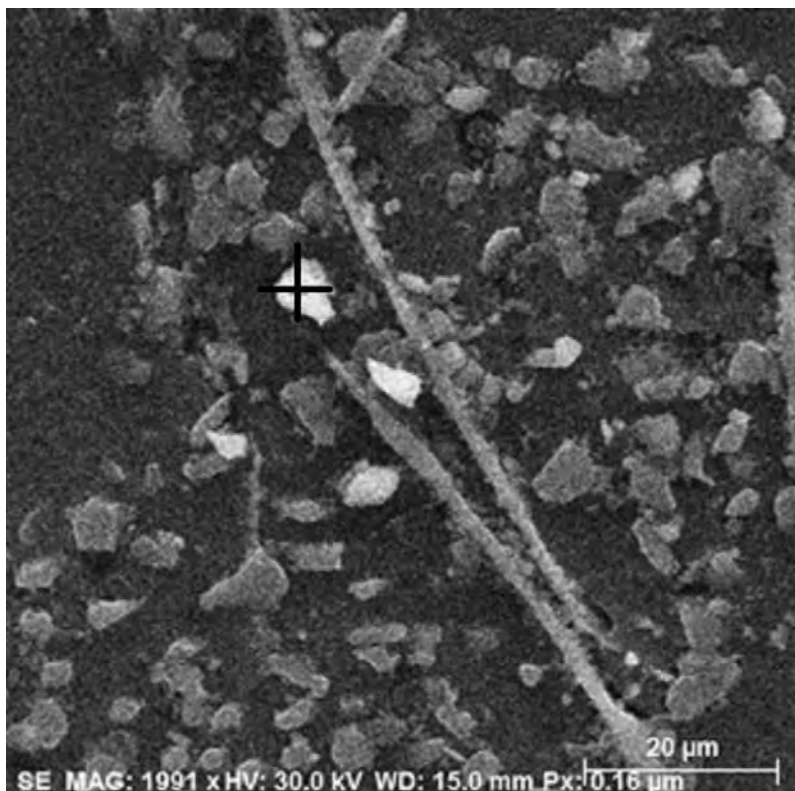
Jelikož při přidávání nanoprášku oxidu titaničitého do finálního povlaku se roztok promíchával pouze ručně, mohlo dojít k nepravidelnému rozložení nanočástic v povlaku. Tento postup mohl napomoci zmíněnému shlukování. Při aplikaci finálního povlaku docházelo k usedání značné části oxidu titaničitého na dně nádoby, což mohlo způsobit zkreslení vyhodnocovaných vlastností. Vhodné by tedy při dalším výzkumu bylo využití nějakého míšícího zařízení (např. magnetické či hřídelové míchačky).

Poděkování

Tento článek byl vytvořen díky financování z projektu č. 48202 15 0010 01 „SGS“ v rámci specifického výzkumu na vysokých školách na FVTM UJEP.

Zdroje

- [1] MICHNA, Š., CAIS, J.: *Hliníková slitina zejména pro výrobu odliteků segmentu*. PV 2015-521. Česká republika.
- [2] MICHNA, Š., WEISS, V., HONZÁTKO, R., CAIS, J.: *Zavedení technologie chemického povlakování Al forem za vzniku ochranných nanovrstev*. Užiténý vzor: 13420/13:43885462.
- [3] PROCHÁZKA, J.: *Studium vlastností nanočástic oxidu titaničitého*. Praha, 2009. Disertační práce. Karlova universita v Praze. Prof. RNDr. Ladislav Kavan, DSc.
- [4] SVOBODOVÁ, J., KUŠMIERCZAK, S.: *New trends in surface pre-treatment*. Toyotarity. Value Engineering of Processes. Borkowski, S., Stasiak-Betlejewska, R. Fakulty of Logistics University of Maribor: AWR Edytor, 2012. ISBN 978-961-6562-60-7 ■



Obr. 1



NABÍDKA ČINNOSTÍ VTP 2017 - ANALÝZY, ZKOUŠKY, MĚŘENÍ

NEDESTRUKTIVNÍ MĚŘENÍ

Stanovení profilu povrchu, geometrických tolerancí vzniklých ve výrobě, zjišťování vad v materiálu, kontrola těžko dostupných míst, monitorování vysokorychlostních procesů, zjišťování odolnosti vůči korozi, kontrola tloušťky nátěrů a povrchových vrstev po ošetření materiálů.

- ❖ Měření parametrů drsnosti povrchu
- ❖ Kruhovitosti
- ❖ Termovizní měření
- ❖ Měření ultrazvukem,
- ❖ Měření pomocí videoskopu, digitální makrozáznamy
- ❖ Možnost vysokorychlostního snímání pomocí vysokorychlostní kamery (150.000 fps)
- ❖ Fraktografické analýzy lomových ploch, EDX a analýzy materiálů
- ❖ Externí analýza chemických prvků v materiálu – přenosný spektrometr
- ❖ Složení plyných směsí, stanovení plynnů
- ❖ Detekování povrchových vad pomocí kapilární zkoušky
- ❖ Celkové hodnocení makro a mikrostruktury - velikost zrna, rekrystalizace, velikost dendritických buněk, metalurgická kvalita materiálu, poretita, vměstky, kvantitativní měření jednotlivých strukturálních složek pomocí obrazové analýzy ve 2D a 3D atd.
- ❖ Hodnocení korozního napadení - kvantifikace (hloubka napadení, tloušťka po korozi apod.), zkoušky v korozní komoře s vyhodnocením, zkoušky odolnosti materiálu na mezikrystalovou korozi atd.
- ❖ Přesné měření tloušťky povrchových vrstev metalograficky - povlaků, nátěrů, elox vrstvy, pasivních vrstev, kovových povlaků, měření nitridované a cementované vrstvy atd.

DESTRUKTIVNÍ MĚŘENÍ

Stanovení mechanických vlastností materiálů, zbytkových napětí v materiálu, zjišťování chemického složení vstupních i výstupních materiálů z výroby.

- ❖ Pevnost R_m , Smluvní mez kluzu R_p , Tažnost A, Kontrakce Z a další
- ❖ Tvrdost podle Brinella, Vickerse, Knoop a Rockwella, měření mikrotvrdosti
- ❖ Měření zbytkových napětí
- ❖ Zkoušení fyzikálních parametrů dopravních pásů s textilní kostrou
- ❖ Měření chemického složení materiálu (Cu slitiny, Al slitiny a oceli)
- ❖ Stanovení obsahu látek v tuhých materiálech a kapalinách

SPECIÁLNÍ ZKOUŠKY

- ❖ Zkoušky zabíhavosti
- ❖ Zkouška charakteru a tvaru třísky
- ❖ Legování, očkování, modifikování, výtěžnosti tavicího procesu, metalurgické čistoty atd.
- ❖ Kvantitativní měření jednotlivých strukturálních složek pomocí obrazové analýzy (velikost a počet intermetalických fází, % poretity, velikost vměstků)
- ❖ Termodynamická analýza
- ❖ Měření sečné tuhosti podkladnic kolejových systémů
- ❖ Stanovení tvrdosti měkkých a středně tvrdých materiálů (guma, pryž, pryskyřice)
- ❖ Identifikace složení plynů při odpaření a přetavování, složení organických směsí, těkavých látek

CHEMICKÉ ZKOUŠKY

- ❖ Příprava roztoků o přesné koncentraci, pufrů a činidel
- ❖ Chemické leptání kovů a slitin pro pozorování mikro a makrostruktur
- ❖ Elektrolytické leptání Al slitin
- ❖ Elektrolytické leštění různých kovových materiálů
- ❖ Stanovení vodivosti
- ❖ Stanovení pH
- ❖ Stanovení rozpuštěného kyslíku
- ❖ Stanovení železa (spektrofotometricky)
- ❖ Stanovení mědi (spektrofotometricky)
- ❖ Stanovení mědi ve vodných roztocích a kovových materiálech
- ❖ Stanovení manganu (spektrofotometricky)
- ❖ Stanovení amonných iontů (spektrofotometricky)
- ❖ Stanovení chloridu amonného ve vodném roztoku
- ❖ Stanovení peroxidu vodíku
- ❖ Stanovení čísla kyselosti motorové nafty

PRO ZDOKONALOVÁNÍ PROCESŮ V PODNICÍCH NABÍZÍME NÁSLEDUJÍCÍ ANALÝZY

- ❖ Analýza zákazníkem (managementem podniku) určeného podnikového procesu z hlediska věcného, z hledisek času, nákladů, kvality, personální náročnosti, a následný návrh změn procesu s cílem jeho zdokonalení.
- ❖ Analýza podnikových logistických procesů s cílem jejich zdokonalení.
- ❖ Výzkum, řešení problémů a optimalizace vlastností hliníkových materiálů v oblasti tavení, odlévání, tváření, obrábění, korozních vlastností a povrchové ochrany materiálů
- ❖ Navrhování brousících kotoučů pro konkrétní materiál a požadovanou jakost povrchu. Analýza změn v povrchové vrstvě při jejím zatížení.
- ❖ Řešení technologických problémů a optimalizace technologií v oblasti zpracování hliníkových materiálů.
- ❖ Řešení technologických problémů a optimalizace technologií v oblasti zpracování hliníkových materiálů.

VZDĚLÁVACÍ KURZY Z OBLASTÍ

OBECNÉ OBLASTI

CNC programování, CAM, CAD, Nakládání s nebezpečnými látkami, atd.

TECHNOLOGIE a MATERIÁLY

Metalografie, Fraktografie, Vyhodnocování struktur, Technické materiály, Slévárství, Obrábění, Broušení, atd.

MANAGEMENT a EKONOMIKA

Základy ekonomie, Marketing, Logistika, Podnikové procesy, atd.

