

Porovnání mechanických vlastností ochranných systémů různými zkušebními metodami

JANČA Ondřej^{a)}, HOLUŠA Radim^{a)}

*a) Zkušební laboratoř č. 1105.2 akreditovaná ČIA o.p.s. dle ČSN EN ISO/IEC 17025:2018;
Vývoj formulací PUR barev a QC nátěrových hmot/Akrylmetal;
SYNPO akciová společnost, S. K. Neumanna 1316, 532 07 Pardubice- Zelené Předměstí
(www.synpo.cz, www.akrylmetal.cz)*

Souhrn

Praktické porovnání mechanických vlastností různých druhů reálně používaných povrchových úprav na ocelovém substrátu. Zaměření na zkoušky tvrdosti a abraze se snahou zjistit zda existují spojitosti mezi jednotlivými metodami.

Úvod

Metodika zkoušení povrchových úprav (dále PÚ), jejich vlastností, odolností, se neustále rozvíjí, posouvá a zdokonaluje. Mechanické vlastnosti, zejména tvrdost, lze měřit různými postupy s různými výsledky. Existuje ale nějaká spojitost napříč metodami pro daný typ PÚ? Tvrdost dle Buchholze je vysoká, máme jistotu že bude PÚ odolná i ve zkoušce Scratch testem nebo oděru abrazivem? Několik PÚ bylo takto zkoušeno a vyhodnocováno různými metodami s následným porovnáním.

Přehled PÚ a příprava pro testování

Pro účel této práce byly vybrány vrchní nátěrové systémy z produktové řady Akrylmetal, které se liší svými vlastnostmi a použitím. Dále byla do testu zahrnuta komerčně dostupná fólie používaná k polepu automobilů a kataforézní epoxidový povlak, jenž byl vybrán jako srovnávací standard. Detailní popis testovaných povlaků je uveden v tabulce č.1.

Jako pokladový substrát byl zvolen ocelový plech, typ S-46 (Q-Lab Corporation) o rozměru 150 x 100 x 1 mm. Na ocelový podklad byl aplikován vzduchovým stříkáním plnič LV PL 370 v suché tloušťce (DFT) cca 80 - 90 μm . Po obroušení plniče byla následně aplikována testovaná povrchová úprava v DFT cca 70 - 80 μm . Takto připravené povrchové úpravy byly před vlastním měřením plně vytvrzeny. Pouze kataforézní povlak (dále KTL) byl aplikován přímo na ocelový substrát, na konverzní vrstvičku tri-kation fosfátu (Zn, Ni, Mn), v DFT cca 40 μm . Aplikace plniče pod finální povrchovou úpravou byla zvolena z důvodu testování na reálných systémech a potlačení samotného vlivu velmi tvrdého ocelového substrátu.

Tabulka č. 1: Informace o testovaných PÚ

Typ PÚ	Popis	Použití	Výrobce
1K - VP 402	1K fyzikálně zasychající nátěrová hmota, plněná	Pro lakování interiových plastových dílů	Synpo
Fólie Oracal	Typ Oracal 951, odstín RAL 3000	K polepu dopravních prostředků	Oracal
LV AKZ 411	2K polyuretanová nátěrová hmota, antikorozi, plněná a UV odolná	Antikorozi nátěrová hmota na ocelové podklady, vhodná na stupeň korozi agresivity C3	Synpo
LV CC 100	2K polyuretanový transparentní lak, lesklý, elastický	Jako vrchní transparentní vrstva s vysokou odolností na povětrnosti a UV stabilitou, průmyslové použití	Synpo
LV CC 220	2K polyuretanový transparentní lak, lesklý, vysoce odolný	Jako vrchní transparentní vrstva s vysokou odolností na povětrnosti a UV stabilitou, použití v automotive	Synpo
LV CC 250	2K polyuretanový transparentní lak, lesklý, vysoce odolný s Nano úpravou	Jako vrchní transparentní vrstva s velmi vysokou odolností vůči mechanickému poškrábání a vyšší UV stabilitou	Synpo
LV EM 020	2K polyuretanový email, lesklý	Jako vrchní nátěr kovových a plastových předmětů vhodné především pro úpravu karoserií dopravních prostředků a kvalitní průmyslové lakování	Synpo
LV EM 050	2K polyuretanový email s Nano úpravou, lesklý	Jako vrchní nátěr kovových a plastových předmětů s vysokou odolností proti poškrábání a oděru	Synpo
EP KTL	Epoxidový KTL nátěr na vrstvě tri-kation fosfátu, RAL 9005, pololesk	Vysoce odolný antikorozi nátěr s použitím především v automotive průmyslu	Electropoli

Metodika testování

Pro testování určených PÚ byly voleny nejběžnější zkoušky pro měření tvrdosti s přidanou zkouškou odolnosti v oděru. Provedeny byly následující zkoušky viz. tabulka č. 2.

Tabulka č. 2: Přehled provedených testů

Zkouška	Norma	Popis	Měřená veličina/ jednotka
Scratch test (odolnost proti vrypu)	ČSN EN ISO 1518-1	Zatížení hrotu v N, který „škrábe“ PÚ	povrchová i kohezní tvrdost Newton (N) + poškození
Tvrdost tužkami	ČSN EN ISO 15184	Tužka různé tvrdosti se závažím „škrábe“ PÚ pohybem vpřed	povrchová i kohezní tvrdost, tužka dané tvrdosti + poškození
Tvrdost dle Buchholze	ČSN EN ISO 2815	Vryp pomocí hrany se závažím po dobu 30s	povrchová i kohezní tvrdost, mm délky vrypu převedeny na jednotky tvrdosti
Tvrdost na kyvadle (Persoz)	ČSN EN ISO 1522	Doba útlumu kyvu kyvadla	Povrchová tvrdost v % k referentu
Odolnost v oděru (Taber)	ČSN EN ISO 7784-2	Oděr pomocí abrazivních kol po 1000 cyklech, 1 kg závaží	povrchová i kohezní tvrdost, Δm obroušené PÚ

Zkouška Scratch testem simuluje běžné poškrábání a vznik defektu předmětem s vysokou tvrdostí se špičkou (roh, hrana předmětu, nůž, tyč), ke kterému může dojít ve výrobě, při manipulaci či běžném používání uživatelem. Závaží je volitelné na škále od 50g (0,5 N) až po 2000g (20N), které zatěžuje 1 mm kuličku z kalené oceli. Pohyb po PÚ je plynulý po celé šířce testovaného panelu. PÚ byly vyhodnocovány okamžitě a následně po 24 hodinách, kdy došlo k určité regeneraci povlaku. Výsledkem

je tedy síla závaží v Newtonech (N), která ještě nezpůsobí defekt v PÚ (Scribe – S) trvalý i po regeneraci. Výsledky jsou vyjádřeny Ø – bez defektu, Ø/S – viditelný defekt, který je vratný regenerací, S – scribe – trvalý povrchový vryp do PÚ, P – penetrace skrze PÚ na podklad. S rostoucí silou roste i tvrdost PÚ.

Zkouška tvrdosti pomocí tužek má zjistit obdobné vlastnosti PÚ jako Scratch test. Tužka různé tvrdosti (17 tříd tvrdosti od nejměkčí (6B) po nejtvrďší (9H)) s kolmou hranou atakuje PÚ, na kterou působí závaží 750 g na kolečkách. Poškození je rovněž hodnoceno ihned a po 24h regeneraci. Výsledkem je označení tužky, kdy ještě nedošlo k S – scribe poškození po regeneraci.

Zkouška tvrdosti dle Buchholze prověřuje povrchovou i kohezní tvrdost PÚ. Ocelové kolečko s ostrou hranou (120°) je po dobu 30s zatíženo pod závažím 500g na PÚ. Délka vrypu se měří pod magnifikací v milimetrech. Dané délce vniku odpovídá hodnota tvrdosti dle Buchholze. S rostoucí délkou vrypu klesá tvrdost PÚ.

Zkouška tvrdosti pomocí kyvadla (model Persoz) prověřuje zejména povrchovou tvrdost povlaků. Na vzorek PÚ je posazeno kyvadlo na dvou kuličkách z leštěné oceli, které jsou rozkřívány s max. úchylkou, a počítá se doba útlumu v sekundách do minimálního výkyvu. Jako standard byl zvolen čistý ocelový substrát, použitý pro aplikace PÚ. Sekundy útlumu jsou v % vztaženy na tvrdost standardu.

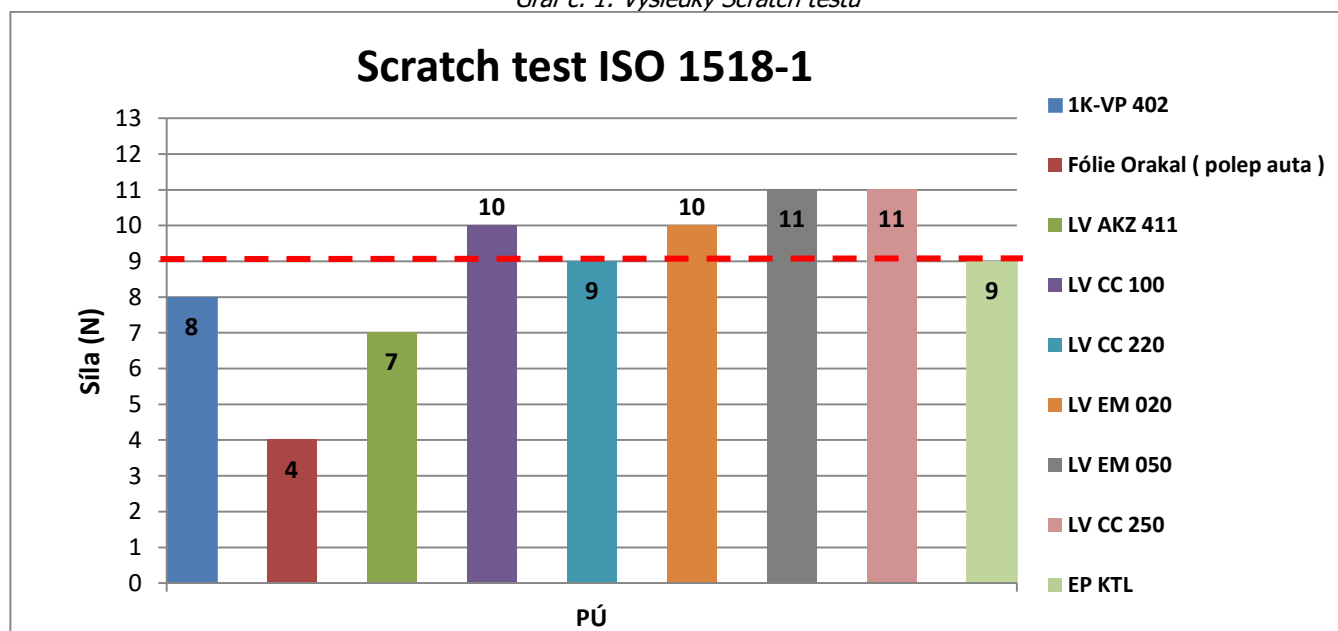
Jako poslední zkouška, která striktně neměří tvrdost ale kombinaci různých vlastností, byla použita odolnost v oděru na Taberově přístroji. Dvě abrazivní gumová kola zrnitosti CS-10 se otáčejí proti sobě pod závažím 1000g a obrušují tak PÚ, který se rovněž otáčí. Výsledkem je rozdíl v miligramech (Δm) na počátku a po 1000 cyklech oděru.

U všech testovaných PÚ byly změřeny jednotlivé vrstvy a celková tloušťka DFT v μm pomocí magnetické indukce viz tabulka č.3.

Diskuse výsledků

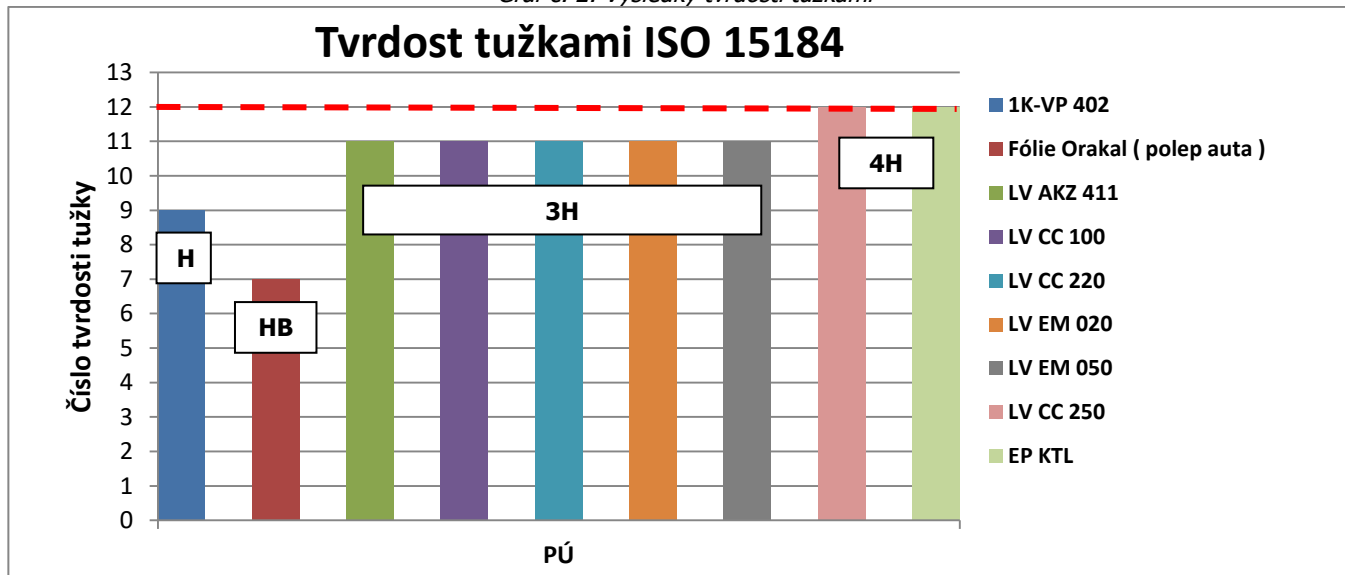
Výsledky všech zkoušek byly přepočítány na % vůči referentnímu povlaku KTL. Ve zkoušce Scratch testem dosahovaly nejlepších výsledků PÚ: **LV CC 250** a **LV EM 050** s hodnotami 11 N, což odpovídá 122,2 % referenčního vzorku KTL. Tyto topcoaty (CC 250 a EM 050) jsou vysoce síťované s obsahem anorganických nanočástic, které přispívají vysoké povrchové tvrdosti a odolnosti proti scratch testu, oděru atd. Naopak nejnižší tvrdosti disponovala PÚ: Fólie Oracal s hodnotou 4 N, a tedy tvrdosti 44,4 % vůči referentu. Z grafu je rovněž patrné, že PÚ: LV CC 100, 220, LV EM 020, 050 a LV CC 250 s KTL mají velice podobnou odolnost ve Scratch testu. Odchytky mohou být způsobeny subjektivností vyhodnocení ± 1 N.

Graf č. 1: Výsledky Scratch testu



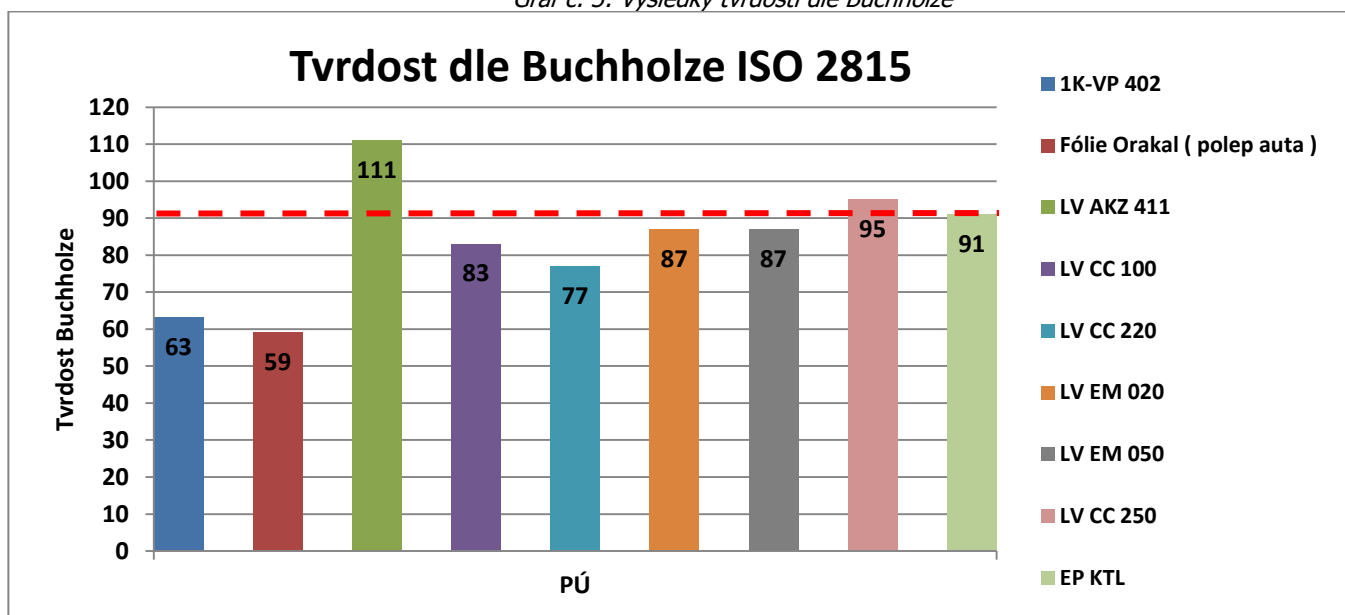
Hodnoty tvrdostí zkouškou tužkami ukázaly obdobné výsledky jako v předchozím testu. Nejvyššími hodnotami disponovaly PÚ: **LV CC 250** a **KTL** s tvrdostí 4H, což je 100 % referentu. Porovnatelné hodnoty díky subjektivnosti (± 1 tvrdost) měly i PÚ: LV AKZ 411, LV CC 100, 220 a LV EM 020, 050 s tvrdostí 3H a 91,7 % referentu. Opět nejnižších hodnot dosáhla Fólie Oracal s tvrdostí HB s 58,3 % k referentu.

Graf č. 2: Výsledky tvrdostí tužkami



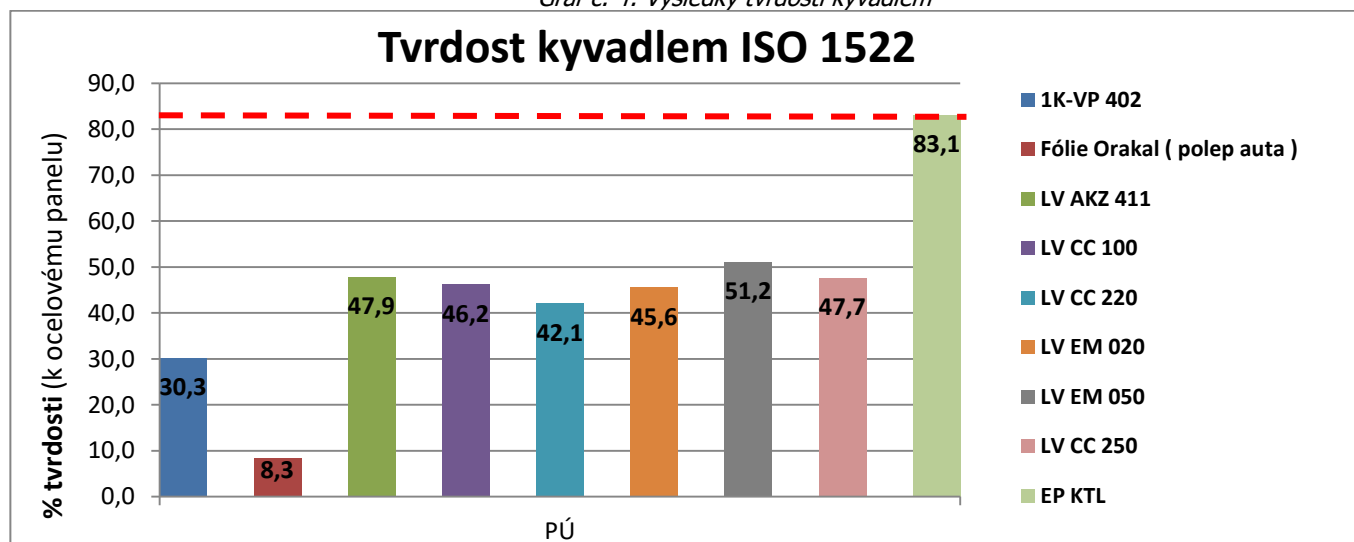
Dalším provedeným testem je tvrdost dle Buchholze, která prověřila povrchovou a hlavně kohezní tvrdost povlaků. Tato zkouška je dost odlišná oproti Scratch testu, či tužkám jelikož se závaží nepohybuje a hrot tak namáhá částice PÚ staticky nikoli dynamicky. Nejvíce se složení nátěrového filmu projevilo u PÚ: LV AKZ 411, která disponovala nejvyšší tvrdostí a to hodnotou 111 což je 122 % tvrdosti k referenčnímu povlaku KTL. Je to zejména způsobeno částicemi plniče, které jsou v tomto povlaku přítomny. Částice na sebe působí směrem dolů a odolávají tak hlubšímu vrypu zkušební hrotu. Nejnižších tvrdostí dosahovala opět Fólie Oracal s hodnotou < 59, což je < 64,8 % referentu.

Graf č. 3: Výsledky tvrdostí dle Buchholze



Zkouška tvrdosti kyvadlem prověřuje zejména povrchovou tvrdost a reflektuje také tvrdost substrátu v případě, že se jedná o PÚ s nízkou DFT. Nejvyšší hodnotu tvrdosti měl referenční vzorek PÚ KTL, který je hladký s vysokou tvrdostí. V tomto případě byl do hodnot částečně promítnut i vliv ocelového substrátu, jelikož se KTL aplikuje v praxi rovnou na tvrdý substrát nebo na tvrdou metalizaci Zn, Zn/Ni. Samotné testované PÚ rovněž disponují vyšší tvrdostí při aplikaci rovnou na skleněný panel bez plničové vrstvy. Hodnoty tvrdosti na reálně používaných systémech byly obdobné u PÚ: **LV AKZ 411, LV CC 100, 220, LV EM 020, 050 a LV CC 250** s hodnotami 42,1 – 51,2 % vůči ocelovému podkladu a 50,7 – 61,6 % vůči KTL referentu.

Graf č. 4: Výsledky tvrdostí kyvadlem

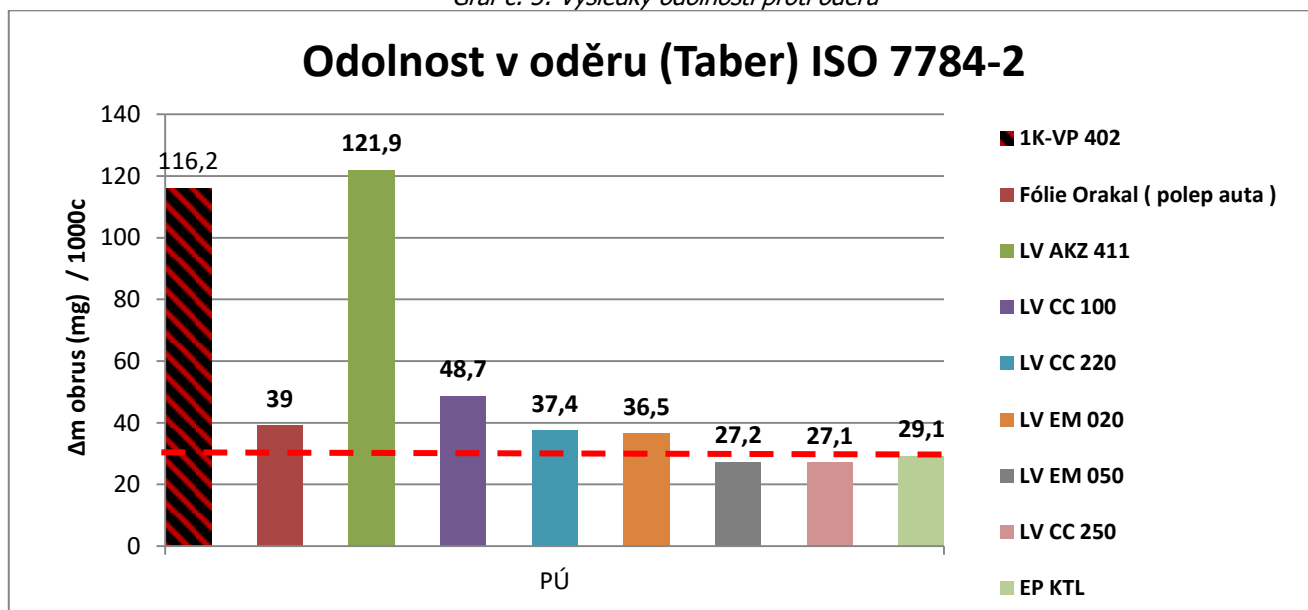


Poslední zkouškou, která není otázkou pouze tvrdosti, ale kompaktnosti a mechanické odolnosti povlaku, je odolnost proti oděru v Taberově přístroji. PÚ, které disponovaly dobrými tvrdostmi v předešlých testech, ukázaly dobrou odolnost i v oděru. Nejnižším hodnotám oděrů dospěly PÚ s anorganickými nanočásticemi **LV EM 050** a **LV CC 250** s vysokou hustotou vytvrzené sítě pojiva. Hodnoty Δm 27,2 a 27,1 mg / 1000 cyklů, odpovídají 107 a 107,4 % KTL referentu.

Překvapivou odolnost v oděru měla **Fólie Oracal** s dobrou kohezní pevností a 74,6 % vůči referentu KTL. Naopak nejvyšší probroušení bylo v případě PÚ **1K-VP 402**, která se probrousila na substrát již po 900 cyklech. Hodnota 121,9 mg naměřena u PÚ **LV AKZ 411** byla dokonce vyšší, avšak k probroušení k substrátu nedošlo, majoritní vliv na tuto odolnost měly 2 faktory:

- 1) Pojivo, které je síťováno tvrdidlem jako 2-komponent, PÚ 1K-VP 402 je, jak název napovídá, 1-komponentní fyzikálně zasychající povlak, s nižší odolností a tvrdostí.
- 2) Obě PÚ jsou plněny, co znatelně snižuje kompaktnost matrice v oděru. Jakmile je povlak probroušen skrze povrch, rychle ztrácí soudržnost.

Graf č. 5: Výsledky odolnosti proti oděru



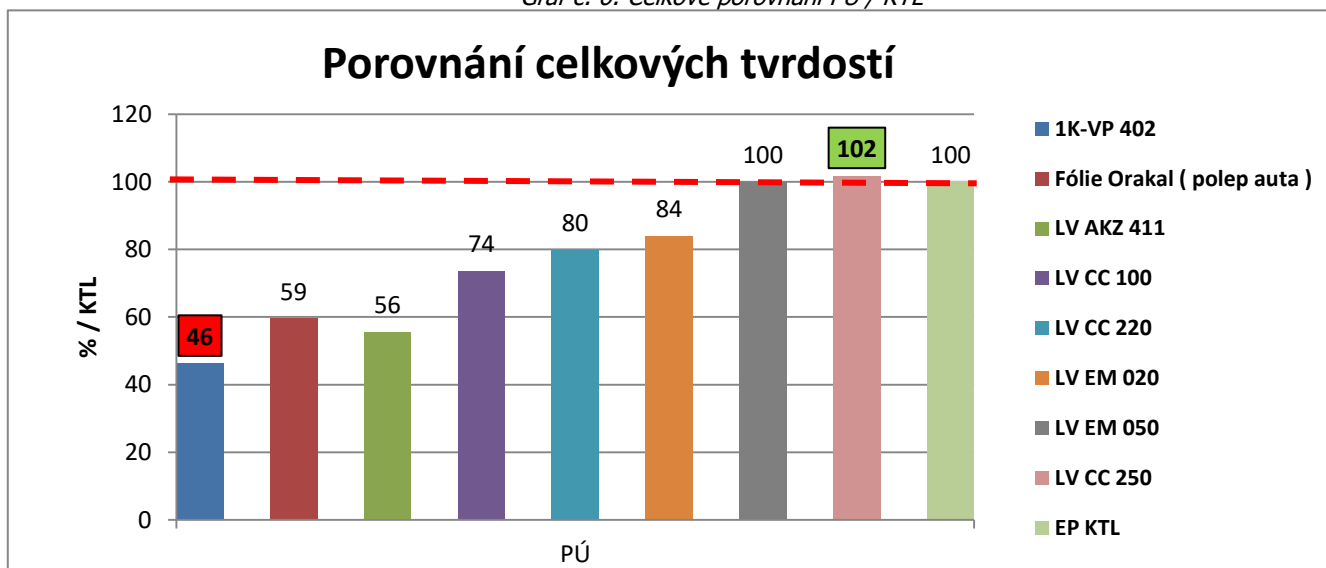
*pozn: PÚ 1K-VP 402 je šrafovaně z důvodu, že došlo k probroušení k substrátu již po 900 cyklech

Výsledné hodnoty PÚ ve všech testech byly vztaženy ke KTL referentní PÚ a vyjádřeny v procentech. V případě zkoušky tvrdostí pomocí tužek, byla každé tužce přiřazena číselná hodnota vzestupně s rostoucí tvrdostí (6B = 1; 9H = 17). Z grafu č.6 je patrné, že obdobnou odolnost jako KTL mají PÚ: LV EM 050 a LV CC 250 a to 100 a 102 % referentu, což je excelentní výsledek i přes fakt, že příspěvek tvrdosti substrátu u KTL ve zkoušce kyvadlem byl dosti vysoký. Nejnižších hodnot dosáhla PÚ 1K-VP 402 z důvodů vysokého plnění, pouze fyzikálního zasychání a nízké hustoty vytvrzené sítě pojiva. Souhrnné výsledky zkoušek PÚ jsou uvedeny v přehledné tabulce č. 3.

Tabulka č. 3: Výsledky PÚ jednotlivých testů

PÚ	Scratch (N)	Tužky	Buchholz	Kyvadlo % k oceli	1000c oděr (Δm v mg)	DFT – plnič (μm)	DFT-lak (μm)	DFT – Celková (μm)
1K VP 402	8	H	63	30,3	116,2 (900c)	88	55	143
Fólie Oracal	4	HB	< 59	8,3	39	80	71	151
LV AKZ 411	7	3H	111	47,9	121,9	79	71	150
LV CC 100	10	3H	83	46,2	48,7	81	81	162
LV CC 220	9	3H	77	42,1	37,4	84	75	159
LV EM 020	10	3H	87	45,6	36,5	84	62	146
LV EM 050	11	3H	87	51,2	27,2	73	82	155
LV CC 250	11	4H	95	47,7	27,1	87	73	160
EP KTL	9	4H	91	83,1	29,1	-	42	42

Graf č. 6: Celkové porovnání PÚ / KTL



Závěr

Byly připraveny reálně používané PÚ na identické plnicové vrstvě (právě kvůli simulaci reálného systému) a ty následně testovány různými metodami tvrdosti a odolnosti v oděru. Výsledky byly vztaženy na komerčně používaný epoxidový povlak KTL. Cílem bylo predikovat vlastnosti z jednotlivých zkoušek mezi sebou. Hodnoty tvrdostí, zejména pomocí kyvadla, reflektují však tvrdost substrátu, pokud se jedná o PÚ s nízkou DFT jako bylo v případě KTL referentu. Výsledky zkoušek pro obdobné 2K-PUR povlaky jsou korelovatelné, což zřetelně výsledky měření dokazují. Problém nastává u plněných systémů s nižší hustotou vytvrzené sítě matrice, jako je v případě 1K-VP 402 a LV AKZ 411, a také jestli se jedná o 1K či 2K systém. Zvláštním případem byla Fólie Orakal, která disponovala nízkou tvrdostí ve všech testech, avšak odolnost proti oděru měla díky elastičnosti a kompaktnosti polymerního filmu uspokojivou až překvapivou.

Predikovat vlastnosti nelze napříč všemi druhy PÚ, avšak u podobných systémů to lze. Pokud bude známá hodnota např. z technického listu či od zákazníka, že tvrdost tužkou je 4H, systém bude 2K-PUR a neplněný na úkor hustoty pojivové sítě, můžeme s dostatečnou jistotou předpokládat, že i hodnoty dalších testů obdobných vlastností budou obdobné.

LITERATURA

- 1) ČSN EN ISO 2808: Nátěrové hmoty – Stanovení tloušťky nátěru, metoda 7C, vydáno 10/2007
- 2) ČSN EN ISO 1518-1: Nátěrové hmoty – Stanovení odolnosti proti vrypu – Část 1: Zkouška při konstantním zatížení, vydáno 12/2011
- 3) ČSN EN ISO 15184: Nátěrové hmoty – Stanovení tvrdosti nátěru zkouškou tužkami, vydáno 5/2013
- 4) ČSN EN ISO 2815: Nátěrové hmoty – Buchholzova vrypová zkouška, vydáno 12/2003
- 5) ČSN EN ISO 1522: Nátěrové hmoty – Zkouška tvrdosti nátěru tlumením kyvadla
- 6) ČSN EN ISO 7784-2: Nátěrové hmoty – Stanovení odolnosti proti abrazi – Část 2: Metoda s pryžovými brusnými kotouči a s rotujícím zkušebním vzorkem, vydáno 10/2016
- 7) www.synpo.cz, www.akrylmetal.cz – zkušební postupy, technické listy zkoušených PÚ