

تأثير بارامترات المزج الميكانيكي على جودة طلاء الإيبوكسي مع اضافة

ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2

*راما جعبري، ** د. أحمد سلامة، *** د. رامي منصور

الملخص

تستخدم الطلاءات لعزل السطوح الفولاذية عن البيئة المحيطة وحمايتها من التآكل ولتحسين مظهرها، وتم في هذه الدراسة التجريبية، إضافة ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 ، كمادة مألثة الى طلاءات الإيبوكسي، بهدف تحسين درجة التصاق الطلاء بسطح المعدن، لمقاومة العوامل البيئية، لهذا السبب تم توجيه الاهتمام الى تحديد بارامترات عملية مزج TiO_2 مع الطلاء.

تم تحضير مجموعة من الخلائط التي تحتوي على الطلاء مع نسب مختلفة من TiO_2 % (1-3-5)، ودراسة تأثير عملية المزج الميكانيكي (سرعة مزج - زمن مزج) على تجانس المزيج، للوصول الى أفضل انتشار للأكسيد ضمن طلاء الإيبوكسي، دون التأثير بشكل سلبي على بنية الطلاء. ومن ثم تم تطبيق أفضل مزيج بشكل يدوي على عينات فولاذية معدة للاختبار.

تبين من خلال الدراسة الميكروسكوبية أن أفضل بارامترات لعملية المزج هي السرعة 1310 r.p.m، وزمن مزج هو min

30.

الكلمات المفتاحية: عينات فولاذية، سرعة المزج، زمن المزج، الالتصاق.

* طالبة دكتوراه - قسم هندسة التصميم والإنتاج - كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية - جامعة اللاذقية - اللاذقية - سورية.

ramajaabari87@gmail.com، rama.jaabari@tishreen.edu.sy

** أستاذ مساعد - قسم هندسة التصميم والإنتاج - كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية - جامعة اللاذقية - اللاذقية - سورية.

salamahamad@gmail.com

*** أستاذ - قسم هندسة التصميم والإنتاج - كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية - جامعة اللاذقية - اللاذقية - سورية.

Effect of mechanical mixing parameters on the quality of epoxy coating with the addition of titanium dioxide (TiO_2)

*Rama Jaabari ,** Dr.Ahmad salamah , ***Dr.Rami Mansour

Abstract

Coatings are used to isolate steel surfaces from the surrounding environment, protect them from corrosion, and improve their appearance. In this experimental study, titanium dioxide (TiO_2) was added as a filler to epoxy coatings to enhance the coating's adhesion to the metal surface and its resistance to environmental factors. Therefore, attention was focused on determining the parameters of the TiO_2 mixing process with the coating.

A range of mixtures containing the coating with varying percentages of TiO_2 (1%, 3%, and 5%) were prepared. The effect of mechanical mixing (mixing speed and mixing time) on mixture homogeneity was investigated to achieve optimal oxide dispersion within the epoxy coating without negatively impacting the coating structure. The optimal mixture was then manually applied to steel samples prepared for testing.

Microscopic analysis revealed that the best mixing parameters were a speed of 1310 rpm and a mixing time of 30 minutes.

Keywords:. Steel samples, mixing speed, mixing time, adhesion.

* PHD student- Dept. of design and production Engineering - Faculty of Mechanical and Electrical Engineering -LattakiaUniversity- Lattakia -Syria.

rama.jaabari@tishreen.edu.sy, ramajaabari87@gmail.com

**Associate Professor- Dept. of design and production Engineering - Faculty of Mechanical and Electrical Engineering - Lattakia University- Lattakia – Syria.

salamahahmad@gmail.com

*** Professor- Dept. of design and production Engineering - Faculty of Mechanical and Electrical Engineering - Lattakia University - Lattakia -Syria.

1- مقدمة:

تُمثل مشكلة تأمين طلاءات جيدة من حيث درجة التصاقها وثباتيتها على السطوح المعدنية أمراً بالغ الأهمية في قطاع الانشاءات المعدنية، لعزل السطوح المعدنية عن البيئات الخارجية المحيطة، التي تسبب تآكلها، وبالتالي تأمين حماية جيدة لهذه السطوح المعدنية، عن طريق عزلها عن الوسط المحيط، مما يؤدي لزيادة عمرها الاستثماري، وتقليل تكاليف الصيانة.

إن تحسين خواص الطلاء وتطوير طلاءات جديدة مازال يشغل الباحثين، لتأمين أفضل عملية عزل وحماية للسطوح المعدنية من العوامل البيئية التآكلية القاسية [1].

يعد تآكل المنشآت المعدنية في البيئات البحرية والشاطئية تحدياً هندسياً كبيراً، ناتجاً عن تفاعلات كهروكيميائية متسارعة بفعل الأملاح، الرطوبة العالية والاكسجين. فهي تسبب تدهور الهياكل والمنشآت البحرية والشاطئية. ويزداد تآكل الفولاذ الكربوني في هذه البيئة البحرية. ولمنع حدوث ذلك تُستخدم طلاءات عضوية وغير عضوية متنوعة، كالطلاءات البولييمرية. وتبين أن استخدام طلاء بولييمري مع إضافة ثاني أكسيد التيتانيوم النانوي يؤمن حماية فائقة للفولاذ ضد التآكل، ويُظهر أداءً أفضل نسبياً من أنواع الطلاءات البولييمرية الأخرى [2].

وتعد راتنجات الإيبوكسي من أكثر الطلاءات البولييمرية المستخدمة، بسبب خواصها الفيزيائية والميكانيكية العالية. ويشكل المزج المناسب إحدى الخطوات الأولى لتحقيق هذه الخصائص، وهو أمر بالغ الأهمية، لضمان المعالجة الكاملة والسليمة والحفاظ على القوة والأداء الأمثل للإيبوكسي في المنتج النهائي. ويجب دائماً أن تتم عملية مزج راتنجات الإيبوكسي مع (المقسي والمواد المألثة) في درجات حرارة لا تتجاوز المجال الموصى به، لأن ذلك قد يؤثر على زمن المعالجة وخصائص المادة الناتجة [3].

يعتبر الإيبوكسي من البولييمرات المتصلبة حرارياً، ويتكون من جزأين هما الراتنج والمقسي. تبدأ عملية البلمرة بمزج الراتنج مع المقسي (يشار إليه أحياناً باسم المحفز). تتشكل راتنجات الإيبوكسي روابط متشابكة خلال هذه العملية، وتنتج شبكة بولييمرية ثلاثية الأبعاد، بخواص ميكانيكية عالية. نتيجة لهذه العملية الكيميائية الضرورية، يعدّ مزج الراتنج والمقسي بشكل صحيح، وبالنسب الصحيحة التي تحددها الشركة المصنعة أمراً بالغ الأهمية [3].

وتلعب طريقة مزج المكونات (إيبوكسي، مقسي، مواد مالئة) دوراً بالغ الأهمية في جودة الطلاء الناتج، حيث يتمثل المزج الصحيح بعدم وجود تكتلات في التركيبة اللاصقة، وعدم ترسب المكونات، وعدم وجود فقاعات غازية [4].

ومن طرق تحضير لاصق الإيبوكسي المحتوي على حبيبات مالئة هي طريقة المزج المباشر. وتتمثل هذه الطريقة في إدخال المادة المالئة مباشرة في الراتنج السائل وخط المكونات ميكانيكياً أو باستخدام الأمواج فوق الصوتية [4].

تُعتبر حبيبات ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2)، مواد إضافة بالغة الأهمية في مجال الطلاءات، ويعود ذلك أساساً إلى خصائصها الاستثنائية، وفعاليتها في تعزيز مقاومة العوامل البيئية. وتشمل هذه الخصائص: الخمول الكيميائي (Chemical Inertness)، مقاومة الأشعة فوق البنفسجية (UV Resistance)، تأثير الطبقة الفاصلة (Barrier Effect) ضد العوامل المسببة للتآكل، تحسين الالتصاق (Enhanced Adhesion) مما يضمن عمر خدمة أطول وفعالية أفضل لطبقة الحماية (الطلاء) بمرور الزمن [1].

وانطلاقاً من أهمية تطوير الطلاءات البوليميرية لحماية المنشآت المعدنية في البيئة البحرية، يتم العمل في عديد من الأبحاث ضمن هذا المجال، حيث بينت دراسة أجريت لتصميم طلاءات ذكية من مركبات البوليمر المشترك poly(aniline-co-phenetidine) مع SiO_2 ، أن حبيبات SiO_2 تعيق التحلل الحراري لسلسلة البوليمر، عن طريق العمل كنقاط تشابك في مادة الإيبوكسي. وتم تعديل هذه الطلاءات، بإضافة مركبات الى راتنجات الإيبوكسي. حيث أظهرت النتائج الكهروكيميائية من خلال دراسة السلوك الكهروكيميائي للطلاءات بعد غمر العينات في محلول كلوريد الصوديوم 3.5%، عن طريق قياس تغيرات Open Circuit Potential (OCP) مع الزمن، واستقطاب الجهد الديناميكي، والتحليل الطيفي للمقاومة الكهروكيميائية Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS). وجود تحسن واضح في مقاومة الطلاءات للتآكل عند دمج مركبات البوليمر مع الإيبوكسي. وتحمل الطلاءات المركبة للغمر في محلول كلوريد الصوديوم بنسبة 3.5 % لفترة زمنية أطول [5].

ولبيان تأثير طرق مزج الاضافات مع الإيبوكسي على بعض الخصائص الميكانيكية لبنية الإيبوكسي المعدلة. تم في الدراسة [4] تعديل راتنج الإيبوكسي من نوع Epidian 57 مع عامل تقسية Z-1، باستخدام ثلاثة مواد مألوفة: NanoBent ZR2 montmorillonite، وكربونات الكالسيوم $CaCO_3$ ، والكربون المنشط CWZ-22 للمقارنة بينها، بالإضافة الى عينات غير معدلة. وتمت عملية مزج التركيبات باستخدام ست طرق مختلفة، مع معايير متغيرة مثل (نوع ذراع المزج، ودرجة إزالة الهواء، ودرجة حرارة راتنج الإيبوكسي)، وطبقت ثلاث سرعات مزج -1170-460 r.p.m (2500). وأظهرت النتائج أن أعلى قوة شد للتركيبات اللاصقة كانت عند أعلى سرعة مزج.

ووفقاً للمراجع العلمية يعد المزج بالقص، كأحدى الطرق الجيدة، للوصول الى تشتت جيد للمواد المألوفة النانوية في البوليمر. حيث أجريت دراسة لتأثير سرعة وزمن مزج القص (Shear Mixing) على الخواص الميكانيكية، لمواد مركبة من صفائح الغرافين النانوي (GNP) Graphene nanoplatelet، فبهذه الطريقة تم تقطيع التكتلات (agglomerates) إلى جزيئات أصغر، وفي حالة صفائح الغرافين النانوية يُمكنها تقشير طبقات الغرافين. تم في هذه الدراسة مزج نسبة تتراوح بين 5-0.1% من صفائح الغرافين النانوية مع الإيبوكسي وذلك بسرعات مختلفة (5000-4000-3000-2000-1000) r.p.m ولفترات زمنية مختلفة (ساعة وساعتين). وأظهرت النتائج أن سرعة وزمن المزج بالقص يؤثران على حجم التكتلات، مما يؤثر بدوره على الخواص الميكانيكية للمركب [6].

وفي دراسة أخرى تم فيها تحضير وتوصيف وتحسين الخواص الحرارية والميكانيكية لمركبات الإيبوكسي، وأكسيد التيتانيوم النانوي، حيث تم أولاً تحضير حبيبات الأكسيد بأبعاد دون الميكرون، واستخدمت هذه الحبيبات لاحقاً كمادة مألوفة غير عضوية لبوليمرات الإيبوكسي المعالجة حرارياً. حضرت مركبات الإيبوكسي-أكسيد التيتانيوم النانوي من خلال مزج حبيبات الأكسيد ميكانيكياً مع راتنج الإيبوكسي السائل، وتراوحت نسبة حبيبات الأكسيد المضافة للإيبوكسي بين 2.5-10%. وُجد أن حبيبات الأكسيد التي يقل حجمها عن الميكرون تحسن بشكل ملحوظ درجة حرارة الانتقال الزجاجي (glass transition temperature)، والثباتية تجاه الأكسدة الحرارية، وقوة الشد، ومعامل

يونغ لبوليمرات الإيبوكسي. كما أظهرت مركبات الإيبوكسي - أكسيد التيتانيوم التي تحتوي على حبيبات بنسبة 5 % أفضل أداء [7].

وأظهرت دراسة أخرى تأثير طريقة المزج على الخواص الميكانيكية، ومقاومة التآكل لمركبات الإيبوكسي مع أكسيد الزنك، حيث تم تدعيم راتنجات الإيبوكسي بمواد مالئة نانوية مختلفة من أكسيد الزنك (حبيبات أكسيد الزنك النانوية التجارية (commercial ZnO nanoparticles)، وأكسيد الزنك المعاد تدويره (recycled ZnO)، وحبيبات أكسيد الزنك النانوية المعدلة وظيفياً (functionalized ZnO NPs))، بهدف الحصول على مركبات أكسيد الزنك-إيبوكسي ذات خواص ميكانيكية مناسبة، وقوة تماسك عالية، ومقاومة جيدة للتآكل. حيث تعتمد الخواص النهائية لمركبات أكسيد الزنك-إيبوكسي على عدة عوامل، مثل نوع وكمية المواد المالئة النانوية، ونوع راتنج الإيبوكسي، وعامل التصلب، وطرق التحضير واستخدمت فيها ثلاث طرق وهي: البلمرة الموضعية (in situ polymerization)، والمزج في المحلول (solution blending)، والمزج الميكانيكي (mechanical mixing). وقد أثبتت هذه المركبات أنها مواد قيّمة لمجموعة واسعة من التطبيقات، بما في ذلك تطوير الطلاءات المقاومة للتآكل والواقية من الأشعة فوق البنفسجية، وفي صناعة المواد اللاصقة والصناعات الكيميائية، أو في مواد البناء أو الإلكترونيات [8].

ومن الطرق الأخرى المستخدمة للحصول على مركبات معدلة من الإيبوكسي مع مواد مالئة، المزج بالأمواج فوق الصوتية (sonication)، حيث أجريت دراسة لمعرفة تأثير سعة الأمواج فوق الصوتية (sonication amplitude) وزمن المزج على الخواص الميكانيكية والحرارية لراتنج الإيبوكسي المعدل بإضافة 1% من الطين النانوي (nanoclay). وأثبت أن الخواص الميكانيكية لمادة الإيبوكسي تعتمد على مدى تشتت الطين النانوي فيها، والذي يتأثر بدوره بمعايير المزج. وقد تم الحصول على أفضل الخواص عند سعة موجات فوق صوتية تبلغ $260 \mu m$ وزمن مزج 10 min [9].

كما تم اعتماد طريقة المزج بالأمواج فوق الصوتية لبوليمير الإيبوكسي مع إضافة حبيبات كربيد السيليكون الميكروية بأقطار μm (2-4) وينسب تدعيم متدرجة من حبيبات الكربيد (% (5-10-15-20-25-30-35) لتحسين الخصائص الميكانيكية للإيبوكسي بهدف استخدامه في مجالات عديدة كاللواصق النوعية والطلاءات الحرارية. وبينت نتائج التوصيف الميكانيكي تحسناً ملحوظاً في الخصائص الميكانيكية المدروسة لراتنج الإيبوكسي المدعم بحبيبات كربيد السيلكون مقارنة مع راتنج الإيبوكسي النقي، وكانت النسبة المثلى للتدعيم 25% [10].

ويهدف تحسين الحماية من التآكل للفولاذ، تم تحضير طلاءات بوليميرية مركبة نانوية ذات أساس بوليمري من البولي ميثيل ميثاكريلات (PMMA)، مدعم بحبيبات أكسيد تيتانيوم نانوي بقطر وسطي للحبيبات 75 نانومتر وينسب (% (0-0.5-1-1.5-2). رسّبت الطلاءات على سطوح العينات الفولاذية، باستخدام طريقة الغمر، وتم اجراء اختبار التآكل من خلال الغمر في محاليل حمضية وملحية عند درجة حرارة الغرفة. وأظهرت النتائج أن مقاومة التآكل للطلاءات المركبة النانوية PMMA/TiO₂ تبدي تحسناً ملحوظ مقارنة بطلاءات PMMA النقية في أوساط التآكل الحمضية والملحية [11].

ولفهم العوامل الرئيسية المؤثرة في درجة التصاق الطلاء بشكل أفضل، تم إجراء اختبار التصاق الشريط المقطعي، وفقاً للمواصفة القياسية (ASTM D3359-22)، باستخدام جهاز اختبار مقطعي بمسافة قطع تبلغ 2mm، لعينات فولاذية مطلية بالإيبوكسي النقي وإيبوكسي مدعم بالغرافين، بنسب مختلفة (% (0.5-1-2-4). أظهرت النتائج أن لطلاء الإيبوكسي النقي تصنيف B5 مما يشير إلى عدم إزالة الطلاء والتصاق ممتاز، بينما الطلاءات المدعمة بالغرافين كانت بتصنيف B3 وهو ما يتوافق مع إزالة جزئية للطلاء على طول خطوط القطع الشبكية [12].

كما تم تقييم جودة الالتصاق، وفقاً للمواصفة القياسية (ASTM D3359-22)، لطلاء الإيبوكسي- زنك، المطبق بطريقة البخ على عينات فولاذية، مع التمديد باستخدام التتر، بنسب مختلفة (% (10-20-30-40-50)، وذلك بالاعتماد على الطريقتين (B,A) لهذه المواصفة، وأظهرت نتائج الاختبارات التصاق ممتاز بتقييم 5، مما يشير إلى عدم وجود تقشر [13].

2- أهمية البحث وأهدافه:

تكمُن أهمية البحث في تحديد تأثير بارامترات عملية المزج الميكانيكي (زمن - سرعة) من خلال:

- دراسة بارامترات عملية المزج المؤثرة على تجانس طلاءات (إيبوكسي - ثاني أكسيد التيتانيوم الميكروي) باعتماد التحليل الوصفي من خلال إجراء الفحص البصري بالميكروسكوب الرقمي للطلاءات المحضرة (بعد تكبيرها بمقدار 500X) لتقويم تجانسها.
- دراسة الطلاءات المحضرة من خلال طلاء عينات فولاذية مخبرية مع الأخذ بعين الاعتبار سماكة الطلاء وقوة التصاقه.
- تحديد أفضل بارامترات المزج المحققة للتجانس والالتصاق المناسب.

3- طرائق البحث ومواده:

■ المواد المستخدمة في البحث:

- عينات من الفولاذ Kst37-3 ، وله التركيب الكيميائي الموضح في الجدول 1.

الجدول 1. التركيب الكيميائي للفولاذ المستخدم Kst37-3 .

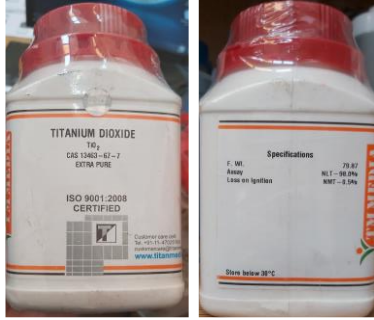
العنصر	Fe	C	Ni	Cr	Mn	Si	Mo	S	P
الوزن %	98.5	0.170	0.070	0.0571	0.246	0.222	0.0074	0.040	0.040

- طلاء إيبوكسي تجاري من شركة (Alboughli) المحلية الموضح في الشكل 1.



الشكل 1. طلاء الإيبوكسي المستخدم.

- ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) المخبري، المتوافر في السوق المحلية، بشكل عبوات لها المواصفات الموضحة بالشكل 2. والمواد المخبرية العامة (Extra Pure)، هي ذات حجم حبيبات بمقياس ميكروي بين $0.5-2 \mu\text{m}$.



الشكل 2. ثاني أكسيد التيتانيوم المستخدم.

■ أدوات القياس المستخدمة في البحث:

- ميزان إلكتروني من نوع sartorius بدقة ± 0.01 غرام.
- ميكروسكوب رقمي (Digital Microscope) بتكبير $500 \times$ ، المبين في الشكل 3 لمراقبة عينات المزج المحضرة .



الشكل 3. الميكروسكوب الرقمي (Digital Microscope) بتكبير $500 \times$.

-جهاز قياس السماكة TT260 الموضح بالشكل 4، لمعرفة سماكة طبقة الطلاء.



الشكل 4. جهاز قياس سماكة طبقة الطلاء.

- تم إجراء اختبار التصاق الطلاء، باختبار الشريط وفقاً للمواصفة القياسية ASTM D3359، ويصف هذا الاختبار طريقتين لاختبار تقييم التصاق الشريط بالطلاء، الطريقة A (اختبار شريط القطع X) والطريقة B (اختبار شريط الشبكة المتقاطعة) كما هو مبين في الشكل 5. وتعتمد الطريقة المختارة على السماكة الكلية للطلاء المراد تقييمه. حيث تستخدم الطريقة A بشكل أساسي على الطلاءات التي تزيد سماكتها عن (125 ميكرومتر)، بينما تُستخدم الطريقة B بشكل عام لاختبار الطلاءات التي تقل سماكتها عن (125 ميكرومتر). وطُوِّر هذا الاختبار لتقييم التصاق الطلاء بالفولاذ، ولكن يمكن استخدامه على ركائز صلبة أخرى. كما استُخدم بنجاح على ركائز أكثر ليونة (مثل الخشب والجص) [14]. وفي هذه الدراسة تم اعتماد الطريقة A.

CLASSIFICATION OF ADHESION TEST RESULTS		
CLASSIFICATION	PERCENT REMOVED	SURFACE OF CROSS-CUT AREA FROM WHICH FLAKING HAS OCCURRED FOR SIX PARALLEL CUTS AND ADHESION RANGED BY PERCENT
5B	0% None	
4B	Less than 1%	
3B	1 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
0B	Greater than 65%	
Classification		
5A	No peeling or removal	None
4A	Trace peeling or removal along incisions or at their intersection	
3A	Jagged removal along incisions up to 1/16" on either side	
2A	Jagged removal along most of incisions up to 1/8" on either side	
1A	Removal from most of the area of the X under the tape	
0A	Removal beyond the area of the X	

الشكل 5. تصنيف نتائج اختبار الالتصاق وفق الطريقة A و B.

■ تحضير عينات الاختبار:

تم تحضير عينات من الفولاذ بأبعاد $(100 \times 80 \times 5)$ mm، وأجري تنظيف أسطح هذه العينات، بواسطة فرشاة فولاذية مثبتة على فارزة عامودية، للحصول على سطح أملس ونظيف. ومن بعدها تم تنظيفها بواسطة الاستيون، للتأكد من عدم وجود بقايا صدأ أو أوساخ أو شحوم على سطحها قبل تطبيق الطلاء.

ولتحضير المزيج من طلاء الالبيوكسي مع ثاني أكسيد التيتانيوم بنسب $(1,3,5)\%$ ، تم استخدام طريقة المزج الميكانيكي، بواسطة خلاط كهربائي، والذي يؤمن سرعة وقوة ثابتتين، مزود بريشة مزج مخبرية خاصة ذات الأبعاد التالية (قطر عمود الدوران 5mm، قطر الريشة 22mm، عدد الشفرات 4، عرض الشفرة الواحدة 9mm)، لمزج كميات صغيرة من الطلاء تكفي لتحضير العينات المطلوبة كما هو موضح في الشكل 6.



الشكل 6. عملية المزج الميكانيكي بواسطة

خلاط كهربائي مزود بشفرة مزج.

واستخدمت سرعات مزج مختلفة $(560, 920, 1310, 1510)$ r.p.m، وذلك عند أزمنة مزج مختلفة حسب كل سرعة، للوصول الى أفضل انتشار للأكسيد، ضمن الالبيوكسي دون التأثير بشكل سلبي في بنية الالبيوكسي.

تأثير بارامترات المزج الميكانيكي على جودة طلاء الإيبوكسي مع اضافة ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2

وبعدها طبقت على سطح العينات الفولاذية طبقة أولى من أساس إيبوكسي يدوياً، بواسطة فرشاة، ووضعت جانباً لتجف لمدة 24 ساعة، وتليها طبقة ثانية من المزيج المحضر عند كل نسبة من الأكسيد بعد إضافة المقسي وأيضاً استغرقت عملية الجفاف 24 ساعة، وتم تكرار هذه العملية لـ (3) عينات عند كل نسبة مضافة من ثاني أكسيد التيتانيوم.

وذلك بآلية مشابهة للخطوات المتبعة في عملية تحضير تركيبات لاصقة غير معدلة باستخدام طريقة المزج الميكانيكي، الموصى بها من قبل الشركات المصنعة [4].

وتم قياس السماكة لكل طبقة طلاء، ويوضح الجدول 2 بارامترات المزج المستخدمة في تحضير الطلاء لكل من العينات المطلوبة المحضرة، ويبين الجدول 3 عدد طبقات الطلاء المطبقة على العينات الفولاذية وسماكتها.

الجدول 2. بارامترات المزج المستخدمة في تحضير الطلاء لكل من العينات المطلوبة المحضرة

رقم العينة	نوع الطلاء	سرعة المزج r.p.m	زمن المزج Min
العينة 1 EP (إيبوكسي فقط)	أساس إيبوكسي + طبقة إيبوكسي	-	-
العينة 2	أساس إيبوكسي + إيبوكسي مع TiO_2 (1%)	560، 920، 1310، 1510	10، 15، 20، 30، 45، 60، 75، 90، 120
العينة 3	أساس إيبوكسي + إيبوكسي مع TiO_2 (3%)	560، 920، 1310، 1510	10، 15، 20، 30، 45، 60، 75، 90، 120
العينة 4	أساس إيبوكسي + إيبوكسي مع TiO_2 (5%)	560، 920، 1310، 1510	10، 15، 20، 30، 45، 60، 75، 90، 120

الجدول 3. عدد طبقات الطلاء المطبقة على العينات الفولاذية وسماكاتها.

رقم العينة	عدد طبقات الطلاء	سماكة طبقة الأساس μm	سماكة طبقة طلاء الثانية μm	السماكة الكلية للطلاء μm
العينة 1 (EP)	2	159	123	282
العينة 2	2	138	143	281
العينة 3	2	121	195	316
العينة 4	2	155	157	312

-4

النتائج والمناقشة:

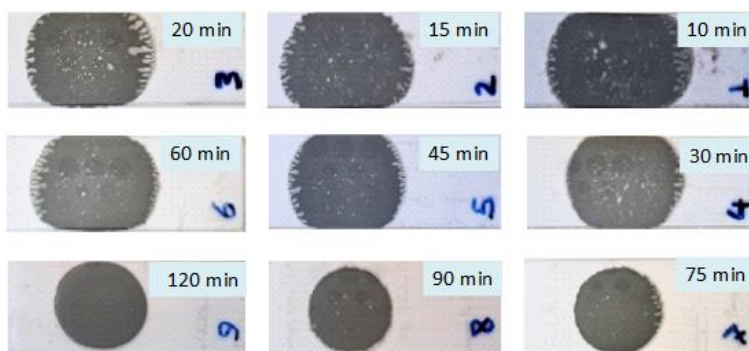
4-1 تحديد سرعة وزمن المزج الأفضل بالفحص البصري باستخدام الميكروسكوب الرقمي:

تمت عملية المزج لنسب مختلفة من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) مع طلاء الايبوكسي للوصول الى أفضل سرعة وزمن مزج كما يلي:

- مزج طلاء الايبوكسي مع ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، عند سرعة مزج r.p.m 560:

أخذت عينات من المزيج عند فترات زمنية مختلفة (10,20,30,45,60,90,120)min، كما هو موضح في الشكل 7 لمراقبة التغيرات الحاصلة على مدى انتشار الاكسيد ضمن بنية الطلاء.

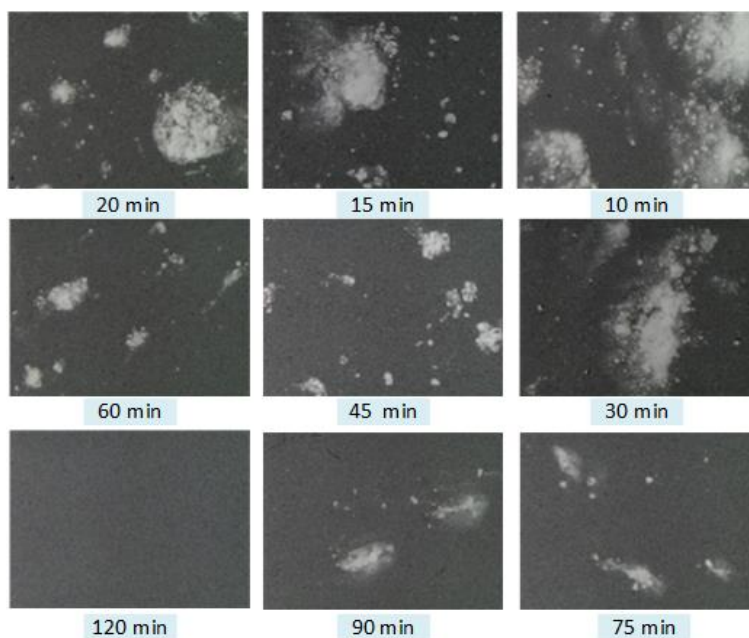
تأثير بارامترات المزج الميكانيكي على جودة طلاء الإيبوكسي مع اضافة ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2



الشكل 7. صور فوتوغرافية لعينات من طلاء الإيبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد

التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 560 r.p.m.

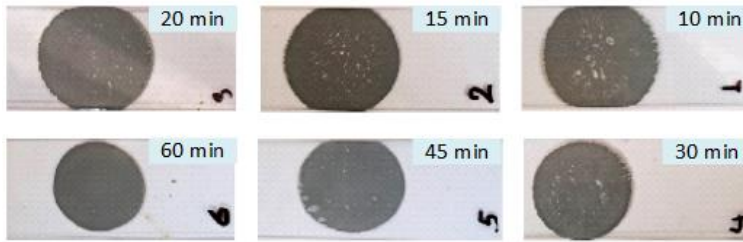
وبعدها تم أخذ صور مجهرية لهذه العينات بواسطة الميكروسوب، كما هو مبين في الشكل 8.



الشكل 8. صور ميكروسكوبية بتكبير 500 X لطلاء الإيبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد

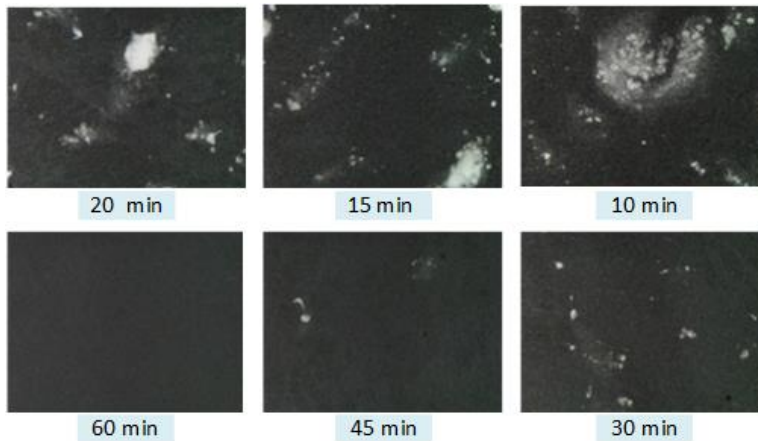
التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، وسرعة المزج 560 r.p.m.

● مزج طلاء الايبوكسي مع ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة مزج 920 r.p.m: تمت عملية المزج عند أزمنة مختلفة (10-15-20-30-45-60) min، وأخذت عينات من المزيج عند كل زمن محدد، ولوحظ عند المزج بعد 30 min زيادة كثافة المزيج، وتبين من خلال المراقبة البصرية أن أفضل زمن مزج عند السرعة 920r.m.p كان ساعة واحدة، حيث لم تلاحظ أية تكتلات للأوكسيد على السطح. كما هو موضح في الشكل 9 الذي يمثل صور فوتوغرافية للعينات.



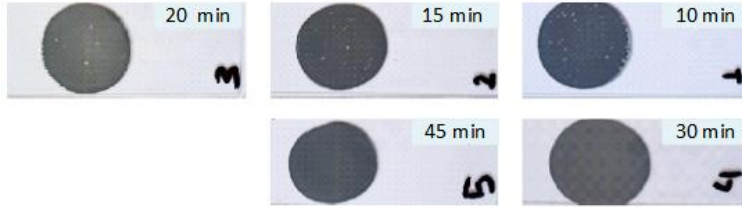
الشكل 9. صور فوتوغرافية لعينات من طلاء الإيبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 920 r.p.m .

وبعدها وضعت العينات جانباً في درجة حرارة المخبر لكي تجف، ليتم أخذ صور ميكروسكوبية لها، كما هو موضح بالشكل 10:



الشكل 10. صور ميكروسكوبية بتكبير $500 \times$ لطلاء الايبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 920 r.p.m.

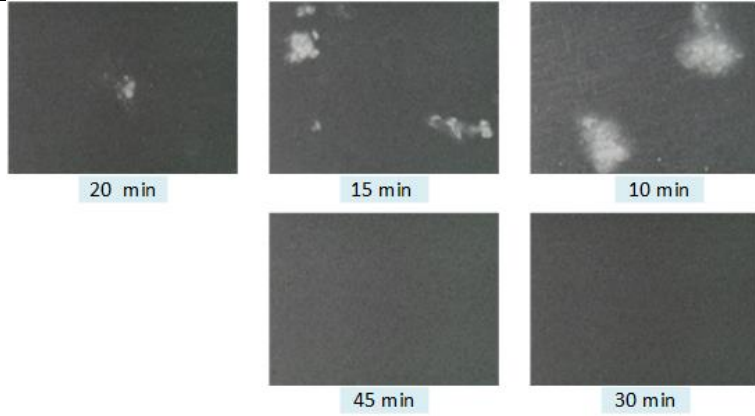
- مزج طلاء الايبوكسي مع ثاني أوكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة مزج r.p.m 1310: أخذت عينات من المزيج عند فترات زمنية مختلفة (10,20,30,45)min كما يظهر الشكل 11.



الشكل 11. صور فوتوغرافية لعينات من طلاء الإيبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 1310 r.p.m.

يوضح الشكل 11 أن أفضل عينة للمزج، تم الحصول عليها كانت عند الفترة الزمنية 30 min، حيث لوحظ بعد هذه المدة الزمنية تولد حرارة كبيرة أثناء عملية المزج عند هذه السرعة، وأثر ذلك بدوره على طلاء الايبوكسي وأدى إلى تدهوره حرارياً وأصبح ذا قوام عجيني (مطاطي) حيث بلغت درجة حرارة المزيج حوالي $47^{\circ}C$. وحسب الارشادات الصناعية وفق شركة United Resin تتراوح درجة الحرارة المثالية لمزج ومعالجة راتنج الإيبوكسي عادة بين $21-29^{\circ}C$. ضمن هذا المجال، تكون اللزوجة أقل، مما يسهل عملية المزج ويعطي مزيجاً أكثر تجانساً. فقد تُسرّع درجات الحرارة المرتفعة عملية المعالجة، مما يؤدي إلى تقصير وقت العمل واحتمال حدوث تفاعلات ناشرة للحرارة غير مرغوب فيها، وقد يؤدي إلى تشقق حراري وإضعاف تماسك الطلاء. اما عند درجات الحرارة المنخفضة، قد يصبح الإيبوكسي شديد اللزوجة، كما تزداد احتمالية ظهور فقاعات الهواء. من المهم عدم المزج بالقرب من مصادر الحرارة (بما في ذلك ضوء الشمس) أو التبريد [3].

ويظهر الشكل 12 صور ميكروسكوبية المأخوذة للعينات عند السرعة 1310 r.p.m و الأزمنة (10,20,30,45) min .

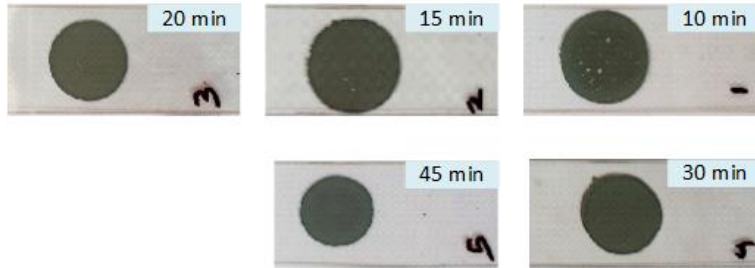


الشكل 12. صور ميكروسكوبية بتكبير $500\times$ لطلاء الايبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 1310 r.p.m.

مما يؤكد أن المدة الزمنية 30 min كافية لمزج الاكسيد بشكل متجانس مع الطلاء وقبل أن تبدأ بنية الطلاء بالتدهور.

- مزج طلاء الايبوكسي مع ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، عند سرعة مزج r.p.m. 1510:

أخذت عينات من المزيج عند فترات زمنية مختلفة (10, 20, 30, 45) min كما هو في الشكل 13.

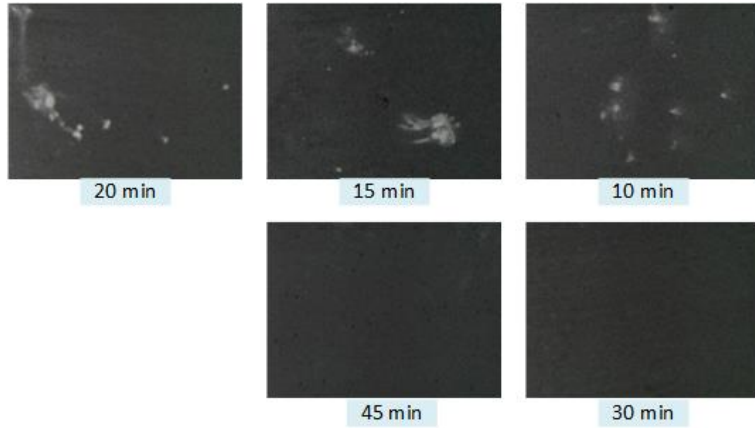


الشكل 13. صور فوتوغرافية لعينات من طلاء الايبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 1510 r.p.m.

يبين الشكل 13 أن أفضل عينة للمزيج تم الحصول عليها عند الزمن 30 min، حيث لوحظ بعد هذا الزمن تولد حرارة كبيرة أثناء عملية المزج مما أثر بدوره على طلاء الايبوكسي وأدى إلى

تدهوره حرارياً وأصبح ذو قوام عجيني (مطاطي)، وهذه النتيجة مشابهة لمثيلتها التي تم الحصول عليها عند السرعة 1310 r.p.m والزمن 45min، مما يشير الى عدم إمكانية اعتماد هذه المدة الزمنية.

وبعدها أخذت صور ميكروسكوبية لهذه العينات، كما هو موضح بالشكل 14:

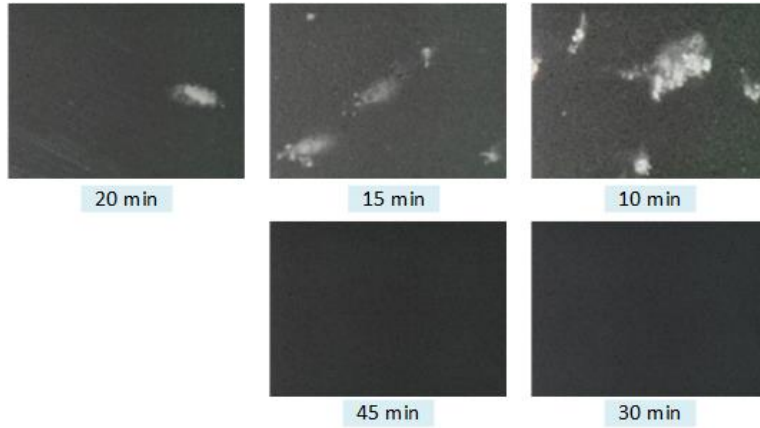


الشكل 14. صور ميكروسكوبية بتكبير $500 \times$ لطلاء الإيبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 3%، سرعة المزج 1310 r.p.m.

ومن خلال الشكل 14 وجد أن أفضل زمن مزج عند السرعة 1310 r.p.m كان عند الزمن 30 min، نلاحظ بعدها تكون فقاعات إضافة لتدهور بنية الإيبوكسي عند الزمن 45min. أظهرت نتائج الصور الميكروسكوبية المبينة بالأشكال (7-9-11-13) أن لكل سرعة دوران زمن مزج خاص بها، وبما أن الهدف من الدراسة التجريبية هو الحصول على تجانس البنية بأقل فترة زمنية، تم اعتماد السرعة 1310 r.p.m مع الزمن 30 min عند تحضير الطلاءات التي ستستخدم لاحقاً.

ويهدف التأكد من صحة بارامترات عملية المزج المعتمدة عند السرعة 1310 r.p.m، تم مزج طلاء الإيبوكسي مع ثاني أكسيد التيتانيوم بنسبة 5%، كما هو موضح في الشكل 15.

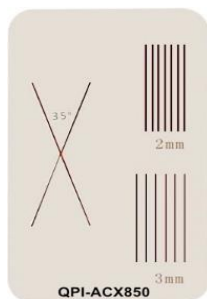
وأثبتت النتائج تطابق من حيث زمن المزج الذي يحقق أفضل تجانس للبنية وهو 30 min.



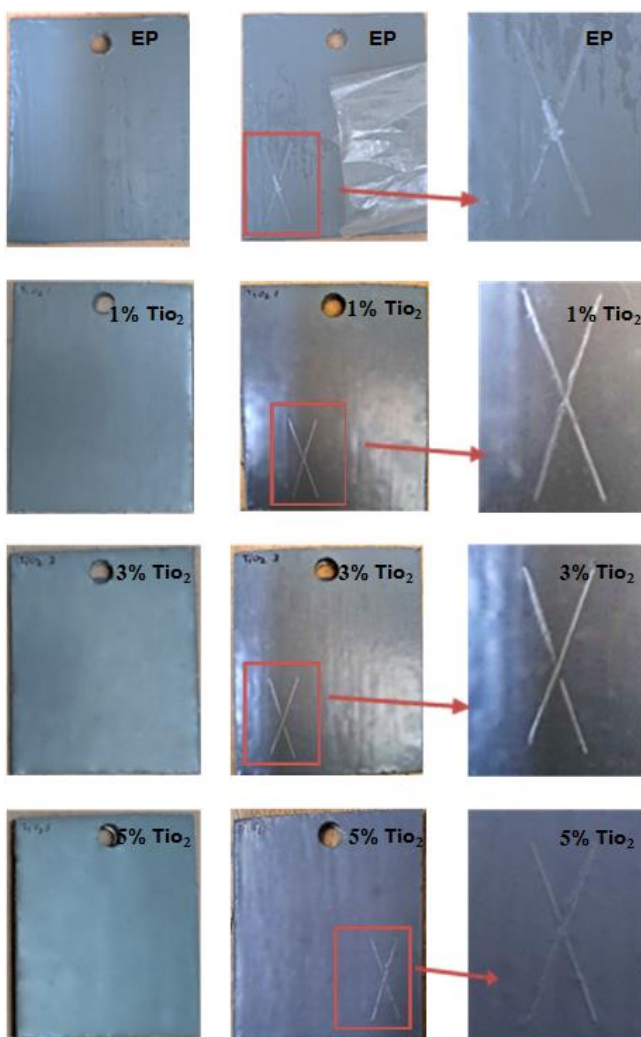
الشكل 15. صور ميكروسكوبية بتكبير 500 X لطلاء الإيبوكسي الحاوي على ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 بنسبة 5%، سرعة المزج 1310 r.p.m.

4-2 طلاء العينات واختبار الالتصاق:

بعد تحضير طلاء الإيبوكسي مع إضافة النسب الثلاث من ثاني أكسيد التيتانيوم (5-3-1)، وفق بارمترات المزج (سرعة 1310r.p.m ، وزمن 30 min) باعتبارها حققت أفضل تجانس للبنية، تم طلاء العينات الفولاذية بطبقة أساس إيبوكسي وطبقة طلاء (إيبوكسي - TiO_2) بشكل يدوي، ثم أجري اختبار الالتصاق وفق الطريقة A من المواصفة القياسية ASTM D3359، حيث تم خدش سطوح العينات المطلية بواسطة رأس حاد لمشروط استناداً للمسطرة المستخدمة لقياس قوة التصاق الطلاء المبينة في الشكل 16، بهدف تحديد مدى ثباتية طبقة الطلاء وفق ما هو موضح في الشكل 17.



الشكل 16. المسطرة المستخدمة لقياس قوة التصاق الطلاء.



الشكل 17. اجراء اختبار ASTM D3359 على عينات الاختبار الفولاذية المطلوبة.

وقد أظهرت نتائج الاختبارات وفق المواصفة القياسية ASTM D3359 أن للعينات التصنيف

الموضح بالجدول 4:

جدول 4. نتائج اختبار الالتصاق وفق المواصفة القياسية ASTM D3359.

العينات المدروسة	نسبة TiO_2 المضافة لطلاء الايبوكسي	درجة تصنيف الالتصاق وفق اختبار القطع X
عينة 1 (EP)	–	4A
2	%1	5A
3	%3	5A
4	%5	5A

يتبين من الشكل 17 والجدول 4، أن إضافة ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 أدت الى تحسين التصاق طلاء الإيبوكسي بسطح الفولاذ للدرجة 5A وفق المواصفة القياسية المذكورة أعلاه.

5-الاستنتاجات والتوصيات:

- أظهرت النتائج التجريبية أن أفضل بارامترات مزج ميكانيكي لتحقيق تجانس الطلاء المحضر هي السرعة 1310r.p.m والزمن 30min.
- تبين من خلال اختبار الالتصاق أن النتيجة متشابهة تقريباً للنسب الثلاث المدروسة % (5-3-1) لثاني أكسيد التيتانيوم المضاف لطلاء الايبوكسي، وهي 5A حسب التوصيف المتبع للمواصفة القياسية.
- دراسة تأثير استخدام أنواع أخرى من شفرات المزج على جودة الطلاء.
- دراسة الخواص الميكانيكية للطلاء المحضر وفق البارامترات التي تم اختيارها.

6- المراجع:

- [1] Ezzeddin B., Al-khalidi M. T. A. An investigation into the effect of using different metal oxide nanoparticles on the anti-corrosion properties of coatings a comparative study. Moroccan Journal of Chemistry. Vol12,Issue2.Page657-675.2024. <https://doi.org/10.48317/IMIST.PRSM/morjchem-v12i2.43008>.
- [2] Mardare L., Benea L. Development of Anticorrosive Polymer Nanocomposite Coating for Corrosion Protection in Marine Environment. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 209 .2017.
- [3] Mixing Epoxy: Tips and Techniques for Optimal Results. United Resin.2024.<https://www.unitedresin.com/mixing-epoxy-tipstechniques-optimal-results>
- [4] Izabela M., Anna R., Miroslav M., Monika H. The Influence of Mixing Methods of Epoxy Composition Ingredients on Selected Mechanical Properties of Modified Epoxy Construction Materials. Materials . 2021. <https://doi.org/10.3390/ma14020411>
- [5] Pradeep S., Gazala R., Ridham D., Sundee K. D. Designing of smart coatings of conducting polymer poly(aniline-co-phenetidine)/SiO₂ composites for corrosion protection in marine environment. Elsevier. SCT-20794;No of Pages10.2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.12.038>
- [6] Edward P., Wentao Z., Matthieu G., Costas S.The Effect of Shear Mixing Speed and Time on the Mechanical Properties of GNP/Epoxy Composites. Springer. 2016.
- [7] Zakya R., Adeel A., HumairaM. S., Shaukat S. Preparation, Characterization, and Enhanced Thermal and Mechanical Properties of Epoxy-Titania Composites. Hindawi Publishing Corporation, Scientific World Journal,Vol, Article ID 515739.7pages.2014. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/515739>.
- [8] Raluca S., Augustin S., Vili P., Oana R. Ch.,Dan F. N., Drago F. M., Bogdan F. The Impact of ZnO Nanofillers on the Mechanical and Anti-Corrosion Performances of Epoxy Composites. MDPI/Polymers. 16. 2054.2024. <https://doi.org/10.3390/polym16142054>
- [9] Med B., Marcin K., Anita B. Effect of mixing parameters on the mechanical and thermal properties of a nanoclay-modified epoxy resin. High Performance Polymers 26(3) p298-206,2014.

- [10] Yomen a., Issa k., Mohammad d. Enhancement of the mechanical properties of the epoxy polymer by adding silicon carbide micro- grains. Homs University Jurnal, Syria, Volume 43, Issue 10, 2021(In Arabic)
- [11] Ahlam M. I. Improving the corrosion protection of steel using polymeric nano composite coatings (PMMA/TiO₂). Homs University Journal, Syria, Volume 44, Issue 14, 2022. (In Arabic)
- [12] Kazem S. B., Kevin P. P. Application of AC-DC-AC Accelerated Aging to Assess the Galvanic Corrosion Risk of Mild Steel Coated with Graphene-Embedded Epoxy Coatings. MDPI / Coatings. 2025.
<https://doi.org/10.3390/coatings15050501>.
- [13] Novi A. L., Tri A. K. Experimental Study on The Effect of Epoxy Zinc and Thinner Ratio on Platform Structure Coating Quality. journal of ocean science and technology innovation. zonalaut. eISSN: 2721-5717; pISSN: 2747-2124, Vol. 6. No. 2.2025.
<https://journal.unhas.ac.id/index.php/zonalaut>
- [14] American Society for Testing and Materials - ASTM D3359-17 Standard Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test, West Conshohocken, PA, 2017.

