# Környezetbarát, fitinsavval (PA) és 3-glicidiloxi-propil-trimetoxiszilánnal (GPTMS) módosított hibrid szilika bevonatok tanulmányozása cink hordozón

XXXII. Nemzetközi Vegyészkonferencia

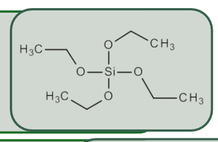
**SZÉKELY Szabina-Karola[1], dr. SZABÓ Gabriella-Stefánia[1]**

Babeş-Bolyai Tudományegyetem, Kémia és Vegyészmérnöki Intézet
Arany János utca, 11.sz, RO-400028, Kolozsvár, Románia
szabina.szekely@stud.ubbcluj.ro

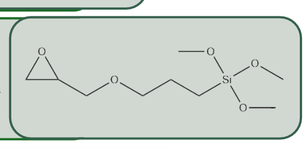
## Elméleti háttér

Kutatásunk célja a jól ismert szilícium-dioxid védőréteg korróziógátló tulajdonságainak javítása az egyes összetevőinek cseréje révén. Az új komponenseknek a rendszerbe történő beépítésével arra törekszünk, hogy fokozzuk a védőhatást, stabilizáljuk a rendszert, valamint, az alkalmazott adalékanyagoktól függően, a bevonatoknak új tulajdonságokkal való felruházása.

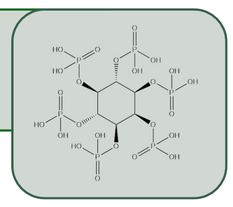
**TEOS**
- Natív szilika prekurzor
- Savas hidrolízissel



**GPTMS**
- Hosszabb gélesedési idő TEOS-val
- Koprekurzorként megakadályozza a szilanolok kondenzációját



**PA**
- Magas foszfortartalom – tűzállóság
- Savas protonok – fémekhez nagy affinitás
- Jó kelátképző tulajdonság

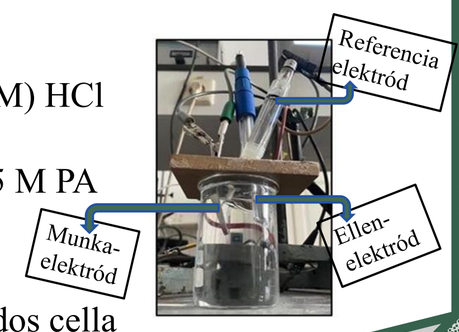


## Kísérlet menete

*Fémhordozók előkészítése:*



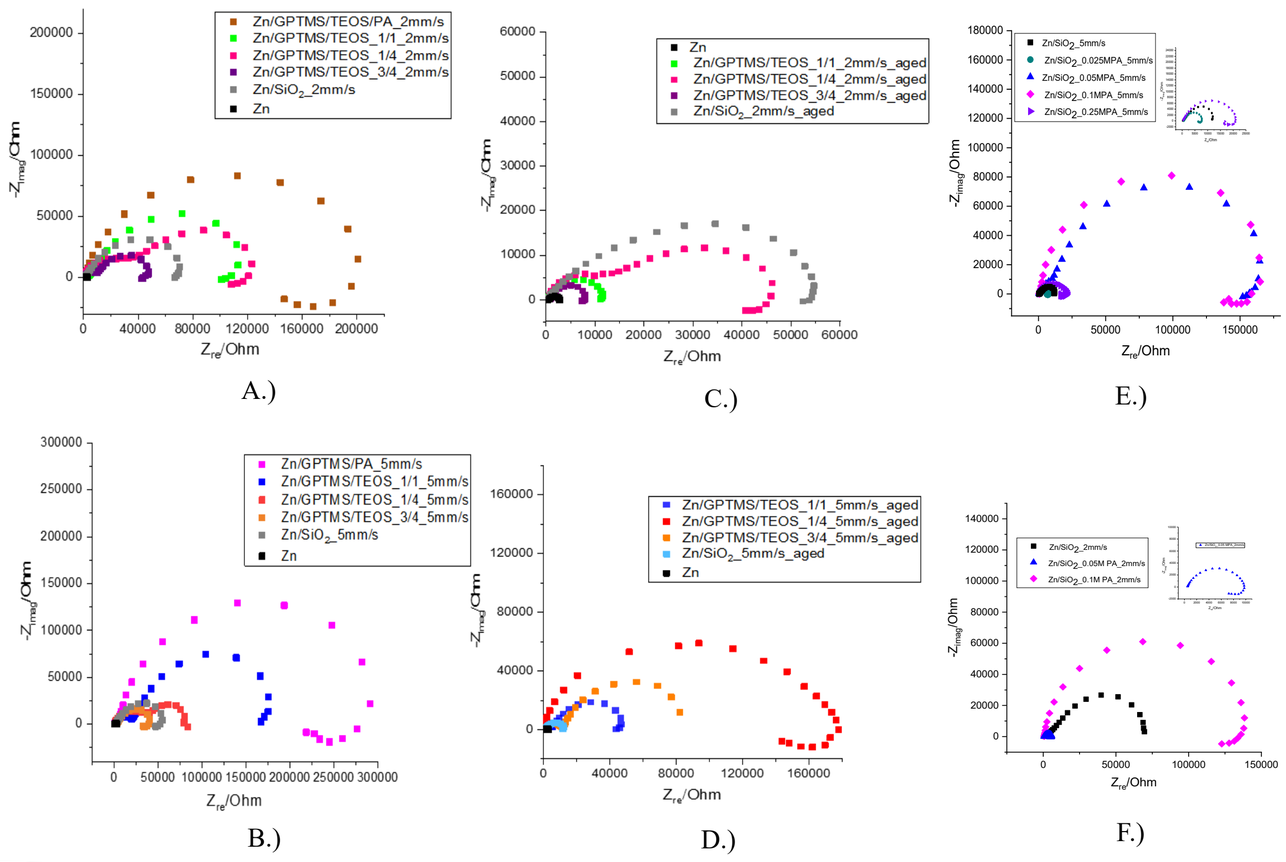

*Prekurzor oldatok előkészítése:*
- Alaprecept – 8 mL TEOS, 22 mL EtOH, 4 mL (0,1M) HCl
- GPTMS hozzáadása $^1/_4$, $^1/_1$, $^3/_4$ térfogatarányban
- HCl helyettesítése 0,025 M – 0,05 M – 0,1M – 0,25 M PA




*Elektrokémiai vizsgálatok:*
- OCP - 30-60 perc
- EIS - 10mHz–100kHz
- Rp - OCP±20mV
- Tafel - OCP±200mV ,1 mV/min
- Háromelektródos cella
- 0,2g/L nátrium-szulfát
- Ag/AgCl/KClsat elektród

## Impedancia spektroszkópia

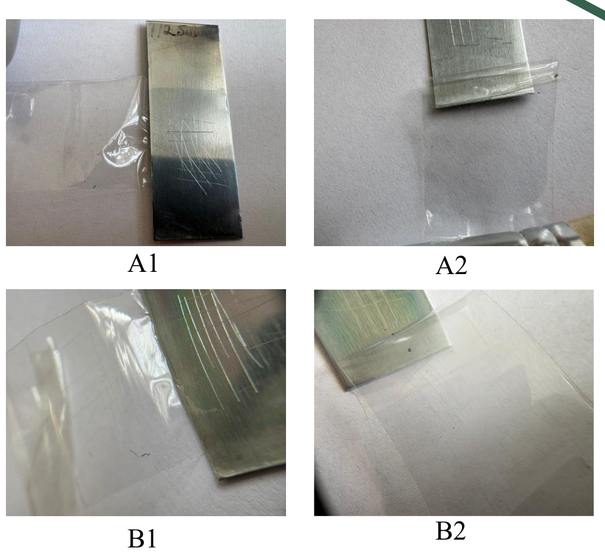
- A PA módosított rétegek bizonyultak a leghatékonyabbnak
- Az optimális teljesítményt a GPTMS/TEOS 1:1 arányú hibrid biztosította
- Az öregedés kedvezőtlen hatást gyakorolt
- PA módosítás optimális koncentráció tartomány 0,05 – 0,1 M
- Induktív hurok – korróziós folyamatok beindulása, adszorpciós folyamatok instabilitása
- Ellaposodás – szerkezeti inhomogenitás




A.) C.) E.)

B.) D.) F.)

1. Ábra – A frissen előállított prekurzor oldatokból különböző sebességgel (A – 2 mm/s, B – 5 mm/s) húzott minták; az öregedett prekurzor oldatokból különböző sebességgel (C – 2 mm/s, D – 5 mm/s) húzott minták; PA módosított, különböző sebességgel (F – 2 mm/s, E – 5 mm/s) húzott minták Nyquist diagramjai



A1 A2

B1 B2

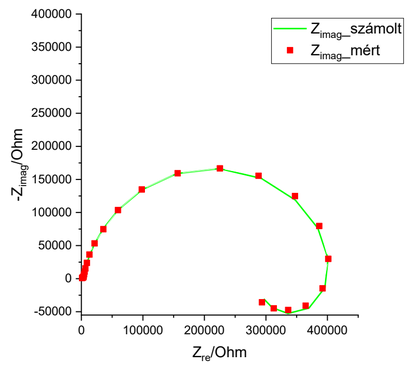
5. .Ábra – A különböző GPTMS/TEOS térfogatarány és húzási sebességgel előállított rétegek adhéziójának tanulmányozása tape teszttel (A1 – GPTMS/TEOS-1/1 5mm/s, A2 – GPTMS/TEOS-1/1 2mm/s, B1 – GPTMS/TEOS-1/4 5mm/s, B2 – GPTMS/TEOS-1/4 2mm/s)



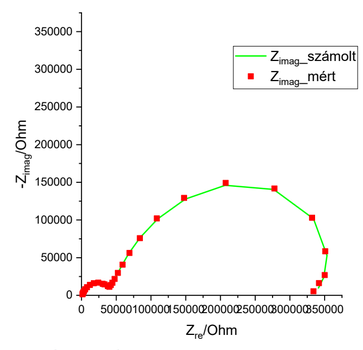
- Szabványos rácsvágásos vizsgálat
- Felület megsértése
- Eltávolítás ragasztószalaggal
- Mindegyik rétegünk jó tapadást mutatott
- Nem voltak eltávolíthatóak

## Adhézió tanulmányozása

## Ekvivalens áramkörillesztés

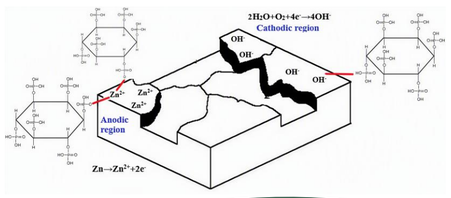



*2. Ábra – Á ramkör illesztés a PA módosított hibrid bevonatok Nyquist-diagramjaira*

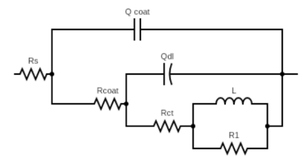



*3. Ábra – Áramkör illesztés a GPTMS/TEOS hibrid bevonatok Nyquist-diagramjaira*

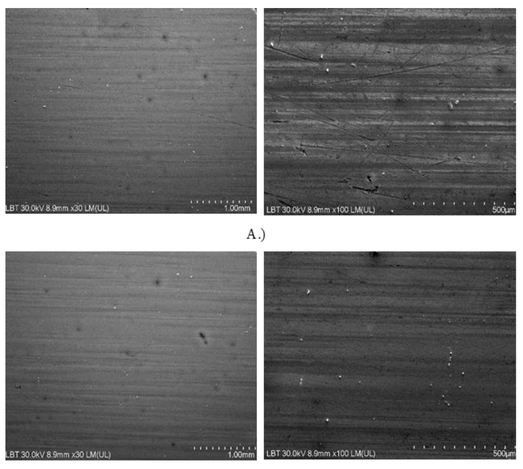
- Magasabb frekvenciatartományban - kisebb félkörív – pórusellenállás és kapacitás
- Közepes/alacsony frekvenciatartományban - töltésátlépési ellenállást és a kettősréteg-kapacitását




- Rideg szilikaváz mechanikai védőszerepe
- PA molekulák kapcsolódása PA-$Zn^{2+}$ kelátkomplexként
- Felületen levő oxid-hidroxid részecskék



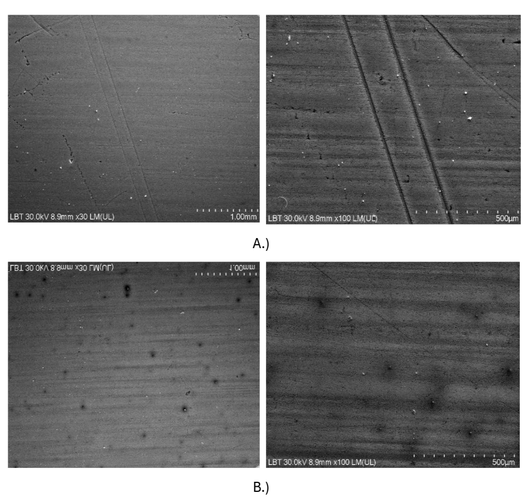

*4. Ábra – Az R(Q(R(Q(R(LR)))))) áramkör modellje*




A.)

B.)

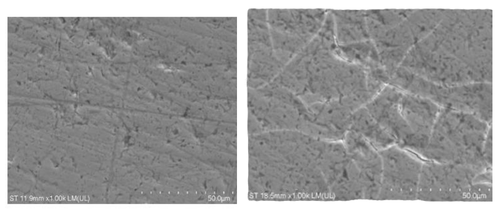
7. Ábra – Egyenlő térfogatarányú GPTMS/TEOS prekurzoroldatból (A) 2 mm/s és (B) 5 mm/s sebességgel húzott minták




A.)

B.)

8. Ábra – Fitinsavval módosított, eltérő sebességgel húzott minták: (A) 2 mm/s és (B) 5 mm/s



A.) B )

*6. Ábra – A különböző sebességgel (A.) – 2 mm/s és (B.) – 5 mm/s húzott natív szilika rétegek SEM felvételei*

- Natív szilikaréteg berepedezése
- Vastagabb réteg egyenetlen száradása
- PA módosított réteg jól elfedte a karcokat
- PA rétegek porozitása
- Sávosodás – száradás közbeni anyagáramlás
- GPTMS hatására egységes réteg már nagyobb húzási sebesség mellett is

## Morfológiai vizsgálat

## Összegzés és következtetések

- A PA-val módosított rétegek bizonyultak a leghatékonyabbnak, közülük is a GPTMS/TEOS 1:1 arányú hibrid rendszer nyújtotta az optimális teljesítményt.
- A hibrid bevonatrendszer jelentősen nagyobb védelmi hatékonyságot mutat, mint a natív szilícium-dioxid réteg.
- A PA-val történő módosításhoz az optimális koncentráció 0,1 M és kifejezetten kedvező hatást gyakorol a GPTMS/TEOS hibrid mátrixra.
- A rétegeink rendkívül jó tapadással rendelkeztek
- A módosítás hatására jelentősen javult a felületi morfológia.
- A módosítás eredményeként megszűnt a natív szilícium-dioxid réteg repedezettsége.

## Bibliográfia

1. Li, C. P.; Weng, M. C.; Huang, S. L. Preparation and Characterization of PH Sensitive Chitosan/3-Glycidyloxypropyl Trimethoxysilane (GPTMS) Hydrogels by Sol-Gel Method. Polymers (Basel). 2020, 12 (6), 1326. https://doi.org/10.3390/POLYM12061326.
2. Costenaro, H.; Lanzutti, A.; Paint, Y.; Fedrizzi, L.; Terada, M.; de Melo, H. G.; Olivier, M. G. Corrosion Resistance of 2524 Al Alloy Anodized in Tartaric-Sulphuric Acid at Different Voltages and Protected with a TEOS-GPTMS Hybrid Sol-Gel Coating. Surf. Coatings Technol. 2017, 324, 438–450. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.05.090.
3. Szabó, G., Ovari, TR., Székely, S. et al. An eco-friendly corrosion protective coating for zinc based on phytic acid-modified silica. J Solid State Electrochem (2025). https://doi.org/10.1007/s10008-025-06422-x[