

## Elméleti bevezető

Epoxi (EP) alapú korrózióvédő bevonatot készítettünk cink hordozón. A bevonat pórusos szerkezetének javítása, valamint az elektrolit útjának meghosszabbítása érdekében szilika (SiO<sub>2</sub>) nanorészecskéket (NP) és (3-amino-propil) trietoxiszilánnal (APTES) módosított szilika (SiO<sub>2</sub>-APTES) nanorészecskéket vegyítettünk a rétegbe. A SiO<sub>2</sub>-APTES szintézis két módon történt: egyik módszer tartalmazta a SiO<sub>2</sub> NP módosítását, majd epoxigyantába való bevitelét (I); a második szintézis pedig közvetlen az epoxigyantában történt (II). A nanorészecskék morfológiai jellemzését TEM, a réteg fizikai-kémiai jellemzését pedig SEM mikroszkópiával, peremszög és tapadási mérésekkel tanulmányoztuk. Az epoxi vékonyrétegbe beépített SiO<sub>2</sub> NP korróziógátló teljesítményét cink hordozón elektrokémiai impedancia spektroszkópiával (EIS) vizsgáltuk.

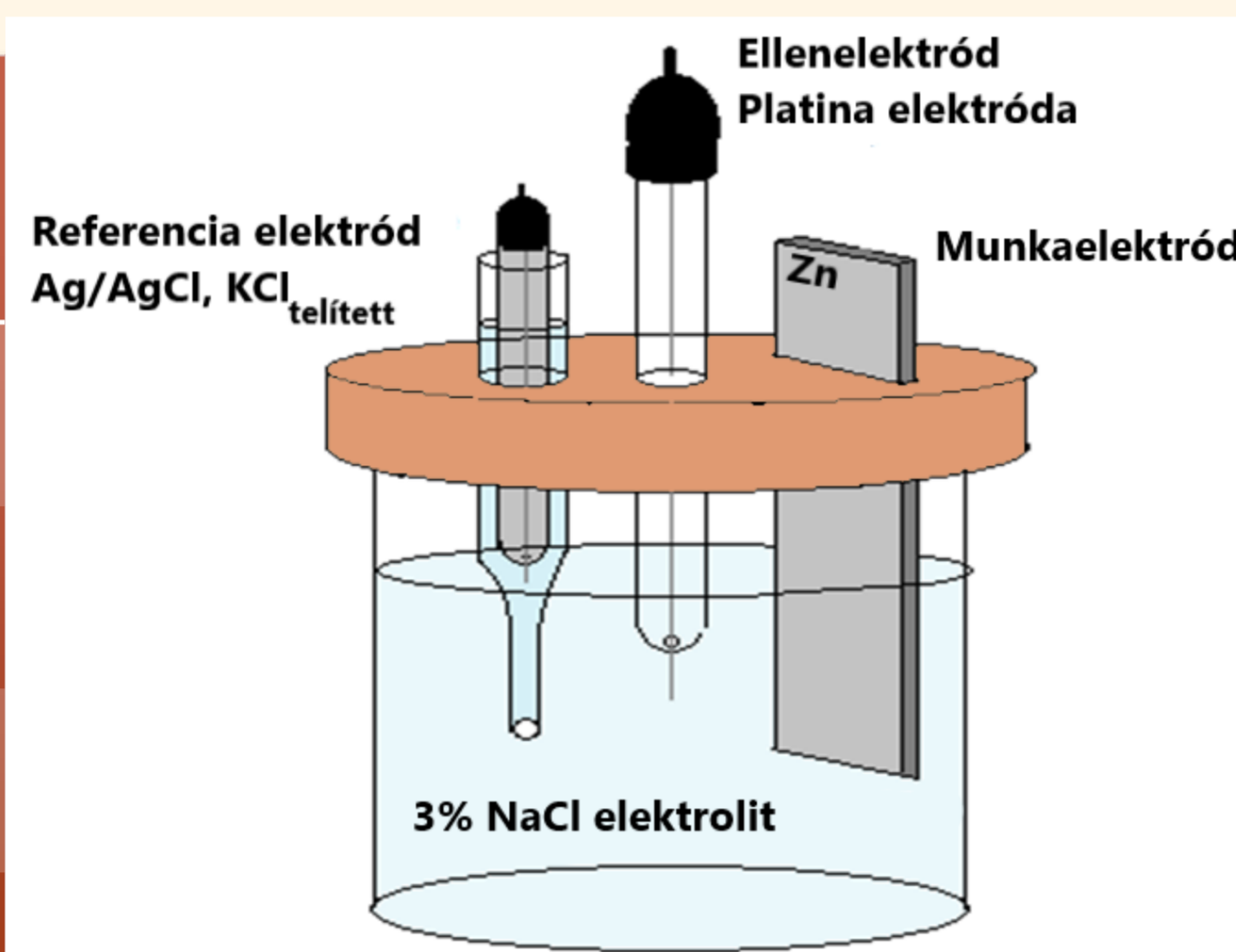
1. táblázat: Az EP gyanta előnyei és hátrányai:

ELŐNYÖK:	HÁTRÁNYOK:
• kiemelkedő megmunkálhatóság	• hidrofil
• csökkent reaktivitás	• a megkeményedett epoxi pórusokat tartalmaz
• jó elektromos szigetelő	• könnyen keletkeznek repedések és terjednek tovább
• alacsony előállítási költség	

## Kísérleti körülmények

### EIS mérések:

Munkaelektrod:	bevonat és bevonat nélküli cink elektrod S=2 cm <sup>2</sup> felülettel
Ellenelektrod:	Platina elektrod
Referencia elektrod:	Ag/AgCl, KCl <sub>telített</sub>
Kísérleti berendezés:	PARSTAT 2273
Elektrolit oldat:	3 tömeg% NaCl



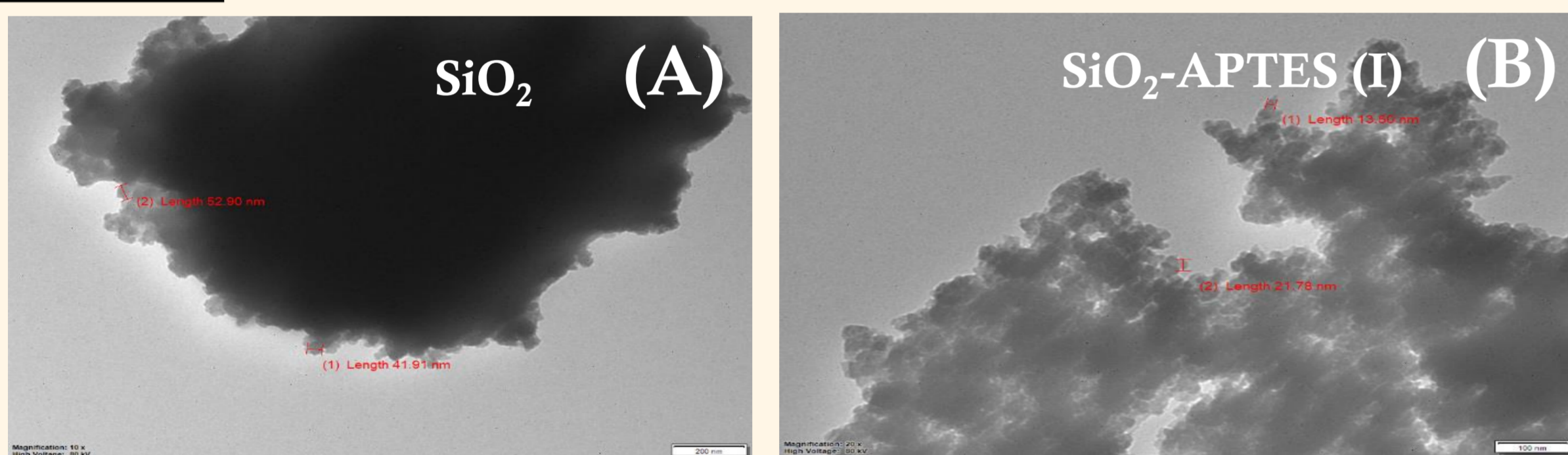
1. ábra: Háromelektrodos cella vázlatja.

### A minták elkészítése:

- A SiO<sub>2</sub> NP felületi módosítása (3-amino-propil) trietoxiszilánnal (SiO<sub>2</sub>-APTES):
  - (I) a NP funkcionálizálása, majd az EP gyantába való bevezetése [1]
  - (II) az EP gyantában történő funkcionálizálás [2]
- Az EP/ SiO<sub>2</sub>-APTES szolok elkészítése
- A cinklemezek előkészítése és tisztítása
- Réteghúzás mártásos módszerrel (dip-coating)

## Eredmények

### TEM mérések:



2. ábra: A SiO<sub>2</sub> (A) és APTES módosított SiO<sub>2</sub> (B) NP elektronmikroszkópos képe.

### Peremszög mérések:

2. táblázat: Peremszög mérések eredményei EP, EP/SiO<sub>2</sub>, EP/SiO<sub>2</sub>-APTES (I) és (II) rétegek esetén, 0-30 perces intervallumban, 20 µL 3 tömeg% NaCl cseppel:

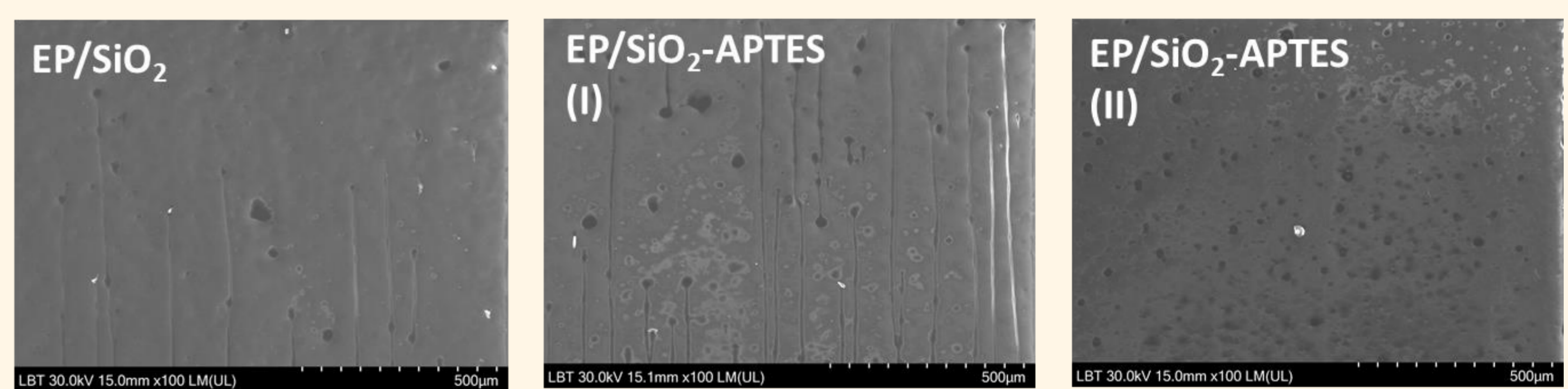
EP	EP/SiO <sub>2</sub>	EP/SiO <sub>2</sub> -APTES (I)	EP/SiO <sub>2</sub> -APTES (II)
68°	59°	80°	75°
0min	0min	0min	0min
45°	31°	51°	58°
30min	30min	30min	30min

### Rétegvastagság és adhéziós mérések:

3. táblázat: A vizsgált rétegek vastagsága és adhéziója:

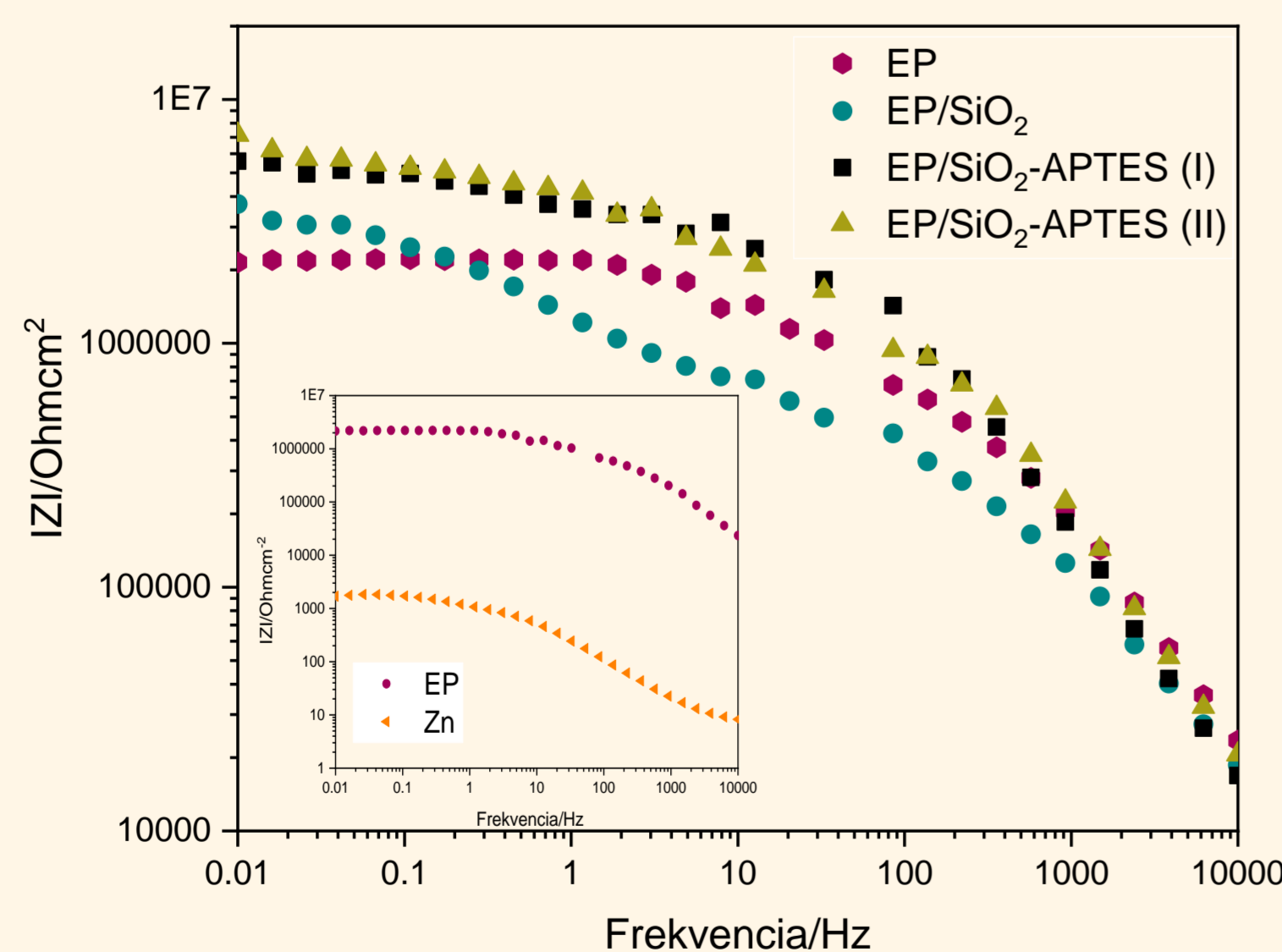
Réteg	Rétegvastagság			
	EP	EP/SiO <sub>2</sub>	EP/SiO <sub>2</sub> -APTES (I)	EP/SiO <sub>2</sub> -APTES (II)
µm	18,89	15,58	21,44	10,87
%	61,00	89,75	75,50	99,99

### SEM mérések:



3. ábra: SEM felvételek az EP/SiO<sub>2</sub>, EP/SiO<sub>2</sub>-APTES (I) és (II) vékonyrétegekről.

### EIS mérések:

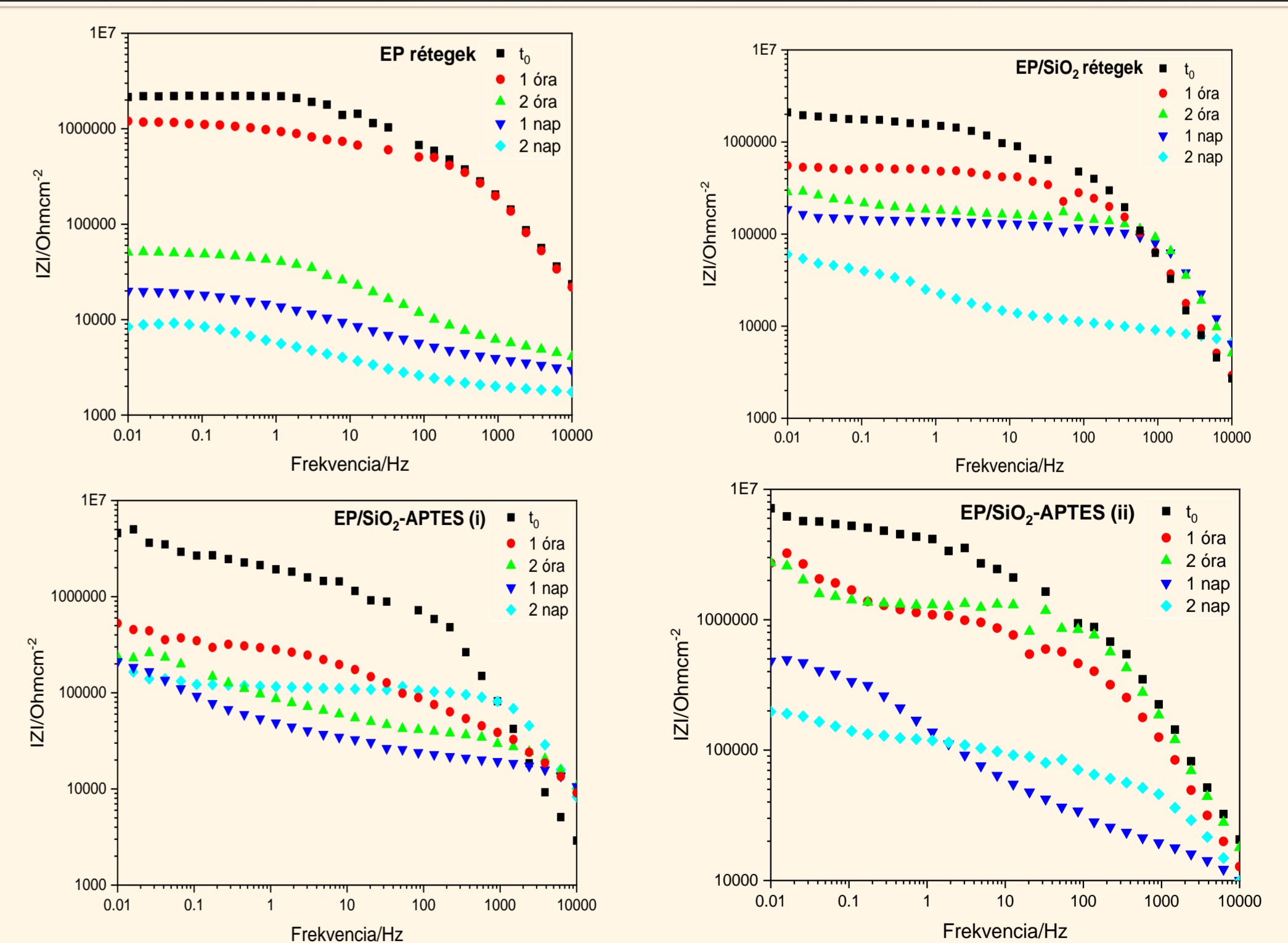


Réteg	Zn	EP	EP/SiO <sub>2</sub>	EP/APTES-SiO <sub>2</sub> (I)	EP/APTES-SiO <sub>2</sub> (II)
Z  <sub>0,01 Hz</sub> [Ω]	1,67 · 10 <sup>3</sup>	2,14 · 10 <sup>6</sup>	3,72 · 10 <sup>6</sup>	5,58 · 10 <sup>6</sup>	7,16 · 10 <sup>6</sup>

4. ábra: Bevonat nélküli cinklemez, EP, EP/SiO<sub>2</sub> és APTES-szel módosított SiO<sub>2</sub> töltőanyagot tartalmazó vékonyrétegek Bode-diagramjai és |Z|<sub>0,01 Hz</sub> értékei.

4. táblázat: A rétegek |Z|<sub>0,01 Hz</sub> értékei 1, illetve 2 nap 3 tömeg% NaCl-ban való áztatás után:

Idő	t <sub>n</sub>	1 nap	2 nap
Réteg	EP		
Z  <sub>0,01 Hz</sub> [Ω]	2,14 · 10 <sup>6</sup>	1,99 · 10 <sup>4</sup>	8,40 · 10 <sup>3</sup>
Réteg	EP/SiO <sub>2</sub>		
Z  <sub>0,01 Hz</sub> [Ω]	2,09 · 10 <sup>6</sup>	1,85 · 10 <sup>5</sup>	6,01 · 10 <sup>4</sup>
Réteg	EP/SiO <sub>2</sub> -APTES (I)		
Z  <sub>0,01 Hz</sub> [Ω]	4,58 · 10 <sup>6</sup>	2,11 · 10 <sup>5</sup>	2,18 · 10 <sup>5</sup>
Réteg	EP/SiO <sub>2</sub> -APTES (II)		
Z  <sub>0,01 Hz</sub> [Ω]	7,16 · 10 <sup>6</sup>	4,80 · 10 <sup>5</sup>	1,97 · 10 <sup>5</sup>



5. ábra: 2 nap 3 tömeg% NaCl-ban való áztatás során az EP, EP/SiO<sub>2</sub>, EP/SiO<sub>2</sub>-APTES (I) és (II) rétegek Bode-diagramjai

## Végkövetkeztetések

- A TEM képek azt mutatják, hogy az (I) szintézissel csökkentettük a SiO<sub>2</sub> NP agglomerációját és részecskeméretét.
- A (II) szintézis során vékonyabb bevonatot kaptunk, amely azonban jobb adhézióval és |Z|<sub>0,01 Hz</sub> értékkel rendelkezett. A SEM felvételen is láthatjuk, hogy a rétegünk ebben (II) az esetben nem folyt el.
- A peremszög mérések arról tanúskodnak, hogy az EP rétegek, melyek módosított SiO<sub>2</sub> NP tartalmaznak, kevésbé hidrofíll jelleggel rendelkeznek.
- Az elektrokémiai mérések alapján kijelenthető, hogy 2 nap 3 tömeg% NaCl-ban való áztatás után a EP/SiO<sub>2</sub>-APTES rétegek |Z|<sub>0,01 Hz</sub> értéke két nagyságrenddel nő az epoxigyantával bevont mintához képest.

**Bibliográfia:** [1] S. R. Karnati, D. Oldham, E.H. Fini, L. Zhang, Surface functionalization of silica nanoparticles to enhance resistance of asphalt binder, Construction and Building Materials 211 (2019) 1065-1072. [2] S. Mehmood, N. Ali, F. Ali, F. Haq, M. Haroon, S. Fahad, The Influence of Surface Modified Silica Nanoparticles: Properties of Epoxy Nanocomposites, Zeitschrift für Physikalische Chemie 235 (2021) 649-661.