

# APARATURA

## BADAWCZA I DYDAKTYCZNA

### Pomiar kohezji klejów samoprzylepnych w wyższych temperaturach

ZBIGNIEW CZECH<sup>1</sup>, KRZYSZTOF GRACZ<sup>2</sup>, DOMINIKA SOWA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ZACHODNIOPOMORSKI UNIWERSYTET TECHNOLOGICZNY W SZCZECINIE, WYDZIAŁ TECHNOLOGII I INŻYNIERII CHEMICZNEJ, INSTYTUT TECHNOLOGII CHEMICZNEJ ORGANICZNEJ, <sup>2</sup>GRZEPNICA

**Słowa kluczowe:** kleje samoprzylepne, kohezja, wyższe temperatury, specjalne urządzenie do pomiaru kohezji

#### STRESZCZENIE

Najważniejszą właściwością klejów samoprzylepnych jest ich wytrzymałość wewnętrzną, nazywana inaczej kohezją. Kleje samoprzylepne o niskiej kohezji nie mogą być stosowane w praktyce przemysłowej do wytwarzania materiałów samoprzylepnych, służących do łączenia ze sobą różnorodnych materiałów. Zastosowanie takich klejów, ze względu na małą wytrzymałość spoiny klejowej, prowadzi w efekcie do kosztownych reklamacji. Kohezja klejów samoprzylepnych zależy od wielu czynników, jednak głównym parametrem wpływającym na kohezję jest rodzaj oraz stężenie, użytych w technologii klejów i materiałów samoprzylepnych, związków sieciujących. Kohezja klejów samoprzylepnych zależy również od temperatury jej pomiaru. Najczęściej bada się kohezję klejów samoprzylepnych w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 70°C. Do tych pomiarów, szczególnie do pomiaru kohezji w podwyższonych temperaturach, skonstruowano specjalną aparaturę, wykorzystując do tego celu komercyjną, przebudowaną suszarkę.

# Cohesion measurement of pressure-sensitive adhesives at higher temperatures

**Keywords:** pressure-sensitive adhesives, cohesion, higher temperatures, special equipment for measurement of cohesion

## ABSTRACT

The important property of pressure-sensitive adhesives is their shear strength, known other as cohesion. Pressure-sensitive adhesives characterized by low cohesion cannot be used in industrial practice for manufacturing of self-adhesive materials applied for bonding of various substrates. The application of this kind of adhesives provide to low cohesion of bonding palaces and with it to complaints. The cohesion of pressure-sensitive adhesives depends on different parameters, but the main parameter is the kind and concentration of crosslinking agents used in the technology of adhesives and self-adhesive products. The cohesion of pressure-sensitive adhesives depends on measurement temperature too. Generally, the cohesion of pressure-sensitive adhesive is tested at room temperature and at 70°C. For these tests, especially for testing of cohesion at higher temperatures was constructed special equipment using for this goal drying machine.

## 1. WSTĘP

Kleje samoprzylepne stanowią interesującą grupę klejów na bazie organicznych polimerów, charakteryzujących się permanentnymi właściwościami samoprzylepnymi w temperaturze pokojowej. Ze względu na niską temperaturę zeszklenia (poniżej -25°C) oraz budowę amorficzną polimeru do wytwarzania klejów samoprzylepnych nadają się poliakrylany, kauczuk naturalny, kauczuk syntetyczny, silikony, poliestry, poliuretany, polietero oraz kopolimery etylenu i octanu etylu. Kleje i materiały samoprzylepne charakteryzują bardzo dobrze trzy podstawowe ich właściwości, mianowicie tack (lepność, kleistość), adhezja (przyczepność) do różnorodnych materiałów oraz wytrzymałość wewnętrzna (kohezja) [1]. Właśnie kohezja klejów jest ich najistotniejszą właściwością, decydującą o ich późniejszej aplikacji. Na kohezję klejów samoprzylepnych wpływa wiele czynników. Do najważniejszych z nich należą [2]:

- Rodzaj polimeru użytego do produkcji klejów samoprzylepnych
- Rodzaj monomerów zastosowanych do syntezy
- Ciężar cząsteczkowy klejów
- Rodzaj oraz stężenie zastosowanych do podwyższenia kohezji związków sieciujących
- Grubość warstwy samoprzylepnej kleju
- Temperatura pomiaru.

Istotnym zagadnieniem jest, w zależności od końcowego zastosowania produktu samoprzylepnego, zagwarantowanie odpowiedniego balansu pomiędzy kohezją kleju samoprzylepnego, a jego adhezją. Dotyczy to niemal wszystkich produk-

tów samoprzylepnych, szczególnie jednak taśm montażowych, taśm łączących, banerów reklamowych oraz produktów samoprzylepnych wielokrotnego zastosowania [3].

Wysoka kohezja wymagana jest od taśm łączących, pracujących bardzo często pod wysokim obciążeniem. Drugorzędne znaczenie ma kohezja warstwy samoprzylepnej kleju w materiałach wielokrotnego zastosowania oraz w przypadku banerów reklamowych. Zbyt niska, nieodpowiednia kohezja w przypadku tych produktów może doprowadzić jednak do pozostania kleju na sklepanych powierzchniach w trakcie ich odrywania. Najistotniejszy wpływ na kohezję materiałów samoprzylepnych sieciowanych tym samym związkiem sieciującym o jednakowym stężeniu ma temperatura pomiaru kohezji oraz grubość warstwy samoprzylepnej kleju [4].

## 2. METODY POMIARU KOHEZJI

Do podstawowych metod badań, stosowanych do określenia kohezji materiałów samoprzylepnych, należą metoda AFERA 4012 oraz metoda FINAT FTM 8. Wg metody AFERA 4012 kohezję warstwy samoprzylepnej kleju określa się jako maksymalne obciążenie materiału samoprzylepnego w niutonach [N] naklejonego na płytkę stalową, które nie powoduje zerwania spoiny klejowej w przeciągu co najmniej 4 godzin. Standardowe przewidziane przez normę AFERA 4012 pomiary prowadzi się w temperaturze pokojowej oraz w 70°C, przy czym maksymalne obciążenie spoiny klejowej w temperaturze pokojowej wynosi 120 N,

a w temperaturze 70°C 40 N. Inna, coraz częściej stosowana do pomiaru kohezji, norma FINAT FTM 8 przewiduje pomiar czasu trwałości spoiny klejowej w temperaturze pokojowej oraz w 70°C, pod jednakowym obciążeniem 10 N. Oczywiście te normy, szczególnie FTM 8, umożliwiają pomiar kohezji materiałów samoprzylepnych w postaci dwustronnych oraz jednostronnych taśm samoprzylepnych w różnych temperaturach oraz pod różnym obciążeniem spoiny klejowej, przeważnie od 5 do 20 N [5-6], począwszy od temperatury pokojowej nawet do 300°C w przypadku zastosowania klejów samoprzylepnych na bazie silikonów.

Do pomiaru kohezji metodą FINAT FTM 8 w różnych temperaturach stosuje się przystosowane albo przerobione do tego celu suszarki (Rys. 1) z zamocowanymi na obudowie zegarami, umożliwiającymi zarejestrowanie czasów oderwania obciążonych próbek materiałów samoprzylepnych od płytek stalowych, umieszczonych w suszarce.



**Rysunek 1** Suszarka do pomiaru kohezji z widocznymi u góry zegarami pomiarowymi

**Figure 1** Dryer for measurement of cohesion with visible measuring clock

Na Rysunku 2 widać, jakie komplikacje konstrukcyjne stwarza umiejscowienie zegarów pomiarowych poza suszarką. Widoczny na zdjęciu wielożyłowy kabel utrudnia w istotny sposób zamykanie suszarki, powodując nieprzewidziane komplikacje z umiejscowieniem „nadmiaru” wielożyłowego grubego kabla wewnątrz suszarki.

Wprawdzie niedawno wprowadzono do pomiarów kohezji nową konstrukcję adaptowanej do pomiarów suszarki, z której usunięto przednią konstrukcję kabla wielożyłowego oraz zrezygnowano z wielkich pomiarowych urządzeń zegarowych, ale cena urządzeń tego typu jest bardzo wysoka i są one w stanie jednorazowo dokonać



**Rysunek 2** Wnętrze suszarki adaptowanej do pomiaru kohezji z widocznym na zdjęciu kablem

**Figure 2** Dryer inside with visible electric cable adopted for measurement of the cohesion

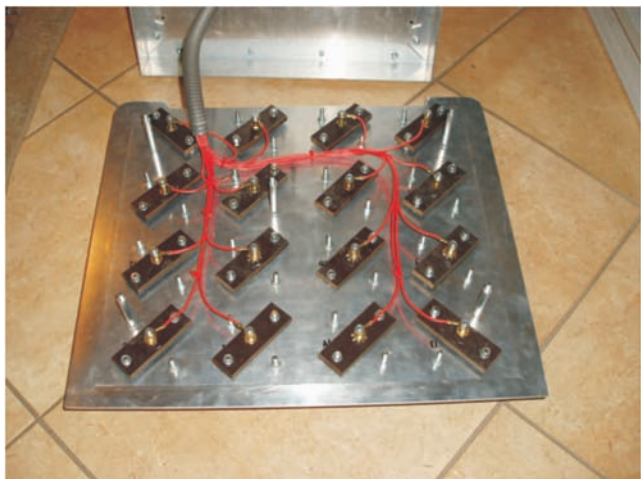
pomiaru kohezji tylko 12 próbek, co drastycznie wydłuża czas badań. Pomiar kohezji jest pomiarem bardzo czasochłonnym, to znaczy uważany jest za tzw. wąskie gardło w technologii klejów i materiałów samoprzylepnych.

Wychodząc naprzeciw zapotrzebowaniom laboratoryjnym wszelkiego rodzaju instytutów naukowo-badawczych oraz laboratoriów przemysłowych, skonstruowano urządzenie do pomiarów kohezji na 20 stanowisk, umożliwiające pomiar kohezji 20 próbek jednocześnie w szerokim zakresie temperatur. W nowej konstrukcji zrezygnowano z drogiej konstrukcji wkładu pomiarowego (zdjęcie 3), który poprzez odpowiednią dolną konstrukcję układu pomiarowego, reagującego na odpadające od płytek stalowych ciężarki, umożliwia komputerową rejestrację i bezproblemowy odczyt czasów oderwania obciążonych próbek od płytek stalowych.



**Rysunek 3** Widok wkładu pomiarowego na 20 próbek

**Figure 3** View of measuring equipment for 20 samples



**Rysunek 4** Dolna część układu pomiarowego reagującego na spadający ciężarek

**Figure 4** Bottom part of measuring equipment reacted for dropped weights

### 3. KONSTRUKCJA URZĄDZENIA DO POMIARU KOHEZJI KLEJÓW SAMOPRZYLEPNYCH

Wewnątrz suszarki umocowano specjalny podest z zamontowanymi 20 tulejami z aluminium, na spodzie których umieszczono specjalne przyciski umożliwiające rejestrację czasu, po jakim badane materiały samoprzylepne zostaną pod wpływem stałego obciążenia (w tym konkretnym przypadku 10 N) oderwane od płytki stalowej.



**Rysunek 5** Wnętrze suszarki z umocowanym wkładem do badania kohezji

**Figure 5** Dryer inside with fastened plate for measurement of cohesion

Na Rysunku 6 przedstawiono wkład do badania kohezji klejów samoprzylepnych z umieszczonymi w środku ciężarkami o masie 10 N. W górnej części znajdują się płytki stalowe, na których umieszcza się badane próbki materiałów samoprzylep-

nych. Czas, po jakim oderwie się badana próbka w ściśle określonej temperaturze, najczęściej w temperaturze pokojowej oraz w 70°C, jest rejestrowany automatycznie na podłączonym do suszarki komputerze. Za materiały samoprzylepne o wysokiej kohezji uważa się takie, które pod obciążeniem 10 N w temperaturze pokojowej nie odpadną od płytki stalowej przez co najmniej 3 dni. W przypadku kohezji badanej w 70°C czas ten powinien wynosić minimum 24 h. Im dłużej obciążona próbka kleju samoprzylepnego przylega do płytki stalowej, tym wyższa jest kohezja badanego kleju samoprzylepnego.



**Rysunek 6** Wkład do badania kohezji z ciężarkami o masie 10 N oraz umieszczonymi u góry płytkami stalowymi

**Figure 6** Dryer inside with 10 N weights and fastened above steel plate for measurement of cohesion

Bardzo istotny jest wygląd płytki stalowej, od której oderwana zostanie próbka materiału samoprzylepnego. Jeżeli na płytce stalowej pozostaną ślady kleju, mamy do czynienia z pęknięciem kohezijnym (klej wykazuje niedostateczną kohezję). Jeżeli na płytce stalowej nie widać pozostałości kleju, mamy do czynienia z pęknięciem adhezyjnym (klej samoprzylepny jest przesięciowany).

### 4. CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA

Do badań kohezji metodą FINAT FTM 8 zastosowano nieusieciowany rozpuszczalnikowy poliakrylanowy klej samoprzylepny na bazie akrylanu 2-etyloheksylu (95% wag.) oraz kwasu akrylowego (5% wag.) oraz usieciowany odpowiednio 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4 oraz 0,5% wag. acetyloacetonianu glinu w odniesieniu do masy polimeru. Kleje samoprzylepne o różnych gramaturach: 30; 60; 90 oraz 120 g/m<sup>2</sup> oraz o różnej zawartości związku sieciującego badano jako

jednostronne taśmy samoprzylepne otrzymane przez powleczenie rozpuszczalnikowego kleju na folii poliestrowej oraz odparowanie rozpuszczalnika i sieciowanie kleju w kanale suszącym przez 10 min w temperaturze 110°C.

## 5. WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA

Wyniki badań kohezji poliakrylanowych klejów samoprzylepnych w temperaturze pokojowej oraz w 70°C metodą FINAT FTM 8 w nowo skonstruowanym urządzeniu przedstawiono w Tabelach 1, 2.

Jak widać z badań kohezji poliakrylanowych klejów samoprzylepnych przedstawionych w Tabelach 1, 2, mierzonej jako czas oderwania obciążonej warstwy samoprzylepnej kleju od płytki stalowej, wartość kohezji zależy zarówno od stężenia związku sieciującego, jak i od gramatury kleju oraz temperatury pomiaru. Dla klejów usieciovanych przy użyciu 0,2% wag. acetyloacetonianu glinu kohezja, niezależnie od badanej gramatury kleju, mierzona w temperaturze pokojowej, osiąga maksymalną wartość powyżej 72 h (3 dni). W przypadku kohezji mierzonej w 70°C, maksymalną wartość kohezji powyżej 72 h osiąga się dla 0,3 % wag. acetyloacetonianu glinu.

Urządzenie do pomiarów kohezji zbudowane z wykorzystaniem komercyjnej suszarki pozwala na badanie kohezji wszelkiego rodzaju klejów oraz szerokiego asortymentu materiałów samoprzylepnych metodą FINAT FTM 8. Kohezja rejestrowana jest jako czas oderwania obciążonej próbki materiału samoprzylepnego, najczęściej 10 N, w szerokim zakresie temperatur, począwszy od temperatury pokojowej aż do 300°C. Wyniki kohezji rejestrowane są bezpośrednio w komputerze i wyświetlane na monitorze. Możliwy jest automatyczny wydruk mierzonych wartości kohezji w postaci słupkowej poprzez specjalnie skonstruowany do tego celu program komputerowy. W odróżnieniu od typowych komercyjnych urządzeń tego typu, gdzie możliwe jest jednoczesne badanie tylko 12 próbek, urządzenie skonstruowane na Zachodniopomorskim Uniwersytecie Technologicznym w Szczecinie pozwala na jednoczesny pomiar kohezji aż 20 próbek, skracając tym samym niezbędny do wykonania pomiarów czas, co niewątpliwie ułatwia prace naukowo-badawcze oraz technologiczne w laboratorium.

**Tabela 1** Kohezja badanych klejów samoprzylepnych w funkcji gramatury kleju oraz stężenia związku sieciującego mierzona w temperaturze pokojowej

**Table 1** Kohesion measured at room temperature of investigated pressure-sensitive adhesives as a function of coating weight and concentration of crosslinking agent

Nanos kleju [g/m <sup>2</sup> ]	Stężenie związku sieciującego acetyloacetonianu glinu [% wag.]									
	0	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25	0,3	0,35	0,4	0,5
30	8 m	1h18m	15h2m	51h2m	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h
60	5 m	31 m	10h2m	40h10m	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h
90	3,5 m	19,5 m	7h11m	30h10m	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h
120	2,5 m	15,5 m	6h10m	21h10m	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h

**Tabela 2** Kohezja badanych klejów samoprzylepnych w funkcji gramatury kleju oraz stężenia związku sieciującego mierzona w 70°C

**Table 2** Kohesion measured at 70°C of investigated pressure-sensitive adhesives as a function of coating weight and concentration of crosslinking agent

Nanos kleju [g/m <sup>2</sup> ]	Stężenie związku sieciującego acetyloacetonianu glinu [% wag.]									
	0	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25	0,3	0,35	0,4	0,5
30	3 m	3,5 m	19 m	2h30m	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h
60	1,5 m	2 m	12 m	1h33m	10 h	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h
90	1 m	1,5 m	10 m	45,5 m	6h26m	>72h	>72h	>72h	>72h	>72h
120	36 s	1 m	8,5 m	39 m	6 h	34 h	>72h	>72h	>72h	>72h

## LITERATURA

- [1] Czech Z., Kowalczyk A., Kowalska J., Sowa D., Coating and Application Laboratory for Technology of Pressure-Sensitive Adhesives, *Coating* 6, 2013, 21-24.
- [2] Czech Z., Kowalczyk A., Kabatc J., Shao L., Bai Y., Świdowska J., UV-initiated crosslinking of photo-reactive acrylic pressure-sensitive adhesives using excimer-laser, *Polymer Bulletin* 70, 2013, 479-488.
- [3] Czech Z., Butwin A., Herko E., Haftklebstoffe, *Coating*, 8, 2008, 22-25.
- [4] Czech Z., Sowa D., Kowalczyk A., Świdowska J., Adhesion measurement of pressure-sensitive adhesives, *Aparatura Badawcza i Dydaktyczna*, 2, 2012, 7-11.
- [5] Czech Z., Kowalski A., Kowalczyk A., Shao L., Bai Y., Tack as an undefined very important property of pressure-sensitive adhesives, *Aparatura Badawcza i Dydaktyczna*, 1, 2012, 7-12.
- [6] Czech Z., Pełech R., Kowalczyk A., Shao L., Bai Y., Acrylic pressure-sensitive adhesives modified with silver nanoparticles, *Aparatura Badawcza i Dydaktyczna*, 4, 2011, 7-13.