

PORÓWNANIE METOD TESTOWANIA WYTRZYMAŁOŚCI KLEJU NA ODRYWANIE DLA RÓŻNYCH SPOSOBÓW PRZYGOTOWANIA POWIERZCHNI PRÓBEK

EWA KACZOROWSKA

Centrum Technologii Kompozytowych, Instytut Lotnictwa, Al. Krakowska 110/114, 02-256 Warszawa
ewa.kaczorowska@ilot.edu.pl

Streszczenie

Celem artykułu było zestawienie wyników badań wytrzymałości kleju na odrywanie z dwóch metod: wspinającego bębna (Climbing Drum) według normy ASTM D1781 oraz swobodnych wałków (Floating Roller) – ASTM D3167 oraz sprawdzenie wpływu przygotowania powierzchni klejonych na połączenie. Przedstawiono także przegląd literatury w kierunku określania właściwości kleju oraz porównania wymienionych metod. Badania zostały przeprowadzone na takich samych układach badawczych, tj. wykonanych próbkach kompozytowych z prepregów węglowych i szklanych w technologii bezautoklawowej. Do laminatów zostały przyklejone blaszki ze stali nierdzewnej na klej błonkowy. Sprawdzone wpływ przygotowania powierzchni stali do klejenia na wytrzymałości otrzymane z badań przeprowadzonych obydwoma metodami. Blaszki stalowe tylko przeszlifowano i oczyszczono dla serii badań z użyciem Climbing Drum i Floating Roller, oraz dla kolejnej serii badań blaszki dodatkowo aktywowano chemicznie. Po przeanalizowaniu obydwu metod i otrzymanych wyników określono, że wartości wytrzymałości metod tych nie można zestawić jako równoważne testy.

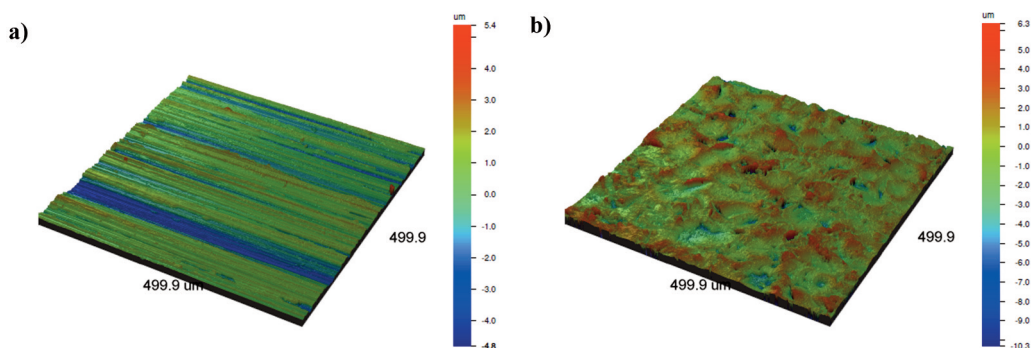
Słowa kluczowe: Climbing Drum, Floating Roller, połączenie klejone

1. WPROWADZENIE

W złożonych strukturach kompozytowych kluczowym staje się łączenie różnych elementów w tym celu stosuje się połączenia adhezyjne, dlatego istotne jest określenie wytrzymałości takiego połączenia. Do określenia wytrzymałości połączenia badana jest wytrzymałość samego kleju oraz jego adhezja z graniczącymi komponentami. Dlatego w celu określenia wytrzymałości danego połączenia istotnym jest, aby zbadać wytrzymałość kleju na odrywanie pomiędzy materiałami, z których mają powstać komponenty do połączenia klejonego. Na świecie znanych jest kilka metod badania wytrzymałości kleju, jedne z najszerzej stosowanych to Climbing Drum według normy ASTM D1781 oraz Floating Roller – ASTM D3167. Obie metody w wielu publikacjach występują obok siebie, w niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań z obu metod [1].

Adhezja jest to zjawisko powierzchniowego wiązania się ze sobą dwóch różnych ciał, pod wpływem sił przyciągania między nimi. Istnieją różne teorie adhezji: mechaniczna, elektrostatyczna,

dyfuzyjna, fizyko-chemiczna. Teoria mechaniczna przedstawia wpływ stanu powierzchni na połączenie. Bardzo rozwinięta powierzchnia ma wiele nierówności-wgłębień, w które może wniknąć drugi materiał. Według teorii elektrostatycznej między dwoma różnymi materiałami może nastąpić przepływ strumienia elektronów podczas bezpośredniego kontaktu. Im bardziej materiały są elektroujemne wobec siebie tym większy przepływ elektronów. Efektem jest rekombinacja nośników, czyli powstanie po stronie mniej elektroujemnego materiału nadmiaru ładunku dodatniego. Teoria dyfuzyjna bada zjawisko dyfuzji cząsteczek dwóch różnych materiałów podczas bezpośredniego kontaktu. Różnica potencjałów termodynamicznych prowadzi do zmiany położenia atomów i cząsteczek w celu wyrównania potencjałów. Fizyko-chemiczna teoria adhezji skupia się na oddziaływaniach międzycząsteczkowych, czyli na możliwości tworzenia się wiązań pomiędzy atomami dwóch stykających się materiałów [2, 3]. W procesie klejenia podstawowym czynnikiem mającym wpływ na jakość połączenia klejonego jest przygotowanie obydwu powierzchni klejonych. Dla zwiększenia adhezji pomiędzy wykorzystywanymi materiałami stosuje się zabiegi mechaniczne oraz chemiczne. Procesy mechaniczne takie jak szlifowanie oraz piaskowanie mają na celu rozwinięcie powierzchni, co oznacza zwiększenie jej chropowatości. Na rozbudowanej topografii powierzchni dochodzi do naturalnego "zazębiania" kleju z powierzchnią materiału, ponieważ adherent w postaci płynnej przed utwardzeniem wypełnia nierówności na powierzchni materiału. Jednak nie w każdym przypadku bardziej rozwinięta powierzchnia działa na korzyść połączenia. Duży wpływ na mechaniczną adhezję ma lepkość kleju. Substancja o dużej lepkości nie wypełni niewielkich, licznych zagłębień jakie powstaną na przykład na powierzchni piaskowanej o wyższej chropowatości niż stal szlifowana (rys. 1a). Natomiast dla kleju o niskiej lepkości lepsza okaże się stal piaskowana (rys. 1b).



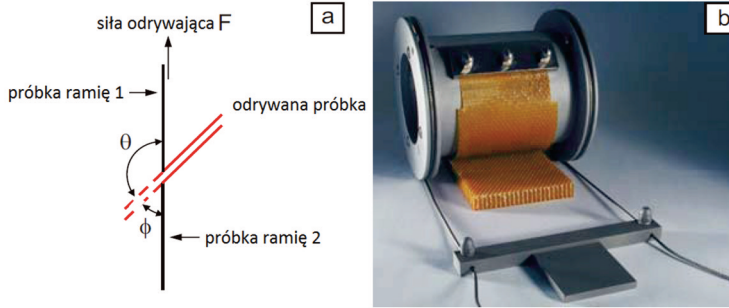
Rys. 1. Topografia powierzchni stali: a) szlifowanej, b) szlifowanej i piaskowanej [materiały własne]

Chemiczne przygotowanie podłoża do klejenia zawiera w sobie procesy oczyszczenia powierzchni ze związków organicznych i nieorganicznych oraz chemiczne zwiększenie adhezji pomiędzy powierzchnią klejoną a klejem. W tym celu stosuje się środki zwiększające adhezję. Promotory adhezji są to produkty, które zwiększają oddziaływanie pomiędzy materiałami. Środki sprzęgające, są to substancje chemiczne, które działają na powierzchni styku pomiędzy organicznym polimerem i nieorganicznym podłożem w celu zwiększenia przyczepności pomiędzy tymi dwoma materiałami. Dobierając produkt należy wziąć pod uwagę zastosowane połączenia, oraz materiały wykorzystywane. Należy przede wszystkim określić grupę organiczną do jakiej należy polimer, którego adhezję chcemy zwiększyć i wykorzystać odpowiedni silanowy promotor adhezji. W celu zwiększenia przyczepności stali najczęściej stosuje się zabiegi utleniające powierzchnię [4].

2. METODYKA BADAŃ

2.1. Climbing Drum

Climbing drum to metoda badania połączeń klejonych za pomocą wspinającego bębna (rys. 2). Próba ta polega na odrywaniu warstwy elastycznej próbki poprzez jej nawijanie na bęben.



Rys. 2. Badanie Climbing Drum: a) schemat przebiegu badania według normy ASTM D1791, b) zdjęcie bębna z zamontowaną próbką [5]

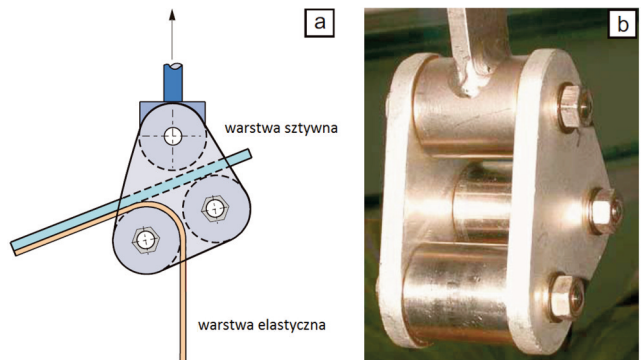
Badanie przebiega z szybkością 25,4 mm/min przemieszczenia bębna. Z rejestrowanych wartości siły i przemieszczenia można obliczyć średni moment odrywający klej:

$$\bar{T} = \left[(r_0 - r_i)(F_p - F_0) \right] / W \quad (1)$$

gdzie: \bar{T} – średni moment odrywający klej, [mm×kg/mm (in×lb/in)] dla szerokości, r_0 – promień kołnierza, zawierający połowę grubości taśmy prowadzącej [mm (in)], r_i – promień bębna oraz połowa grubości nawiniętej próbki z klejem [mm (in)], F_p – średnia siła potrzebna do nawinięcia próbki odrywanej z klejem wraz z siłą potrzebną do przewyciężenia momentu oporowego [kg (lb)], F_0 – siła potrzebna do przewyciężenia momentu oporowego [kg (lb)], W – szerokość próbki [mm (in)] [6].

2.2. Floating Roller

Floating Roller metoda badawcza inaczej nazywana także *Roller Drum* albo *Bell Peel test method* [7] jest testem o podobnym mechanizmie odrywania warstwy elastycznej od sztywnej jak w Climbing Drum. Próbka przemieszcza się na swobodnie obracających wałeczkach w trakcie odrywania warstwy elastycznej (rys. 3).



Rys. 3. Badanie Floating Roller: a) schemat przebiegu badania według normy ASTM D3167, b) zdjęcie przyrządu [5]

Opracowanie wyników z próby polega na określeniu, z zarejestrowanej krzywej obciążenie-piętowanie, średniego przyłożonego obciążenia potrzebnego do odseparowania elementu sztywnego i elastycznego. Średnie obciążenie odnoszone jest do szerokości próbki i wyrażane jest w kN na metr. Średnie obciążenie należy określać z krzywej za pomocą planimetru. Jeżeli planimetr nie jest stosowany można określić je przez uśrednienie odczytów z pomiarów obciążenia pobieranych w jednakowych odcinkach. Uśrednioną wartość należy podać z co najmniej sześciu takich odczytów.

2.3. Opis badanych materiałów

Próbki do badań zostały wykonane w technologii OOA z prepregów szklano-epoksydowego oraz węglowo-epoksydowego. W procesie bezautoklawowym powstały płyty kompozytowe, które zostały pocięte na docelowe próbki. Do próbek kompozytowych zostały przyklejone blaszki ze stali nierdzewnej o grubości 0,3 mm na klej błonkowy Scotch-Weld AF 163-2K Film. Wykonano po dwie serie próbek dla każdej metody badawczej. Serie różniły się od siebie sposobem przygotowania blaszki stalowej przed klejeniem. Dla pierwszych serii blaszki aktywowano chemicznie zgodnie z zaleceniami producenta kleju błonkowego [8]. Po przeszlifowaniu powierzchni blaszki i dokładnym jej oczyszczeniu, blaszki zostały poddane kąpeli w roztworze z kwasu azotowego 42 % i kwasu fluorowodorowego 70%. Dla drugich serii badań blaszki zostały tylko wyszlifowane i oczyszczone. Klej błonkowy był utwardzany również w technologii bezautoklawowej. Tak przygotowane próbki zostały poddane badaniom.

3. WYNIKI BADAŃ

Dla każdego testu przygotowano dwie serie próbek. Serie różniły się sposobem przygotowania stali przed procesem klejenia. Wyniki dla serii ze stalą aktywowaną chemicznie przedstawiono w tabelach 1 i 3. Wyniki testów ze stalą szlifowaną i oczyszczoną zestawiono w tabelach 2 i 4. Badania zostały wykonane w takich samych warunkach (w temperaturze 90°C) i z tą samą prędkością przesuwu tłoka. Sposób zniszczenia opisano zgodnie z normami [6, 9], gdzie wyszczególniono zniszczenia: słabsza adhezja do rdzenia, słabsza adhezja do części elastycznej, zniszczenie rdzenia, kohezyjne pękanie kleju lub kombinacje wymienionych typów zniszczeń.

Tabela 1. Wyniki Climbing Drum dla próbek z aktywowaną chemicznie stalą

Oznaczenie próbki	Szerokość warstwy elastycznej, W , mm	Grubość warstwy elastycznej wraz z oderwanym klejem, t , mm	Średnie obciążenie odrywania, F_{as} , N	Maksymalne obciążenie odrywania, F_{max} , N	Minimalne obciążenie odrywania, F_{mins} , N	Moment odrywania kleju, T , mm×N/mm	Sposób zniszczenia
L-PK.2-CD-90A-02	24,89	0,34	306,20	428,37	272,41	105,89	Słabsza adhezja do stali
L-PK.2-CD-90A-03	24,89	0,34	293,85	415,93	265,02	99,75	Słabsza adhezja do stali
L-PK.2-CD-90A-04	24,87	0,33	297,18	402,78	263,80	101,53	Słabsza adhezja do stali
L-PK.2-CD-90A-05	24,88	0,33	327,98	448,43	298,70	116,82	Słabsza adhezja do stali
L-PK.2-CD-90A-06	24,91	0,35	257,40	473,04	311,53	131,20	Słabsza adhezja do stali
Średnia	24,89	0,34	296,52	433,71	282,29	111,04	
Odchylenie standardowe	0,01	0,01	25,60	27,68	21,58	13,08	
Współczynnik zmienności	0,06 %	2,48 %	8,63 %	6,38 %	7,64 %	11,78 %	

Tabela 2. Wyniki Climbing Drum dla próbek ze stałą bez przygotowania chemicznego

Oznaczenie próbki	Szerokość warstwy elastycznej, W , mm	Grubość warstwy elastycznej wraz z oderwanym klejem, t , mm	Średnie obciążenie odrywania, F_{os} , N	Maksymalne obciążenie odrywania, F_{max} , N	Minimalne obciążenie odrywania, F_{min} , N	Moment odrywania kleju, \bar{T} , mm \times N/mm	Sposób zniszczenia
L-PK.3-CD-90A-01	25,13	0,38	268,20	294,37	239,94	86,02	Słabsza adhezja do stali
L-PK.3-CD-90A-02	25,08	0,33	359,97	423,92	319,00	131,69	Słabsza adhezja do stali
L-PK.3-CD-90A-03	25,10	0,40	409,70	461,81	371,25	155,68	Słabsza adhezja do stali
L-PK.3-CD-90A-05	25,13	0,59	328,73	359,05	297,03	114,81	Słabsza adhezja do stali
L-PK.3-CD-90A-06	25,12	0,34	328,39	358,00	299,20	115,86	Słabsza adhezja do stali
Średnia	25,11	0,41	339,00	379,43	305,28	120,81	
Odchylenie standardowe	0,02	0,11	51,65	64,95	47,21	25,52	
Współczynnik zmienności	0,09 %	25,90 %	15,23 %	17,12 %	15,46 %	21,12 %	

Tabela 3. Wyniki Floating Roller dla próbek z aktywowaną chemicznie stałą

Oznaczenie próbki	Szerokość warstwy elastycznej, mm	Średnie obciążenie odrywania, N	Minimalne obciążenie odrywania, N	Maksymalne obciążenie odrywania, N	Odporność na odrywanie kleju, kN/m	Sposób zniszczenia
L-PK.2-FR-90A-01	12,76	39,37	33,96	44,74	3,09	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.2-FR-90A-02	12,65	38,86	34,01	43,04	3,07	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.2-FR-90A-03	12,74	38,28	33,08	45,76	3,00	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.2-FR-90A-04	12,75	33,22	28,64	40,14	2,61	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.2-FR-90A-05	12,64	35,71	28,72	41,61	2,82	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.2-FR-90A-06	12,75	36,11	27,32	42,69	2,83	Pękanie połączenia klejonego
Średnia	12,72	36,92	30,95	43,00	2,90	
Odchylenie standardowe	0,05	2,34	3,05	2,04	0,19	
Współczynnik zmienności	0,43 %	6,34 %	9,85 %	4,75 %	6,38 %	

Tabela 4. Wyniki Floating Roller dla próbek ze stałą bez przygotowania chemicznego

Oznaczenie próbki	Szerokość warstwy elastycznej, mm	Średnie obciążenie odrywania, kN	Minimalne obciążenie odrywania, kN	Maksymalne obciążenie odrywania, kN	Odporność na odrywanie kleju, kN/m	Sposób zniszczenia
L-PK.3-FR-90A-01	12,86	25,74	19,48	30,07	2,00	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.3-FR-90A-02	12,86	24,57	20,91	28,77	1,91	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.3-FR-90A-03	12,88	26,28	21,95	30,83	2,04	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.3-FR-90A-04	12,88	27,74	24,17	32,80	2,15	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.3-FR-90A-05	12,80	27,19	23,12	31,59	2,12	Pękanie połączenia klejonego
L-PK.3-FR-90A-06	12,70	26,62	22,44	31,16	2,10	Pękanie połączenia klejonego
Średnia	12,83	26,36	22,01	30,87	2,05	
Odchylenie standardowe	0,07	1,12	1,66	1,37	0,09	
Współczynnik zmienności	0,55 %	4,24 %	7,52 %	4,44 %	4,33 %	

Z otrzymanych wyników przedstawionych w tabelach 1÷4 wynika, że średnie obciążenia odrywania kleju znacznie się różnią w zależności od metody badawczej. Mimo iż mechanizm odrywania jest podobny dla obu metod to jednak kąt pod jakim zostaje odrywana blaszka jest inny

dla Climbing Drum i dla Floating Roller [10]. Ponieważ kąt odrywania warstwy elastycznej jest inny to z tego powodu występują różne obciążenia odrywania dla takich samych materiałów badanych. Z tego wynika, że wyniki otrzymane z obydwu metod nie mogą być porównywane ze sobą [11].

Różnice w wynikach względem sposobu przygotowania powierzchni stali są inne dla każdej z metod. Dla próbek przebadanych Floating Roller większą wytrzymałością wykazały się te z blaszkami aktywowanymi chemicznie – o 30% większa odporność kleju na pękanie. W przypadku Climbing Drum to wyższe wartości średniego momentu odrywania kleju uzyskały próbki z blaszkami nieaktywowanymi chemicznie o 9%. Natomiast charakter zniszczenia nie uległ zmianie.

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić:

1. Do porównania różnych klejów, badaniom powinny być poddawane dokładnie takie same próbki (laminat i stal) inny powinien być tylko klej łączący warstwę elastyczną i sztywną.
2. W celu określenia najlepszego sposobu klejenia należy przeprowadzić próbę z jednym rodzajem kleju dla takich samych próbek zmieniając proces przygotowania powierzchni blaszek stalowych – aktywowane chemicznie lub tylko szlifowane i oczyszczone.
3. Nie można porównywać ze sobą wyników z metod Floating Roller oraz Climbing Drum, ponieważ odrywanie następuje pod innym kątem. W przypadku Floating Roller kąt odrywania elementu elastycznego jest większy niż w Climbing Drum oraz zależy od sztywności kleju i elementu elastycznego. Zatem otrzymane wartości wytrzymałości określają inny charakter zniszczenia – w badaniu Floating Roller pękał klej natomiast w Climbing Drum była słabsza adhezja pomiędzy blaszką stalową a klejem.
4. Sposób przygotowania powierzchni blaszek (szlifowane i oczyszczone oraz po jednej serii dla badania dodatkowo aktywowane chemicznie) przed klejeniem nie wpłynął na charakter zniszczenia próbek podczas testów Floating Roller oraz Climbing Drum.
5. Wytrzymałość kleju na odrywanie jest większa o 30% dla próbek z blaszkami aktywowanymi chemicznie w badaniu Floating Roller. W przypadku badania Climbing Drum wytrzymałość kleju na odrywanie dla blaszek bez przygotowania chemicznego o 9% jest wyższa, przy czym różnica ta jest mniejsza, niż rozrzut wyników podczas badania jednej serii (11,78% i 21,12%). Aktywowanie chemiczne blaszek stalowych nie miało wpływu na wyniki w badaniu Climbing Drum.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Wiśniowski W., 2014, „XX lat Programu Samolotów Lekkich i Bezpieczeństwa. PSLiB”, Prace Instytutu Lotnictwa, Vol. 236(2), s. 7-25.
- [2] Żenkiewicz M., 2000, *Adhezja i modyfikowanie warstwy wierzchniej tworzyw wielkocząsteczkowych*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa.
- [3] Krawczyk-Kłys I., Jaruga I., 2014, „Właściwości adhezyjne powierzchni”, *Technologia i Jakość Wyrobów*, 59.
- [4] Ebnesajjad S., 2011, *Handbook of Adhesives and Surface Preparation – Technology, Applications and Manufacturing*, Elsevier.
- [5] Grellmann W., Seidler S., 2013, *Polymer Testing (2nd edition)*, Hanser Publishers.
- [6] ASTM International, 2012, “Standard Test Method for Climbing Drum Peel for Adhesives”, ASTM D1781 – 98 (2012).
- [7] Adams D., March 2007, “Testing Tech: Adhesion testing of sandwich panels”, High-Performance Composites,
<http://www.compositesworld.com/articles/testing-tech-adhesion-testing-of-sandwich-panels>

- [8] 3M™ Scotch Weld™, 2009, *Scotch-Weld AF 163-2K Film*, Technical Datasheet.
- [9] ASTM International, 2010, “Standard Test Method for Floating Roller Peel Resistance of Adhesives”, ASTM D3167- 10.
- [10] Whitney T. J., Askins D. R., 1992, “Determination of minimum adherend thickness for climbing drum and floating roller adhesive tests”, Materials Directorate Wright Laboratory Air Force Systems Command Wright - Patterson Air Force Base, Ohio.
- [11] Karny M., 2016, „Połączenia klejone w strukturach kompozytowych – metodyka badań”, *Prace Instytutu Lotnictwa*, nr 3 (244), s. 97-108.

COMPARISON OF METHODS FOR TESTING THE PEEL STRENGTH FOR DIFFERENT METHODS OF PREPARATION OF SURFACE SAMPLES

Abstract

The aim of this article was to compare two test methods of peel strength for the adhesive bond: Climbing Drum according to ASTM D1781 and the Floating Roller – ASTM D3167. The literature was reviewed to determine the adhesive properties and to compare the previously mentioned methods. Test were conducted on the same samples. Composite samples were made from carbon and glass prepregs in out of autoclave technology. Laminates were bonded with stainless steel tinware using structural adhesive film. The impact of steel surface preparation was checked for bonding strength values obtained from both tests methods. Before tests on Climbing Drum and Floating Roller the sets of tinware were prepared: first set were only grinding and cleaning, but second set were also chemical activate. After analyzing both methods and results it was set out that they can not to be compared.

Keywords: Climbing Drum, Floating Roller, adhesive bond