

# APARATURA

## BADAWCZA I DYDAKTYCZNA

### **Pomiary adhezji materiałów samoprzylepnych pod kątami pomiędzy 90 a 180° – specjalna konstrukcja urządzenia pomiarowego**

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:** pomiar adhezji, materiały samoprzylepne, specjalne urządzenie pomiarowe

#### **STRESZCZENIE**

Kleje samoprzylepne stosowane są do wytwarzania różnorodnych materiałów samoprzylepnych w postaci taśm montażowych, etykiet, folii ochronnych, banerów reklamowych, folii dekoracyjnych, taśm maskujących, plastrów oraz elektrod biomedycznych. Najważniejsze właściwości klejów samoprzylepnych to: tack (lepność, kleistość), adhezja (przyczepność do różnorodnych materiałów) oraz kohezja (wytrzymałość wewnętrzna warstwy samoprzylepnej kleju). Adhezja klejów samoprzylepnych zależy od wielu czynników, między innymi od rodzaju kleju samoprzylepnego, rodzaju i stężenia użytego związku sieciującego, gramatury warstwy samoprzylepnej kleju, rodzaju sklejanego podłoża, temperatury pomiaru, szybkości odrywania badanego produktu samoprzylepnego oraz kąta odrywania badanego materiału od sklejaney powierzchni. Do tego typu pomiarów adhezji, szczególnie do pomiaru wpływu kąta odrywania materiału samoprzylepnego od sklejaney powierzchni, skonstruowano specjalną aparaturę, wykorzystując do tego celu komercyjne, przebudowane urządzenie, badające adhezję pod kątem 180°.

# Peel adhesion measurement of pressure-sensitive adhesives by different angles between 90 and 180° – special construction of measurement equipment

**Keywords:** measurement of adhesion, self-adhesive materials, special measurement equipment

## ABSTRACT

Pressure-sensitive adhesives (PSA) are used for manufacturing of different self-adhesive materials in form of mounting tapes, labels, protective films, sign and marking films, masking tapes, band-aid and biomedical electrodes. The important properties of pressure-sensitive adhesives are: tack (initial adhesion), peel adhesion (adhering to diverse materials) and shear strength (cohesion of self-adhesive layer). Adhesion of peel adhesion depends on of many of factors, among other things of kind of PSA, kind and concentration of used crosslinkers, coating weight of adhesive layer, kind of bonding substrates, measurement temperature, peel adhesion speed by evaluation of adhesion level and angle between adhesive layer and tested surface during adhesion measurement. For this kind of adhesion evaluation, especially for testing of peel adhesion as a function of peel angle from bonding substrates was constructed special measurement equipment.

## 1. WSTĘP

Najistotniejsze właściwości materiałów samoprzylepnych to tack (lepność, kleistość), adhezja (przyczepność) do różnorodnych podłoży oraz wytrzymałość wewnętrzna spoiny klejowej czyli kohezja. Kohezja jest często decydującym parametrem zastosowania materiałów samoprzylepnych, szczególnie do łączenia ze sobą obciążonych elementów konstrukcyjnych w podwyższonych temperaturach. Adhezja, w chemii i technologii klejów oraz materiałów samoprzylepnych, to siła, która powoduje przyleganie do siebie warstwy samoprzylepnej kleju oraz sklejanego materiału. Zjawisko występowania adhezji jest wyjątkowo złożone i jej mechanizm badano wielokrotnie, zarówno na gruncie chemii, fizyki jak i reologii. Istnieje kilka teorii tłumaczących mechanizm adhezji, z których każda opiera się na innych podstawach. Choć w połowie zeszłego stulecia naukowcy spierali się o słuszność tych teorii, dziś uważa się, że nie wykluczają się one, a wręcz uzupełniają wzajemnie [1].

Przytoczone zostaną te z nich, które kształtują aktualne spojrzenie na zjawisko adhezji w praktyce. Teoria zakotwiczenia mechanicznego opiera się na założeniu, że klej zakotwicza się w nierównościach podłoża. Zakłada więc jednocześnie, że powierzchnia musi mieć pory, zagłębienia. Najszerze zastosowanie ma teoria adsorpcyjna (termodynamiczna). Zapewnienie odpowiedniego zbliżenia dwóch powierzchni, powoduje zajście adhezji poprzez siły międzyatomowe i międzycząsteczkowe.

Pod uwagę są brane wiązania kowalencyjne, jonowe, wodorowe, metaliczne czy van der Waalsa. Oczywiście jest, że typ wiązania „adhezyjnego” zależy od natury powierzchni. Natomiast okazuje się, że aby doszło do wystarczającego zbliżenia molekuł dwóch powierzchni niezbędne jest odpowiednie zwilżanie. W najprostszym przypadku, aby klej samoprzylepny zwilżał ciało stałe, jego napięcie powierzchniowe musi być mniejsze lub równe swobodnej energii powierzchniowej zwilżanego ciała stałego. Termodynamiczna praca adhezji jest różnicą sum energii powierzchniowych nie będących w kontakcie oraz napięcia międzyfazowego.

Teoria dyfuzyjna dotyczy specyficznej adhezji pomiędzy dwoma polimerami. Mówi w tym przypadku o wzajemnej dyfuzji łańcuchów polimerowych pomiędzy dwoma powierzchniami. Takie rozwiązanie wymaga, aby łańcuchy polimerowe były wystarczająco mobilne i wykazywały obopólną rozpuszczalność. Warunki te są zazwyczaj spełnione w autoadhezji elastomerów i rozpuszczalnikiem zgrzewaniu amorficznych polimerów. W przypadku dyfuzji polimer/metal można raczej mówić o wzmocnieniu adhezji przez adsorpcję grup funkcyjnych, niż o klasycznym mechanizmie dyfuzji. Teoria elektrostatyczna natomiast, przypomina, że w przypadku dwóch różnych materiałów posiadających różną strukturę elektronową, zachodzić może przeniesienie elektronów na powierzchni i utworzenie podwójnej warstwy elektronowej oraz różnoimiennych ładunków elektrycznych na powierzchni [1, 2].

## 2. METODY POMIARU ADHEZJI PODCZAS ODRYWANIA

W zasadzie rozróżnia się adhezję teoretyczną oraz adhezję praktyczną. Pierwsza została omówiona powyżej. Okazuje się natomiast, że w technologii wyniki pomiarów są znacznie wyższe niż można spodziewać się na podstawie zależności teoretycznych sił oddziaływań międzycząsteczkowych. Różnice wynikają ze strat energii podczas odrywania, które są przeznaczane między innymi na deformację plastyczną, zginanie czy też oddziaływania wiśkoelastyczne [4].

Metody, którymi bada się adhezję klejów samoprzylepnych, opracowane są przez ASTM – American Society for Testing and Materials, Pressure Sensitive Tape Council – PSTC, organizacje A.F.E.R.A oraz FINAT. Istnieje kilka geometrycznie różnych metod pomiarów adhezji podczas odrywania taśmy samoprzylepnej.

Najczęściej stosowany jest pomiar przy  $180^\circ$ , ponieważ jest łatwy do przeprowadzenia i daje w miarę powtarzalne wyniki. Właściwości nośnika mają tutaj jednak większy wpływ na efekt pomiaru adhezji niż w przypadku innych pomiarów. Niektóre taśmy, wzmacnione np. włóknem szklanym, mogą ulec pęknięciu podczas zginania pod tak „ostrym” kątem  $180^\circ$ .

Pomiar przy  $90^\circ$  stosuje się rzadko, ponieważ wymaga on stosowania specjalnego urządzenia, aby utrzymać stały kąt  $90^\circ$  podczas całego pomiaru. Taki pomiar jest preferowany, kiedy ma być podstawą teoretycznych rozważań, gdyż zapewnia najlepiej rozumianą geometrię złącza adhezyjnego w trakcie pomiaru. Odkształcenia części elastycznej, które mogą wystąpić podczas pomiaru przy  $180^\circ$ , mogą być eliminowane przy pomiarze adhezji pod kątem  $90^\circ$ .

Bardzo istotne znaczenie ma pomiar adhezji folii ochronnych w trakcie ich usuwania z ochraniających powierzchni, takich jak elementy stalowe, aluminiowe czy też ramy okienne.

Adhezja usuwanej folii ochronnej zależy w istotnym stopniu od kąta pod jakim oderwana zostaje folia samoprzylepna z ochraniającej powierzchni. Podobnie jest z milionami metrów kwadratowych wszelkiego rodzaju samoprzylepnych folii oraz banerów reklamowych. Produkty te muszą zostać oderwane od dekorowanych powierzchni (karoseria samochodowa, witryny szklane) bez pozostawienia śladu kleju samoprzylepnego na dekorowanej lub ochraniającej powierzchni. Pozo-

stałości kleju na powierzchni materiału, po usunięciu z niego materiału samoprzylepnego, mogą prowadzić do bardzo kosztownych reklamacji. W celu zbadania zależności adhezji materiałów samoprzylepnych od kąta odrywania, skonstruowano specjalną przystawkę, umożliwiającą pomiar adhezji pod kątem pomiaru w przedziale od  $90^\circ$  do  $180^\circ$ .

## 3. KONSTRUKCJA PRZYSTAWKI DO POMIARU ADHEZJI MATERIAŁÓW SAMOPRZYLEPNYCH

Konstrukcję urządzenia do pomiaru adhezji klejów samoprzylepnych pod kątem odrywania od badanej powierzchni pomiędzy  $90^\circ$  a  $180^\circ$  oparto na maszynie wytrzymałościowej firmy Zimmermann, służącej do pomiaru adhezji pod kątem  $180^\circ$  w pozycji horyzontalnej (poziomej) (Rys. 1).



**Rysunek 1** Urządzenie do pomiaru adhezji pod kątem  $180^\circ$  w pozycji horyzontalnej

**Figure 1** Equipment for adhesion measurement under angle of  $180^\circ$  in horizontal position

Urządzenie to postanowiono przebudować w taki sposób, że tylną część urządzenia do badania adhezji przesunięto do przodu blatu pomiarowego z możliwością regulacji kąta pomiaru w granicach od  $90^\circ$  do  $180^\circ$  (Rys. 2).

Do płytki pomiarowej zamontowano specjalną przystawkę zawierającą kątomierz z umocowanymi w podstawie kątomierza dwoma łożyskowanymi rolkami (Rys. 3).

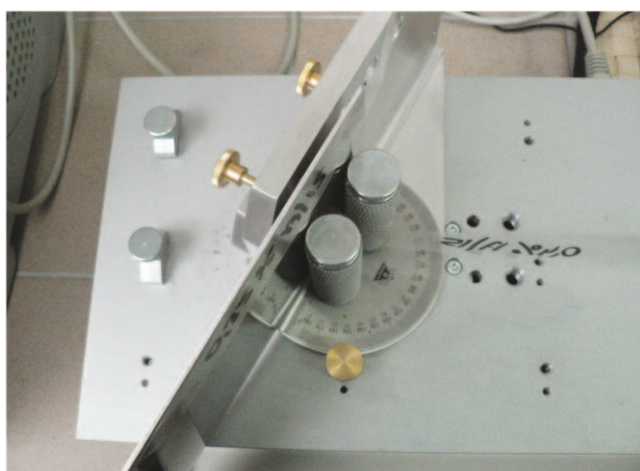
Za pomocą mosiężnej śruby można regulować kąt ustawienia odrywanej taśmy samoprzylepnej od badanej płytki, najczęściej płytki stalowej, w granicach od  $90^\circ$  do  $180^\circ$  (Rys. 4). Na zdjęciu widać umocowaną do linki stalowej próbkę taśmy samoprzylepnej umocowanej na płytce stalowej pod kątem  $115^\circ$ .





**Rysunek 2** Urządzenie do pomiaru adhezji pod kątem 180° w pozycji horyzontalnej z przesuniętą do przodu płytką tylną

**Figure 2** Equipment for measurement of adhesion under angle 180° in horizontal position with moved forwards back plate



**Rysunek 3** Przystawka do pomiaru adhezji pod kątami 90°-180° w pozycji horyzontalnej z zamocowanym na blacie pomiarowym kątomierzem (badany kąt pomiaru: 110°)

**Figure 3** Side - dish for measurement of adhesion under angles between 90°-180° in horizontal position with mounted protractor on measured table (tested angle: 110° forwards back plate)



**Rysunek 4** Urządzenie do pomiaru adhezji pod kątem 180° w pozycji horyzontalnej z przystawką

**Figure 4** Equipment with side - dish for measurement of adhesion under angle of 180° in horizontal position

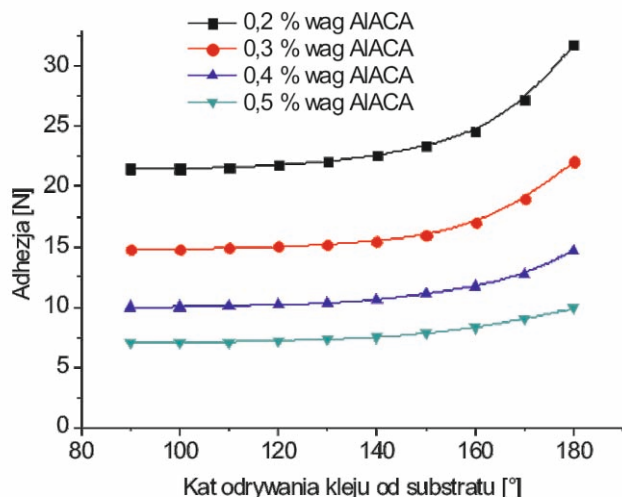
#### 4. POMIAR ADHEZJI KLEJÓW SAMOPRZYLEPNYCH W ZALEŻNOŚCI OD KĄTA ODRYWANIA OD PODŁOŻA (CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA)

Do badań adhezji jako funkcji kąta odrywania próbki samoprzylepnej od płytki stalowej, zastosowano rozpuszczalnikowy poliakrylanowy klej samoprzylepny na bazie akrylanu 2-etyloheksylu (95% wag.) oraz kwasu akrylowego (5% wag.) usieciowany odpowiednio 0,2; 0,3; 0,4 oraz 0,5% wag. acetyloacetonianu glinu (AIACA) w odniesieniu do masy polimeru. Badane poliakrylanowe kleje samoprzylepne o gramaturze: 60 g/m<sup>2</sup> oraz różnej zawartości związku sieciującego otrzymano przez powleczenie rozpuszczalnikowego kleju na folii poliestrowej oraz odparowanie rozpuszczalnika i sieciowanie kleju w kanale suszącym przez 10 min w temperaturze 110°C. Wyniki pomiarów przy prędkości przesuwu 300 mm/min przedstawiono w Tabeli 1 oraz zilustrowano graficznie na Rysunku 5.

**Tabela 1** Adhezja badanych klejów samoprzylepnych jako funkcja kąta odrywania badanej próbki od podłoża oraz stężenia związku sieciującego

**Table 1** Adhesion of tested PSA as a function of angle peel of tested sample from substrate and crosslinker concentration

Stężenie związku sieciującego	Adhezja w [N] w zależności od kąta odrywania od podłoża									
	90°	100°	110°	120°	130°	140°	150°	160°	170°	180°
0,2 %	21,5	21,5	21,6	21,8	22,1	22,6	23,4	24,6	27,2	31,8
0,3 %	14,8	14,8	14,0	15,0	15,2	15,5	16,0	17,0	19,1	22,1
0,4 %	10,0	10,0	10,1	10,2	10,3	10,6	11,1	11,7	12,7	14,7
0,5 %	7,1	7,1	7,1	7,2	7,3	7,5	7,8	8,3	9,0	9,9



**Rysunek 5** Zależność adhezji warstwy samoprzylepnej kleju od kąta pomiaru

**Figure 5** Adhesion values of adhesive layer as a function of measured angle

## 5. WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA

Jak widać z badań adhezji poliakrylanowych klejów samoprzylepnych przedstawionych w tabeli oraz zilustrowanych na Rysunku 5, wartość adhezji zależy zarówno od stężenia związku sieciującego, jak i od kąta odrywania badanej próbki od podłoża (kąta pomiaru). Dla wszystkich badanych klejów zaobserwowano wzrost adhezji wraz ze wzrostem kąta pomiaru w obszarze od 90° do 180°.

Wzrost adhezji jest odwrotnie proporcjonalny do stężenia użytego acetyloacetonianu glinu (AlACA) oraz wprost proporcjonalny do wzrostu kąta pomiaru pomiędzy badaną próbką, a podłożem. Najwyższą adhezję zaobserwowano przy 0,2% wag. AlACA, a najniższą dla 0,5% wag. związku sieciującego, co koreluje również ze wzrostem adhezji jako funkcji kąta pomiaru. Wzrost kąta pomiaru, w praktyce kąta odrywania materiału samoprzylepnego od sklejanego podłoża, powoduje wzrost mierzonej siły adhezji, niezbędnej do oderwania badanego materiału (Rys. 5).

Zbudowana do pomiarów adhezji przystawka z wykorzystaniem komercyjnego urządzenia do pomiaru adhezji w pozycji horyzontalnej pozwala na badanie adhezji wszelkiego rodzaju klejów oraz materiałów samoprzylepnych pod różnymi kątami pomiaru. Ma to istotne znaczenie w technologii klejów stosowanych do produkcji odrywalnych materiałów samoprzylepnych oraz materiałów samoprzylepnych wielokrotnego zastosowania, gdzie adhezja w trakcie odrywania materiałów samoprzylepnych, takich jak przykładowo folie ochronne czy też banery reklamowe, nabiera istotnego znaczenia. Łatwość odrywania materiałów samoprzylepnych od różnorodnych podłoży, polegającą na zmniejszeniu ich adhezji, można regulować, zmniejszając kąt odrywania materiału samoprzylepnego od sklejanego podłoża.

## LITERATURA

- [1] Packham E. D., Handbook of Adhesion Technology, Springer, 2011, 12-15.
- [2] Czech Z., Sowa D., Kowalczyk A., Świdorska J., Adhesion Measurement of Pressure Sensitive Adhesives, Aparatura Badawcza i Dydaktyczna 2, 2012, 7-11.
- [3] Benedek I., Pressure Sensitive-Adhesives and Application, Taylor & Francis, New York, 2004, 568-572.
- [4] Benedek I., Feldstein M., Fundamentals of Pressure-Sensitivity, Taylor & Francis CRC Press, 2008, chapter 7.
- [5] Olah A., Vansco G. J., Characterization of adhesion at solid surfaces: development of an adhesion testing device, European Polymer Journal 41, 2005, 2803-2823.
- [6] PN-EN 1939, Taśmy samoprzylepne – pomiar adhezji przy odrywaniu od stali nierdzewnej lub od własnego nośnika.