

Anna RUDAWSKA*, Ewelina KASPEREK

Katedra Podstaw Inżynierii Produkcji, Wydział Mechaniczny, Politechnika Lubelska
ul. Nadbystrzycka 36, 20-618 Lublin; tel. (81) 5384232, * e-mail: a.rudawska@pollub.pl

Wytrzymałość połączeń klejowych utwardzanych w podwyższonej temperaturze

Streszczenie: W pracy przedstawiono wybrane zagadnienia związane z wpływem sposobu utwardzania na wytrzymałość połączeń klejowych blach stalowych ocynkowanych. Do wykonania połączeń zastosowano klej epoksydowy dwuskładnikowy Loctite 9497. Podczas utwardzania spoiny klejowej zastosowano dwa warianty utwardzania: utwardzanie jednostopniowe w temperaturze otoczenia oraz dotwardzanie w temperaturze podwyższonej, przy czym temperaturę dotwardzania przyjęto z zakresu 60÷110°C. Zauważono korzystny wpływ dotwardzania w podwyższonej temperaturze na wartość maksymalnych sił przenoszonych przez połączenie klejowe. Największą wytrzymałością charakteryzują się próbki dotwardzanie w temperaturze 110°C oraz dość dużą powtarzalnością uzyskanych wyników badań. W przypadku dotwardzania połączeń klejowych w temperaturze 60°C otrzymano najmniejszą wytrzymałość.

Słowa kluczowe: połączenie klejowe, wytrzymałość, utwardzanie, temperatura utwardzania

STRENGTH OF ADHESIVE JOINTS CURED IN ELEVATED TEMPERATURE

Abstract: This article presents the selected issues related to the influence of curing methods on the adhesive joints strength of stainless steel sheets. Loctite 9497 the two-component epoxy adhesive was used to prepare adhesive joints. Two variants of curing process were used: single-stage curing in ambient temperature and curing in elevated temperature. From 60°C to 110°C range the elevated temperature was acceptance. A beneficial effect of curing in elevated temperature on the maximum failure force was noted. The greatest strength and a fairly large repeatability of the obtained results are characterized by adhesive joints cured at a 110°C temperature. In the case of cured adhesive joints in 60°C temperature was received the least strength.

Key words: adhesive joints, strength, curing, curing temperature

1. Wprowadzenie

Warunki utwardzania spoiny klejowej mogą mieć istotny wpływ na wytrzymałość połączeń klejowych [1-5]. Zalicza się do nich nacisk (ciśnienie utwardzania), temperatura i czas utwardzania [2,3]. Nacisk zależy od rodzaju kleju i sklejonnych elementów. Stosowanie nacisku ma na celu doprowadzenie kleju do wszystkich nierówności, odpowiednie zwilżenie klejonych powierzchni, utwalenie połączenia i zapobieganie powstawania pęcherzy. Nie może być on jednak zbyt duży, ponieważ spowodowałby nadmierne wypłynięcie masy klejowej i uniemożliwiłby uzyskanie

pożądanego grubości spoiny. Czas utwardzania połączenia klejowego zależy bezpośrednio od temperatury [3,4]. Dla połączeń utwardzanych na zimno wytrzymałość połączeń klejowych rośnie wraz z czasem utwardzania, natomiast dla połączeń utwardzanych na ciepło lub gorąco istnieje optymalny czas utwardzania, zapewniający największą wytrzymałość połączeń.

Utwardzanie spoiny klejowej może przebiegać dwuetapowo. Na początku utwardzanie przeprowadzane jest na zimno, następnie przez krótki czas w podwyższonej temperaturze. W pierwszym etapie utwardzanie odbywa się w temperaturze otoczenia (15÷20)°C pod

odpowiednio dobranym naciskiem. Na tym etapie wytrzymałość spoiny osiąga (60÷70)% swojej wytrzymałości końcowej. Drugi etap polega najczęściej na krótkim przetrzymywaniu połączeń klejowych w podwyższonej temperaturze (50÷100)°C bez stosowania nacisków. Na tym etapie spoina osiąga pełną wytrzymałość. W przypadku odwrócenia kolejności może dojść do wystąpienia wad technologicznych [6].

Dotwardzanie jest jedną z metod utwardzania spoiny klejowej, mającej na celu zarówno zwiększenie wytrzymałości połączeń klejowych, jak i przyspieszenie procesu utwardzania, aby osiągnąć krótszy czas przygotowania połączeń klejowych do eksploatacji. Wśród innych metod utwardzania spoin klejowych można wymienić m.in. utwardzanie światłem UV [1], fotoutwardzanie [7], mikrofalami [2].

2. Metodyka badań

2.1. Przedmiot badań

Przedmiotem badań były próbki z blachy stalowej ocynkowanej zanurzeniowo o grubości 0,7 mm i grubości powłoki cynkowej około 18 µm o oznaczeniu DX 51D+Z275MA, z których wykonano połączenia klejowe jednozakładkowe. Kształt i wymiary połączeń zamieszczono na rys. 1.

2.2. Charakterystyka kleju

Połączenia klejowe wykonano za pomocą kleju epoksydowego dwuskładnikowego o średniej lepkości Loctite 9497, którego wybrane właściwości zamieszczono w tabeli 1 (dla

materiału nieutwardzonego) i tabeli 2 (dla materiału utwardzonego).

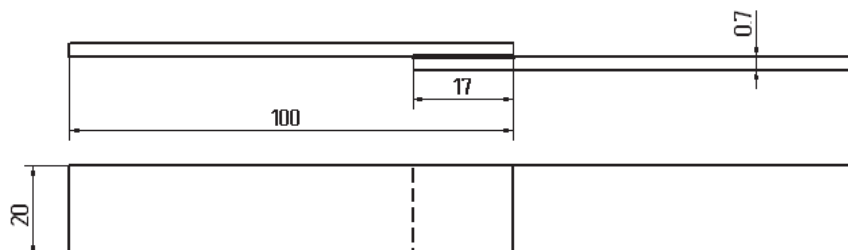
Tabela 1. Wybrane właściwości materiału nieutwardzonego [8]

Lp.	Właściwości	Loctite 9497
1	Typ chemiczny żywicy	Żywica epoksydowa
2	Ciężar właściwy w 25°C	2,5÷2,13
3	Lepkość RVT wg metody Brookfield'a w 25°C, mPa	5÷16
4	Typ chemiczny utwardzacza	
5	Stosunek mieszania objętościowo (żywica/utwardzacz)	2:1
6	Stosunek mieszania wagowo (żywica/utwardzacz)	100:50
7	Czas przydatności zmieszanego kleju w 25°C, 267 g żywicy / 133 g utwardzacza, min	165÷255

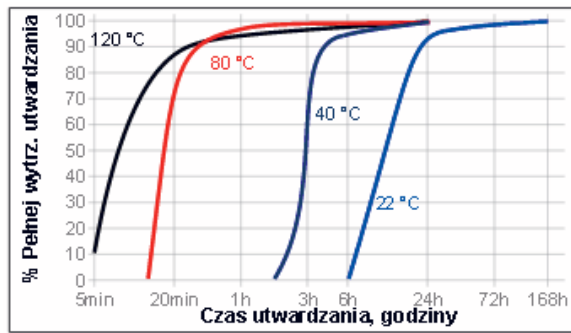
Tabela 2. Wybrane właściwości zastosowanego w badaniach kleju Loctite 9497 (materiał utwardzony) [8]

Lp.	Właściwości	Loctite 9497
1	Wytrzymałość na rozciąganie, MPa	52,6
2	Moduł Younga, MPa	2420
3	Twardość ISO 868, Shore D	83
4	Wydłużenie, ISO 37, %	2,9

Przygotowanie kleju polegało na odmierzeniu odpowiedniej ilości żywicy i utwardzacza w stosunku 2:1 oraz ich zmieszaniu. Mieszanie odbywało się ręcznie, a składniki mieszano około 15 sekund aż do uzyskania jednolitej jasnoszarej barwy. Podczas mieszania ręcznego ilość jednorazowo przygotowywanej masy kleju wynosiła 4 g. Po zmieszaniu klej nakładano na jedną z łączonych powierzchni.



Rys. 1. Próbki połączeń klejowych wykorzystane w badaniach wytrzymałości doraźnej



Rys. 2. Szybkość utwardzania kleju Loctite 9497 w funkcji czasu i temperatury [8]

Na podstawie charakterystyki utwardzania kleju, przedstawionej na rys. 2, opracowano plan doświadczenia, w którym czynnikiem zmiennym była temperatura dotwardzania.

2.3. Sposób wykonania połączeń klejowych

Łączone powierzchnie elementów poddano obróbce mechanicznej za pomocą ściernego narzędzia nasypowego P500C. Pozwoliło to na zwiększenie chropowatości powierzchni, sprzyjającej powstaniu silniejszych wiązań adhezyjnych, na skutek zakotwiczenia się kleju w nierówności powierzchni. Następnie powierzchnie elementów obficie spryskano środkiem odtłuszczającym Loctite 7063. Jeszcze wilgotne powierzchnie wytarto czystym ręcznikiem w celu usunięcia zanieczyszczeń. Czynność tę powtórzono, a następnie środek zaaplikowano na powierzchnie ponownie i odczekano, aż do odparowania odtłuszczacza i całkowitego wyschnięcia powierzchni.

Na tak przygotowane powierzchnie nałożono odpowiednio przygotowany klej, a następnie został wywarty nacisk o wartości 0,03 MPa. Temperatura przygotowania połączeń klejowych wynosiła $20\pm 2^\circ\text{C}$, a wilgotność powietrza wynosiła $25\pm 2\%$.

2.4. Opis warunków utwardzania

Proces utwardzania zrealizowano w dwóch wariantach. Wariant I obejmował utwardzanie jednostopniowe próbek połączeń klejowych

w temperaturze $20\pm 2^\circ\text{C}$ i wilgotności $25\pm 2\%$ w czasie 24 godzin. Nacisk podczas całego czasu utwardzania wynosił 0,03 MPa.

W wariantcie II próbki były utwardzane dwustopniowo: pierwszy etap utwardzania polegał na wykonaniu utwardzania zachowując parametry I wariantu utwardzania, natomiast w drugim etapie próbki połączeń klejowych zostały poddane procesowi dotwardzania w następującej temperaturze: 60°C , 70°C , 80°C , 90°C , 100°C , 110°C . Czas dotwardzania wynosił 60 minut, przy wilgotności 50%. Etap dotwardzania był realizowany w komorze klimatycznej SH 66-1 (rys. 3).



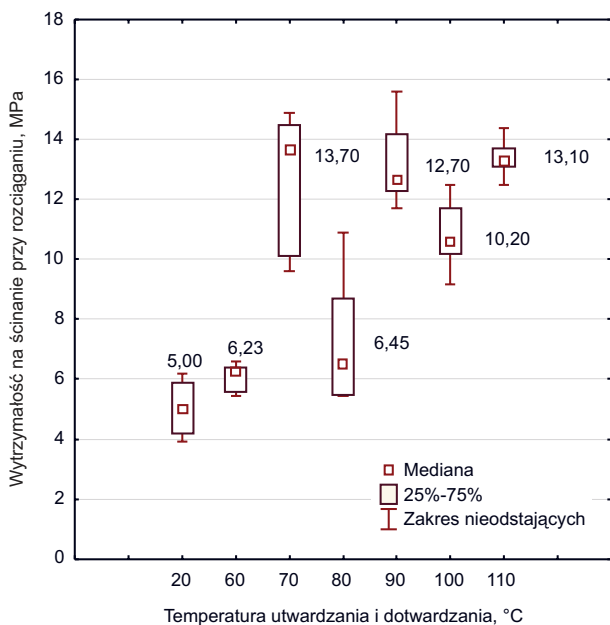
Rys. 3. Komora klimatyczna SH 66-1

Odpowiednio przygotowane próbki połączeń klejowych poddano próbom niszcącym w celu wyznaczenia ich wytrzymałości doraźnej, przy zastosowaniu różnej temperatury dotwardzania. Badania przeprowadzono według normy DIN EN 1465 [9], wykorzystując maszynę wytrzymałościową Zwick/Roell Z150.

3. Wyniki badań

3.1. Wytrzymałość połączeń klejowych

Zestawienie wyników badań wartości wytrzymałości, uzyskanych w badaniach połączeń klejowych obciążonych na ścinanie, przedstawiono na rys. 4.

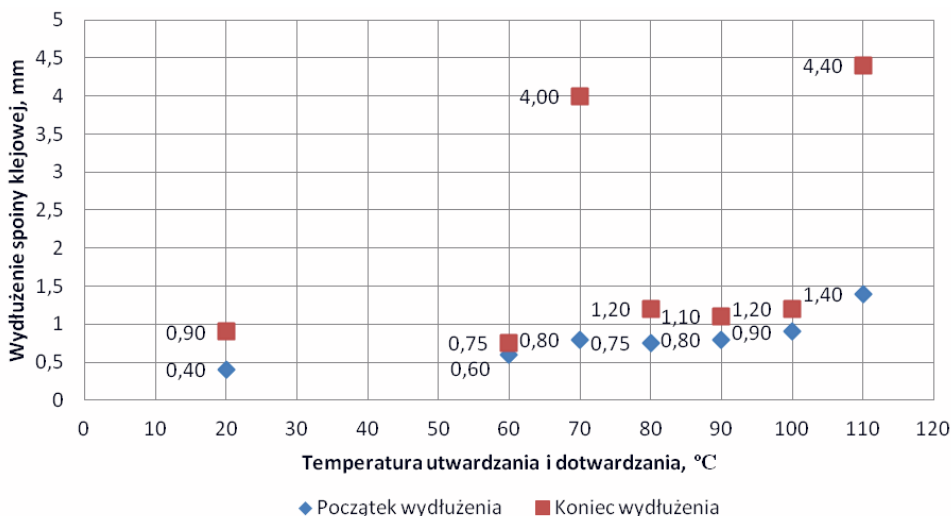


Rys. 4. Wytrzymałości połączeń klejowych w zależności od temperatury utwardzania i dotwardzania próbek

Na podstawie powyższych wyników (rys. 4) można zauważyć, że największą wytrzymałość uzyskano dla próbek połączeń klejowych poddanych dotwardzaniu w temperaturze 110°C, najmniejszą natomiast dla partii dotwardzanej w temperaturze 60°C. Dla obu tych przypadków powtarzalność otrzymanych wyników była największa. Dużą wytrzymałość

uzyskano także dla próbek dotwardzanych w temperaturze 70°C, jednak ta partia próbek charakteryzowała się znaczną rozbieżnością wyników badań. Wytrzymałość połączeń klejowych, które zostały poddane dotwardzaniu w temperaturze podwyższonej po wstępnym utwardzaniu w temperaturze otoczenia, jest znacznie większa od wytrzymałości połączeń utwardzanych jednostopniowo w temperaturze otoczenia. Wytrzymałość połączeń klejowych utwardzanych w temperaturze 20±2°C charakteryzowała się najmniejszą (spośród badanych połączeń) wartością, wynoszącą 5,05 MPa, a siła maksymalna przenoszona przez te połączenia wyniosła 1752 N. Zauważono także, że powtarzalność wyników dla tej partii próbek połączeń jest stosunkowo duża.

Dla uzyskanych wyników badań (rys. 4) przeprowadzono analizę statystyczną. Dokonano porównania poszczególnych wartości sił maksymalnych połączeń klejowych poddanych badaniom wytrzymałościowym na obciążenie siłami ścinającymi. Wyniki analizy statystycznej wykazały, że dla prawie wszystkich analizowanych przypadków odrzucono hipotezę o równości średnich. Wyjątkiem było porównanie próbek dotwardzanych w temperaturze 70°C i 90°C, w którym potwierdzono hipotezę o równości średnich.



Rys. 5. Porównanie wydłużenia spoiny klejowej w zależności od temperatury utwardzania i dotwardzania połączeń klejowych

3.2. Wydłużenie spoin klejowych

Na rys. 5. zamieszczono porównanie wydłużenia spoin klejowych połączeń klejowych utwardzanych w temperaturze $20\pm 2^\circ\text{C}$ oraz dotwardzanych w różnej temperaturze.

Zauważono, że w przypadku utwardzania jednostopniowego w temperaturze $20\pm 2^\circ\text{C}$, występuje najmniejsza wartość wydłużenia (0,40 mm), przy czym w tym przypadku utwardzania, zauważalny jest trzeci, co do wartości rozrzut wyników badań. Największymi rozrzutami wartości wydłużenia spoiny klejowej odznaczają się warianty dotwardzania w temperaturze 70°C ($0,80\div 4,00$) mm oraz w temperaturze 110°C ($1,40\div 4,40$) mm. W pozostałych przypadkach zauważalny jest zbliżony rozrzut wartości wydłużenia. Można zaobserwować, iż w większości przypadkach im wyższa jest temperatura dotwardzania, tym większe jest wydłużenie spoiny klejowej, co może być skutkiem wzrostu elastyczności spoiny klejowej wraz ze wzrostem temperatury utwardzania, w porównaniu do połączeń utwardzanych jednostopniowo w temperaturze $20\pm 2^\circ\text{C}$. Jest to istotna informacja ze względów eksploatacyjnych.

4. Podsumowanie

Na podstawie analizy uzyskanych wyników wytrzymałości połączeń klejowych blach ocynkowanych zanurzeniowo, wykonanych z użyciem kleju Loctite 9497, można zauważyć korzystny wpływ dotwardzania w podwyższonej temperaturze na wartość maksymalnych sił przenoszonych przez połączenie oraz na wytrzymałość. Wnioski te są zbieżne z wynikami przedstawionymi w pracach [10,11]. Jednak należy zauważyć, że na rezultaty badań wpływa zarówno rodzaj kleju, jak i rodzaj materiału, a także sama metodyka wykonania połączeń klejowych (w tym procesie utwardzania). Stąd też konieczność wykonywania badań testowych. Największą wytrzymałością charakteryzują się próbki dotwardzanie w

temperaturze 110°C . Zauważono również dużą powtarzalność wyników dla tej partii próbek połączeń klejowych. Próbki dotwardzane w temperaturze 70°C i 90°C także charakteryzuje wysoka wytrzymałość, jednak te partie próbek odznaczały się dużym rozrzutem wyników. Wymaga to dalszych badań, gdyż przypuszcza się, że zakres temperatury od 70°C do 100°C , wpływa znacząco na zmianę struktury spoiny klejowej i jej niestabilność cieplną. Przewiduje się dalsze badania dotyczące tego zagadnienia. Powyższe wnioski zostały potwierdzone przez wykonaną analizę statystyczną otrzymanych wyników.

Porównanie wartości wydłużenia spoiny klejowej w zależności od wariantu utwardzania, pozwoliło zauważyć, iż w większości przypadków wyższa temperatura dotwardzania pozwala na uzyskanie spoiny klejowej o większej elastyczności. Może stanowić to istotną informację podczas projektowania połączeń klejowych oraz ich eksploatacji.

Stąd też można sądzić, że w niektórych przypadkach korzystnie jest przeprowadzić dwustopniowy proces utwardzania, ze względu zarówno na właściwości wytrzymałościowe, jak i uzyskanie określonych właściwości spoin klejowych.

Literatura

1. Bajpai M., Shukla V., Kumar A.: Film performance and UV curing of epoxy acrylate resins. *Progress in Organic Coatings* 44, 2002, 271–278.
2. Prasad Yarlagadda K.D.V., Hsu S.-H.: *Experimental studies on comparison of microwave curing and thermal curing of epoxy resins used for alternative mould materials*. *Journal of Materials Processing Technology* 155–156, 2004, 1532–1538.
3. Rudawska A., Kuczmaszewski J.: *Klejenie blach ocynkowanych*, Wyd. Uczelniane Politechniki Lubelskiej, Lublin 2005 r.
4. Moussa O., Vassilopoulos A.P., Keller T.: *Effects of flow-temperature curing on physical behavior of cold-curing epoxy adhesives in bridge construction*. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 32, 2012, 15–22.

5. Guan Y., Chen X., Li F., Gao H.: *Study on the curing process and shearing tests of die attachment by Ag-epoxy electrically conductive adhesive*. International Journal of Adhesion and Adhesives 30, 2010, 80–88.
6. Godzimirski J.: *Wytrzymałość połączeń klejowych*, Wyd. Wojskowa Akademia Techniczna, Warszawa 2010 r.
7. Morancho J.M., Cadenato A., Ramis X., Fernández-Francos X., Salla J.M.: *Thermal curing and photocuring of an epoxy resin modified with a hyperbranched polymer*. Thermochemica Acta 510, 2010, 1–8.
8. www.loctite-kleje.pl (22.02.2014)
9. DIN EN 1465 Adhesives – Determination of tensile lap-shear strength of bonded assemblies.
10. Rudawska A., Cimek E., Kowalska B.: *Wybrane aspekty utwardzania kompozycji klejowych epoksydowych*. Przetwórstwo Tworzyw, nr 5/2012, s.495-499.
11. Rudawska A., Czarnota M.: *Selected aspects of epoxy adhesive compositions curing process*. Journal Adhesion Science and Technology, vol.27, no.17, 2013, 1933-1950.