

VLIV PROSTŘEDÍ NA PEVNOST LEPENÉHO SPOJE

V. Válek

Došlo: 23. června 2006

Abstract

VÁLEK, V.: *Environment influence on the solidity of the adhesive joint*. Acta univ. agric. et silvic. Mendel. Brun., 2006, LIV, No. 5, pp. 137–148

In this paper “Environment influence on the solidity of the adhesive joint” I have dealt with the utilization of the bonding metals and practising experimental laboratory tests of adhesive joints depending on different laboratory environments and anticorrosive protection of the samples.

For this laboratory tests I have chosen a universal adhesive. It is a two-component epoxy adhesive with suitable conditions for bonding metals. The samples were made from steel and were produced by the standard ČSN EN 1465. After the bonding and the cure procedure the samples were exposed in H₂O environment for exact intervals (parts of the samples were painted by anticorrosive painting). After the exposition I have examined the solidity of the adhesive joint in shearing stress on the measuring instrument Zwick 050. The samples were compared with etalon that were exposed to no environment.

Results of the particular measuring were described into the graphs and were recorded the break down maximum force. When the samples were broken down I have taken a photo of it, which is in the appendix.

adhesion, anticorrosive protection, cohesion, curing, shearing strength, tension

Dosažení optimálních výsledků při lepení závisí na povrchové úpravě adherendů, která je jednou z nejdůležitějších operací při lepení. Je-li povrch adherendů znečištěn nebo jsou-li na povrchu vrstvy, které nejsou pevně spojeny s jádrem adherendu, je nutné tyto vrstvy odstranit a vytvořit nové vrstvy vhodné pro lepení. Kromě toho je třeba dosáhnout vhodných fyzikálně-chemických vlastností povrchu. Dosahuje se jich fyzikálními a chemickými operacemi [Kovačič, 1984; Peterka, 1980]:

1) Fyzikální operace

- a) mechanické
 - broušení
 - smirkování
 - obrábění
 - otryskávání
- b) jiné fyzikální operace
 - ultrazvukové čištění
 - vysušování
 - polarizace plamenem
 - ozařování (UV, infračervené)

2) Chemické operace

- a) - alkalické odmašťování
 - odmašťování v parách rozpouštědla
 - tamponování rozpouštědly
 - odmašťování v koupeli
 - nástřikem odmašťovadel
- b) - moření
 - anodická oxidace
 - použití primerů.

Fyzikální operace jsou rozděleny do dvou skupin. V první skupině jsou zařazeny operace, kterými se dosahuje vyrovnání hrubých povrchových nerovností a odstranění nečistot z povrchu adherendů. Ve druhé skupině jsou shrnuty operace zaměřené na zvýšení adheze lepidla k povrchu adherendu. Chemické operace jsou také děleny do dvou skupin. První skupina je tvořena operacemi odstraňujícími hrubé nečistoty a antiadhezní vrstvy. Druhou skupinu tvoří operace sloužící ke zvýšení adheze lepidla k povrchu adherendů. Použitelnost jednotlivých metod je především

závislá na velikosti a množství lepených dílů, odolnosti základního materiálu proti použitému prostředku a účinnosti prostředku.

Mechanismus lepení však závisí hlavně na těchto dvou parametrech:

1. adhezi

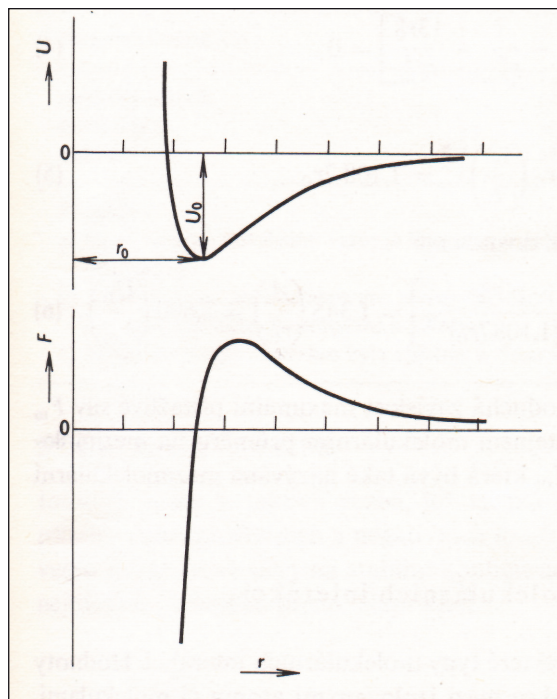
Pod pojmem adheze se rozumí síla přilnavosti, tedy absorpční síly na styčných plochách, které se společně označují jako síly Van der Waalsovy. Dosah těchto mezimolekulárních sil je podstatně nižší než hloubka drsnosti mechanicky opracovaných ploch. Proto musí lepidlo vniknout do těchto povrchových nerovností a smáčet tak celou plochu. Síly způsobující adhezi spoje je nutné odlišovat od pevnosti spoje. Pevnost spoje je komplexní vlastnost lepeného spoje závislá nejen na těchto silách, ale i na elastických vlastnostech lepidla

a adherendu, vnitřních a zbytkových napětích vyvolaných vytvrzováním ve spoji, změnách teploty během procesu vytvrzování, velikosti a rozmístění bublin, trhlin či jiných poškození vrstvy lepidla, na použité technologii lepení a procesech probíhajících při vytvrzování lepidla [Peterka, 1980; Osten, 1986].

Při výpočtu sil je nutno vycházet ze vztahu mezi energií U , silou F a vzdáleností r , který je vyjádřen ve tvaru:

$$F = -\frac{dU}{dr}. \quad (1)$$

V molekulovém systému je tento vztah znázorňován Lennardo-Jonesovou křivkou (Obr. 1), která je typickým vyjádřením závislosti energie na vzdálenosti [Kovačič, 1984; Peterka, 1980].



1: Lennardo – Jonesova křivka [Kovačič, 1984; Peterka, 1980]

Pro závislost potenciální energie U na vzájemné vzdálenosti r platí vztah vyjadřující tzv. Lennardův – Jonesův potenciál:

$$U = -\frac{A}{2} \left(\frac{2}{r^6} - \frac{r_0^6}{r^{12}} \right), \quad (2)$$

kde A je konstanta a r_0 je rovnovážná vzdálenost mezi interagujícími molekulami. Podíl $\frac{2}{r^6}$ vyjadřuje přitahování. Podíl $\frac{r_0^6}{r^{12}}$ je členem vyjadřující odpuzování. Pro potenciální energii dvou částic,

jejichž vzájemná vzdálenost je právě rovna vzdálenosti $r = r_0$, z rovnice (2), pak platí [Peterka, 1980; Šolcová, 2000]:

$$U_0 = -\frac{A}{2r_0^6}. \quad (3)$$

Výsledná přitažlivá síla mezi dvěma částicemi je pak

$$F = -\frac{dU}{dr} = 6A \left(\frac{1}{r^7} - \frac{r_0^6}{r^{13}} \right). \quad (4)$$

Síla F dosahuje svého maxima F_m v inflexním bodě křivky $U = f(r)$, tedy pro vzdálenost r_{F_m} , pro níž platí

$$\frac{d^2 U}{dr^2} = 0. \quad (5)$$

Podle rovnice (4) je tedy

$$6A \left[-\frac{7}{r_{F_m}^8} + \frac{13}{r_{F_m}^{14}} \right] = 0, \quad (6)$$

odtud plyne

$$r_{F_m} = r_0 \left(\frac{13}{7} \right)^{\frac{1}{6}} = 1,1087 \cdot r_0. \quad (7)$$

Dosazením do rovnice (6) pak dostaneme

$$\begin{aligned} F_m &= 6A \left[\frac{1}{(1,1087r_0)^7} - \frac{r_0^6}{(1,1087r_0)^{13}} \right] = 1,345 \left(\frac{A}{r_0^7} \right) = \\ &= 2,690 \frac{U_0}{r_0}. \end{aligned} \quad (8)$$

Ze vztahu (8) je možné stanovit teoretickou hodnotu pevnosti materiálu způsobenou energií molekulového systému [Kovačič, 1984; Peterka, 1980; Šolcová, 2000].

2. kohezi

Kohezi se rozumí vnitřní pevnost lepidla. Jde v podstatě o souhrn všech přitažlivých sil, které brání oddělení jednotlivých molekul lepidla od sebe. Tyto síly se skládají [Kovačič, 1984; Peterka, 1980]:

- z mezimolekulárních sil přitažlivosti (Van der Waalsovy)
- ze vzájemné vazby molekul polymerů.

Používání lepidel se rozšiřuje nejen v průmyslu, ale i v běžném životě. Současná nabídka lepidel na trhu se vyznačuje množstvím různých typů lepidel vyrobených tuzemskými i zahraničními výrobci. Vývojové tendence nových lepidel sledují jednoduchou přípravu, krátkou dobu tuhnutí a malé smrštění po vytvrzení. Moderní lepidla jsou rovněž zdravotně nezávadná a mají dlouhou skladovací lhůtu.

CÍL EXPERIMENTU

Cílem práce bylo odzkoušet u vybraného dvousložkového epoxidového lepidla smykovou pevnost v tahu na překlátovaných vzorcích z oceli dle ČSN EN 1465, vystavených v laboratorních podmínkách prostředí vodních par za zvýšené teploty. A dále odzkoušet také vliv antikoroční ochrany na pevnost lepených spojů.

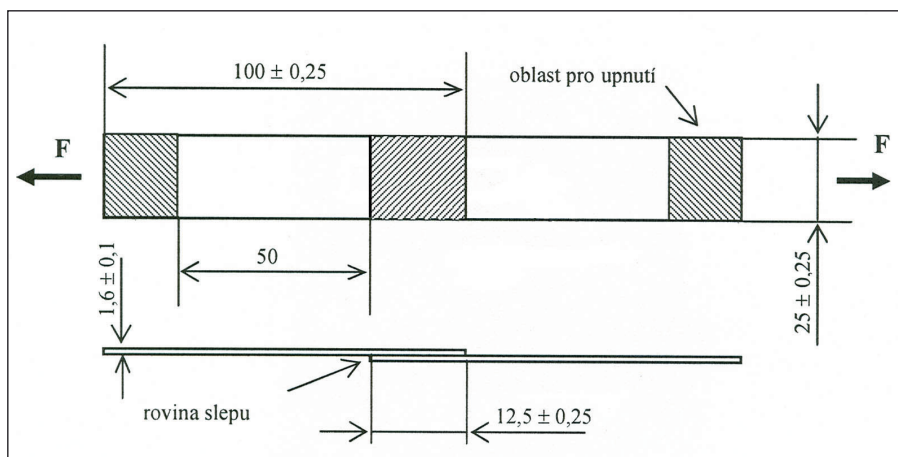
Pro tyto experimentální zkoušky byla část vzorků opatřena antikoroční ochranou a část vzorků zůstala bez antikoroční ochrany.

MATERIÁL A METODIKA

Experimenty prováděné dle normy ČSN EN 1465

Podstatou zkoušky je stanovení pevnosti lepeného jednoduchého překlátovaného spoje ve smyku, namáhaného statickým tahem ve směru podélné osy až do porušení vzorku. Výsledkem laboratorní zkoušky je naměřená síla při poruše lepeného spoje.

Na výrobu vzorků byl zvolen velmi rozšířený konstrukční materiál ocel třídy 11 ve formě tabulí plechu. Zkušební tělesa byla připravena slepením dvou adherendů o rozměrech $100 \pm 0,25 \times 25 \pm 0,25 \times 1,6 \pm 0,1$ mm tak, aby doporučená délka překlátování byla $12,5 \pm 0,25$ (Obr. 2). K zajištění konstantní tloušťky vrstvy lepidla byly použity dva distanční drátky o průměru rovném tloušťce spáry lepidla (položené rovnoběžně se směrem zatížení).



2: Tvar a rozměry vzorku dle ČSN EN 1465

Volba lepidla

Z množství dostupných lepidel bylo vybráno dvou-složkové epoxidové lepidlo vhodné pro lepení různých materiálů včetně kovů, keramiky, skla a většiny plastů. Lepidlo má střední viskozitu, je průzračné a houževnaté, pracovní teplota do 80 °C. Výrobce doporučuje velikost spáry (vrstva lepidla) 0,05 až 0,4 mm [Kovačič, 1984; Peterka, 1980], maximální velikost spáry je do 3 mm. Na základě těchto poznatků byla stanovena tloušťka vrstvy lepidla pro experimentální měření 0,2 mm.

Úprava a měření drsnosti povrchu vzorků

Úprava povrchu vzorků před lepením patří k důležitým krokům zajišťujícím dosažení optimální pevnosti lepeného spoje. Touto úpravou dojde k odstranění nevhodných povrchových vrstev a nečistot.

Pro úpravu povrchu vzorků:

- byl použit brusný kotouč o zrnitosti 180
- broušení ve směru podélném (směr působení síly) a příčném (kolmý na směr působení síly)
- zjištění drsnosti povrchu vzorků. Pro měření drsnosti povrchu bylo použito dotykové měřidlo Mytutoyo SJ – 201. Měřenou veličinou byla střední aritmetická úchylna profilu – Ra. Pro přesnější vyhodnocení povrchu byla zvolena dvě různá měřicí místa na povrchu vzorku. Drsnost povrchu vzorků byla naměřena $Ra = 0,78 - 1,47 \mu m$.
- před slepením odmašťováno v perchloretylénu.

Lepení

- důkladné promíchání obou složek lepidla v předepsaném směšovací poměru 1:1 objemových jednotek
- rovnoměrné nanesení na povrch vzorku a vložení distančních drátků
- vložení vzorků do přípravku k lepení vzorků
- pevné zafixování dotažením matic
- ponechání vzorků v přípravku po dobu jedné hodiny (k úplnému vytvrzení lepidla došlo po 24 hodinách při pokojové teplotě)
- část vzorků opatřena antikorozní ochranou ve formě nástřiku emailem S 2013

- vložení vzorků do kondenzační komory, pravidelná kontrola a odběr vzorků po 10, 30 a 40 dnech
- po 24 hodinách sušení podrobeny vzorky zkoušce smykové pevnosti v tahu podle normy ČSN EN 1465 na zkušebním zařízení Zwick 050.

Zkušební zařízení

Vzorky byly namáhány na univerzálním trhačím stroji Zwick 050.

Stručná charakteristika trhačímho stroje Zwick 050:

- Maximální síla: 55 kN (5,5 t)
- Rychlost posunu: 0,5 – 500 mm/min
- Třída přesnosti: 0,5 %.

Zkušební těleso (vzorek) bylo připevněno symetricky do samosvorných čelistí, v programu testXpert byly nastaveny potřebné parametry a spuštěno vlastní zatěžování vzorku. Rychlost posunu byla zvolena tak, aby k porušení průměrného slepu došlo za 65 ± 20 s. Napětí nebo deformace lepeného spoje tedy vzrůstá při konstantní rychlosti. Experimentálně zjištěné průběhy závislosti *síla – deformace* udávají grafy č. 3–č. 9.

Účel a podstata zkoušky (ČSN 03 8131)

V kondenzační komoře se zjišťuje odolnost proti atmosférické korozi materiálů, výrobků a jejich součástí, zejména kovových, nechráněných nebo s povrchovou úpravou a ochranná účinnost protikorozních ochranných povlaků ve vlhkých a čistých atmosférách. V kondenzační komoře je vzorek vystaven působení rozhodujících činitelů atmosférické koroze, tj. kondenzaci vodních par za zvýšené teploty [ČSN 03 8131].

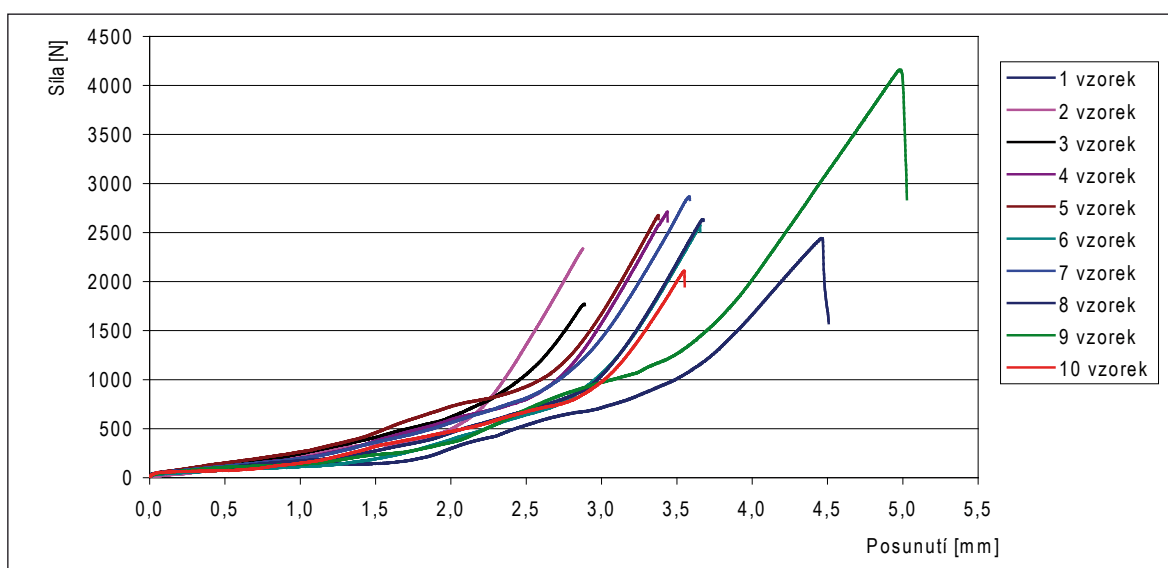
Podmínky zkoušky:

- nepřetržitý režim
- teplota: 35 ± 2 °C
- 100% relativní vlhkost.

VÝSLEDKY

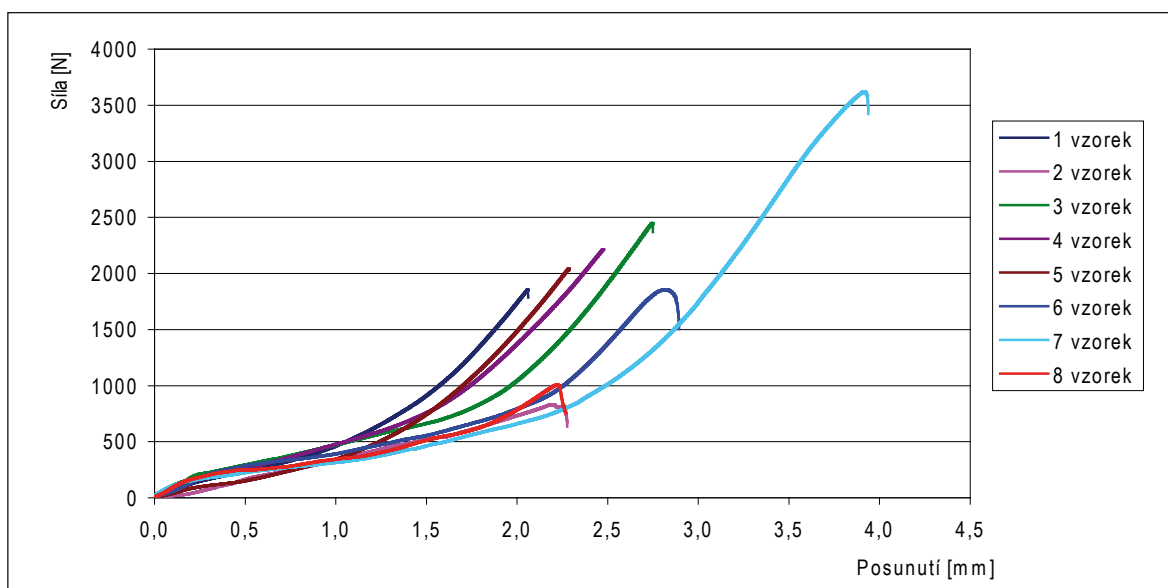
Etalon

Tyto zkoušené vzorky nebyly podrobeny žádné laboratorní zkoušce v prostředí.



3: Vzorky bez působení prostředí – etalon

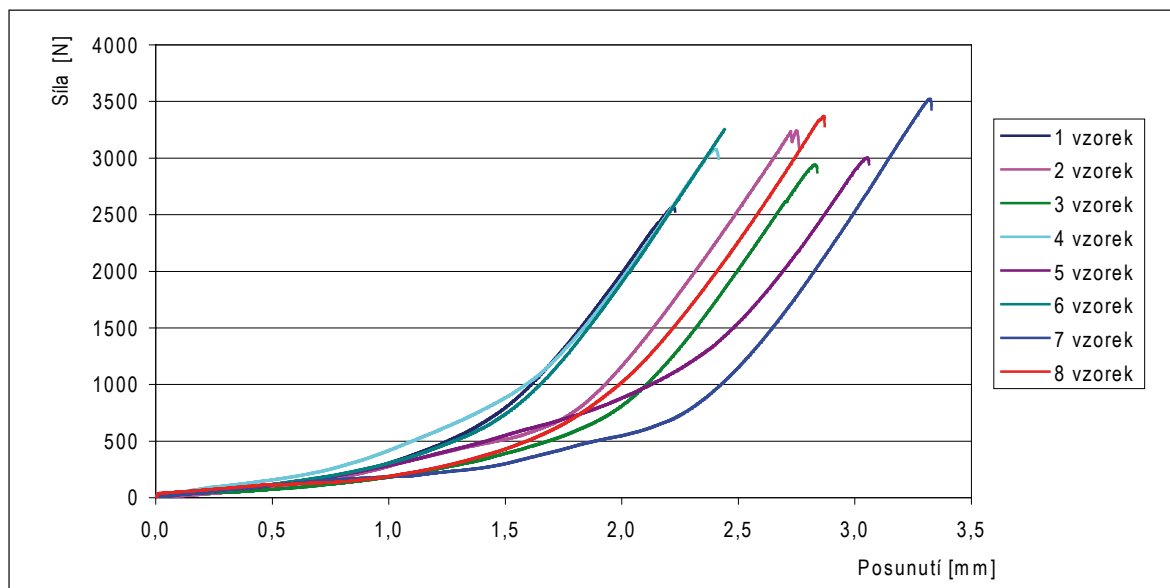
Vzorky v prostředí H_2O po 10 dnech expozice bez antikorozní ochrany



4: Vzorky po 10 dnech expozice v prostředí H_2O bez ochrany

Fotografický snímek vybraného porušeného vzorku ochrany je vyobrazen v příloze, viz Obr. 10.
po 10 dnech expozice v prostředí H_2O bez antikorozní

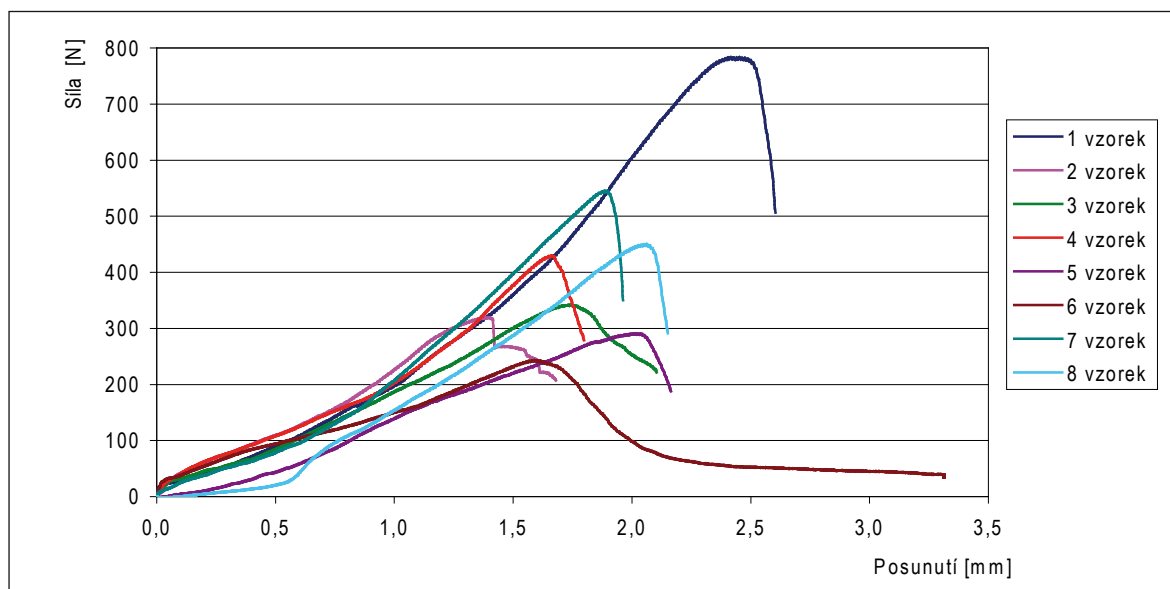
Vzorky v prostředí H_2O po 10 dnech expozice s antikorozní ochranou



5: Vzorky po 10 dnech expozice v prostředí H_2O s ochranou

Fotografický snímek vybraného porušeného vzorku ochrany je vyobrazen v příloze, viz Obr. 11. po 10 dnech expozice v prostředí H_2O s antikorozní

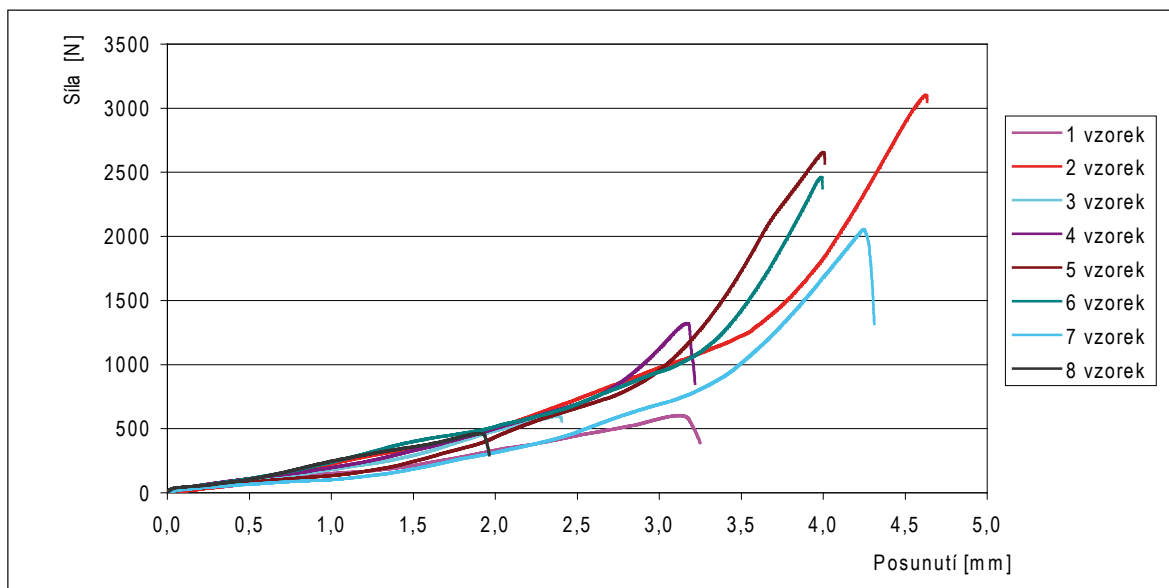
Vzorky v prostředí H_2O po 30 dnech expozice bez antikorozní ochrany



6: Vzorky po 30 dnech expozice v prostředí H_2O bez ochrany

Fotografický snímek vybraného porušeného vzorku ochrany je vyobrazen v příloze, viz Obr. 12. po 30 dnech expozice v prostředí H_2O bez antikorozní

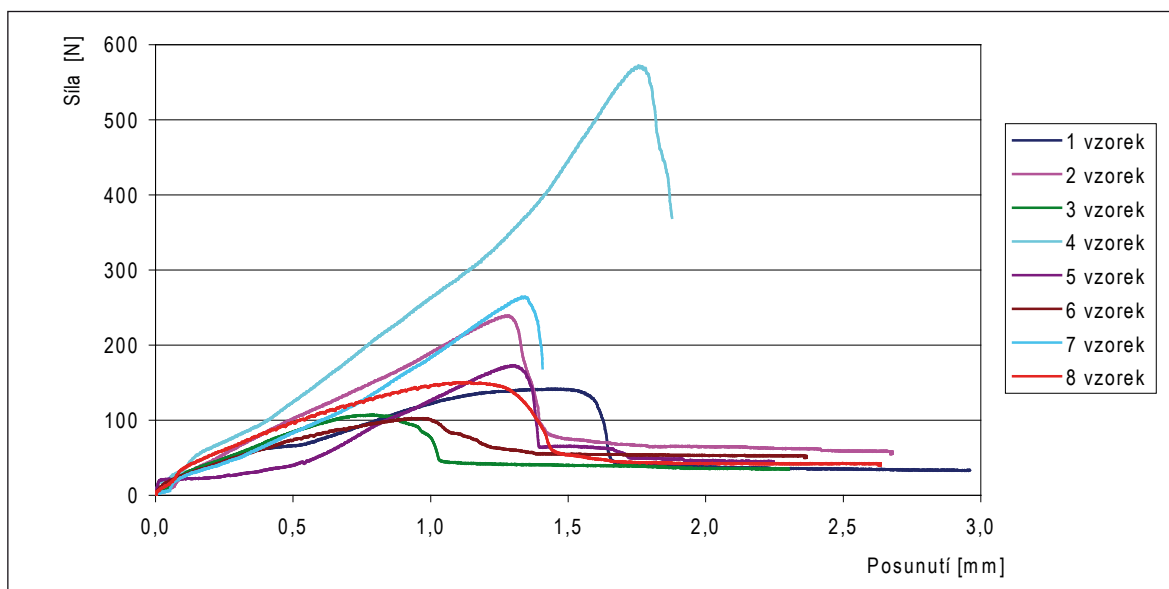
Vzorky v prostředí H_2O po 30 dnech expozice s antikorozní ochranou



7: Vzorky po 30 dnech expozice v prostředí H_2O s ochranou

Fotografický snímek vybraného porušeného vzorku ochranou je vyobrazen v příloze, viz Obr. 13. po 30 dnech expozice v prostředí H_2O s antikorozní

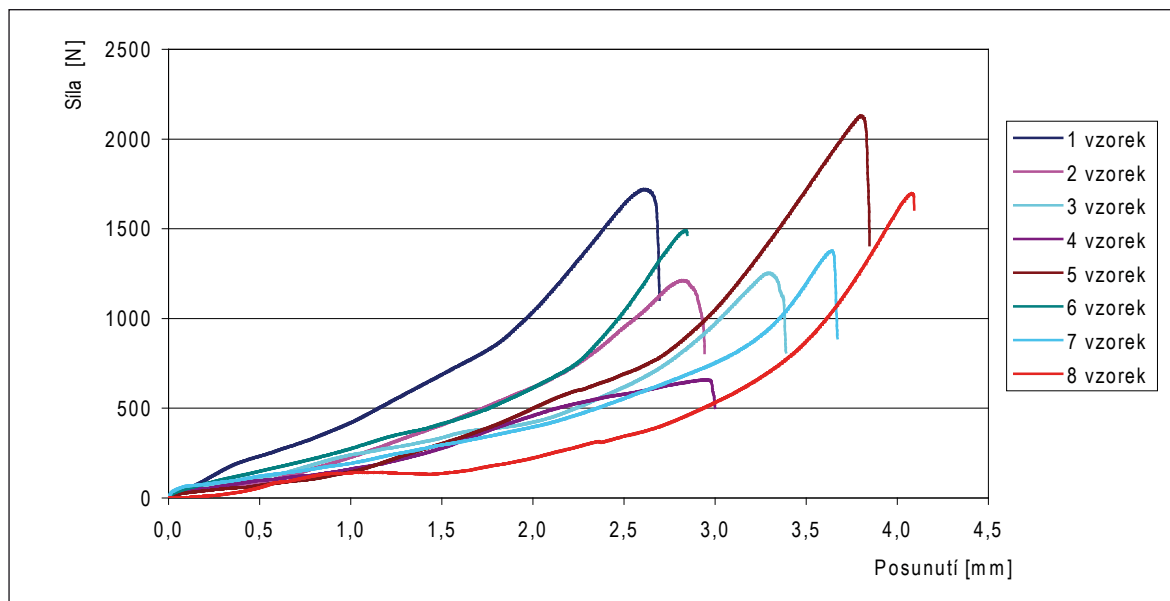
Vzorky v prostředí H_2O po 40 dnech expozice bez antikorozní ochrany



8: Vzorky po 40 dnech expozice v prostředí H_2O bez ochrany

Fotografický snímek vybraného porušeného vzorku ochrany je vyobrazen v příloze, viz Obr. 14. po 40 dnech expozice v prostředí H_2O bez antikorozní

Vzorky v prostředí H₂O po 40 dnech expozice s antikorozní ochranou



9: Vzorky po 40 dnech expozice v prostředí H₂O s ochranou

Fotografický snímek vybraného porušeného vzorku po 40 dnech expozice v prostředí H₂O s antikorozní

ochranou je vyobrazen v příloze, viz Obr. 15.

I: Výpočtené hodnoty z grafu 5

n = 10	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	2627,01	3,65	8,41
s_x	626,54	0,64	2,00
Min.	1770,72	2,88	5,67
Max.	4157,39	4,98	13,30
v_x [%]	23,85	17,64	23,85

II: Výpočtené hodnoty z grafu 6

n = 8	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	1984,38	2,59	6,35
s_x	866,74	0,60	2,77
Min.	831,93	2,06	2,66
Max.	3619,61	3,91	11,58
v_x [%]	43,68	23,03	43,68

III: Výpočtené hodnoty z grafu 7

n = 8	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	3120,99	2,73	9,99
s_x	295,32	0,37	0,95
Min.	2565,40	2,22	8,21
Max.	3520,63	3,32	11,27
v_x [%]	9,46	13,37	9,46

IV: Výpočtené hodnoty z grafu 8

n = 8	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	425,51	1,85	1,36
s_x	174,33	0,32	0,56
Min.	243,30	1,39	0,78
Max.	783,53	2,42	2,51
v_x [%]	40,97	17,35	40,97

V: Výpočtené hodnoty z grafu 9

n = 8	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	1658,15	3,43	5,31
s_x	1046,12	0,95	3,35
Min.	462,63	1,91	1,48
Max.	3102,39	4,62	9,93
v_x [%]	63,09	27,64	63,09

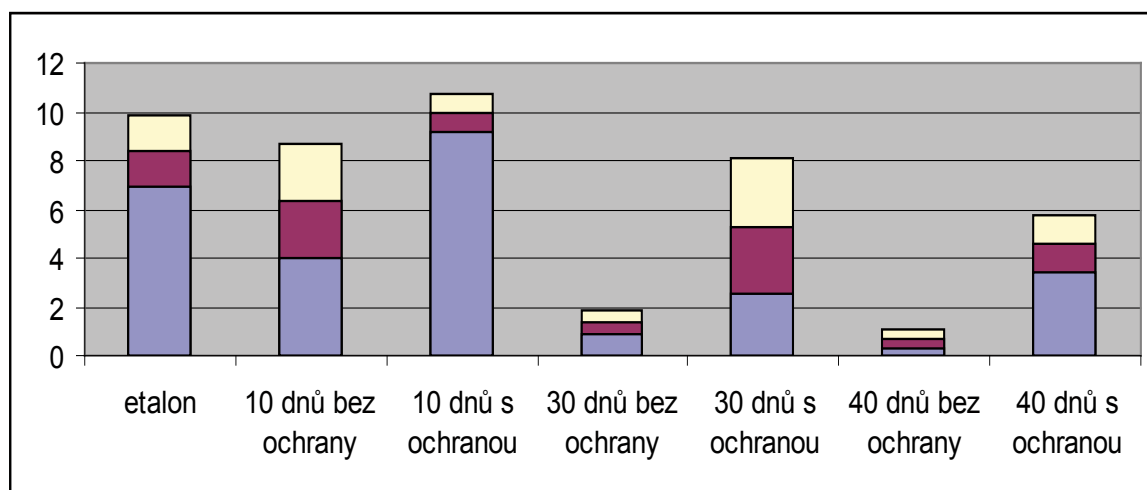
VI: Výpočtené hodnoty z grafu 10

n = 8	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	218,68	1,24	0,70
s_x	153,91	0,30	0,49
Min.	102,40	0,79	0,33
Max.	571,76	1,76	1,83
v_x [%]	70,38	24,08	70,38

VII: Výpočtené hodnoty z grafu 11

n = 8	$F_{\max}$ [N]	ΔL [mm]	τ [MPa]
$\bar{x}$	1442,35	3,25	4,62
s_x	434,80	0,53	1,39
Min.	658,91	2,62	2,11
Max.	2129,39	4,08	6,81
v_x [%]	30,15	16,33	30,15

Pro přehledné srovnání výsledků byl sestrojen sloupkový graf, který udává průměrné hodnoty pevnosti (včetně intervalu spolehlivosti) pro všechny časové intervaly a to jak pro povrchově nechráněné vzorky, tak pro vzorky povrchově chráněné.



16: Srovnání výsledků experimentu

DISKUSE

Na základě sestavené metodiky a podle normy ČSN EN 1465 „Lepidla – stanovení smykové pevnosti v tahu tuhých adhezendů na přeplátovaných tělesech“ bylo provedeno experimentální měření pevnosti lepeného spoje epoxidovým lepidlem. Byl také zjišťován vliv antikorozi ochrany na pevnost lepených spojů. Část vzorků byla opatřena antikorozi ochranou v podobě nástřiku barvou na kovy. Přeplátované vzorky byly v laboratorních podmínkách vystaveny prostředí vodních par za zvýšené teploty.

Vzorky byly postupně odebírány z jednotlivých prostředí po expozici 10, 30 a 40 dnů. Při měření na zkušebním zařízení byla zaznamenávána maximální síla při porušení vzorku a posunutí při této maximální síle, potom byla také vypočtena pevnost spoje τ . Výsledky zkoušek byly poté srovnávány s etalony, tj. se vzorky, které nebyly vystaveny žádnému ze zmiňovaných prostředí.

Výsledky experimentálního měření:

Při měření pevnosti lepeného spoje, který nebyl vystaven žádnému prostředí (etalon), byla zjištěna

největší pevnost 13,3 MPa při tloušťce vrstvy lepidla 0,2 mm.

Pevnost lepených spojů exponovaných v kondenzační komoře s destilovanou vodou (H_2O) bez antikorozi ochrany s rostoucí dobou expozice v komoře klesala z hodnot 11 MPa až na hodnoty kolem 0,8 MPa [Miller, 2006]. Při kontrole porušených vzorků byly vyhodnocovány i typy porušení lepeného spoje. U více než 90 % vzorků se jednalo o kombinované porušení (ACFP), z čehož můžeme usuzovat, že rychle klesající pevnost je zapříčiněna:

1. degradaci lepidla působením prostředí s destilovanou vodou a zvýšenou teplotou
2. vlivem koroze prostupující do spoje (viz příloha Obr. 10, 12, 14).

Lepené spoje, které byly opatřeny antikorozi ochranou, dosahovaly pevnosti vyšší, zvláště při delší expozici v prostředí, díky antikorozi ochraně. Koroze do lepeného spoje však také prostoupila (viz příloha Obr. 11, 13, 15).

PŘÍLOHY:



10: Vzorek po zkoušce na trhacím stroji, který byl vystaven 10 dnů prostředí H_2O bez antikorozi ochrany



11: Vzorek po zkoušce na trhacím stroji, který byl vystaven 10 dnů prostředí H_2O s antikorozi ochranou



12: Vzorek po zkoušce na trhacím stroji, který byl vystaven 30 dnů prostředí H_2O bez antikorozi ochrany



13: Vzorek po zkoušce na trhacím stroji, který byl vystaven 30 dnů prostředí H₂O s antikorozi ochranou



14: Vzorek po zkoušce na trhacím stroji, který byl vystaven 40 dnů prostředí H₂O bez antikorozi ochrany



15: Vzorek po zkoušce na trhacím stroji, který byl vystaven 40 dnů prostředí H₂O s antikorozi ochranou

SOUHRN

Dosažené výsledky svědčí o nízké odolnosti vybraného univerzálního epoxidového lepidla proti prostředí vodních par za zvýšené teploty. Při srovnání výsledků s etalonem je pevnost lepených spojů vystavených prostředí vodních par po 10 dnech na dobré úrovni, se vzrůstající dobou působení prostředí se však pevnost rychle snižuje. Podstatně lepších výsledků bylo dosaženo v případě, kdy lepený spoj byl opatřen antikorozi ochranou. I v tomto případě koroze do lepeného spoje prostoupila, ale její vliv se projevoval pomaleji a menším vlivem na pevnost spoje.

Výsledky z této práce mohou být podle názoru autora práce podkladem pro další zkoumání v oblasti problematiky lepených spojů.

adheze, protikorozi ochrana, koheze, vytvrzování, pevnost ve smyku, napětí

LITERATURA

- KOVAČIČ, L.: Lepení kovov a plastov. Bratislava, Alfa Bratislava, 1984
- PETERKA, J.: Lepení konstrukčních materiálů ve strojírenství. SNTL Praha, 1980
- HABENICHT, G.: Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendung. Berlin, Springer Berlin, 2002
- PIZZI, A., MITTAL, K. L.: Handbook of adhesive technology. New York, Dekker New York, 2003
- OSTEN, M.: Práce s lepidly a tmely. SNTL Praha, Praha, 1986
- OSTEN, M.: Lepení plastických hmot. SNTL Praha, Praha, 1972
- ŠOLCOVÁ, A.: Lepené spoje při stavbě karoserie vozu. ČVUT Praha, 2000
- KREIBICH, V.: Příprava a čištění povrchů. Technik, ročník 2001, číslo 1–2
- MULLER, M.: Vliv na pevnost spojů. MM Průmyslové spektrum, č. 10/2005
- MULLER, M.: Lepení kovových a nekovových materiálů. Doktorská disertační práce, ČZU Praha, 2006
- BROŽEK, M.: Vliv tloušťky vrstvy lepidla na pevnost lepeného spoje. MM Průmyslové spektrum, č. 1/2003
- ČSN ISO 10365: Označení hlavních typů porušení lepeného spoje, 1995
- ČSN ISO 4588: Lepidla – Příprava kovových povrchů k lepení, 1994
- ČSN EN 1465: Lepidla – Stanovení smykové pevnosti v tahu tuhých adherendů na přeplátovaných tělesech, 1997
- ČSN 03 8131: Korozi zkouška v kondenzační komoře, 1990
- LOCTITE: Worldwide design handbook, Mainz, Erasmusdruck Gmbh Mainz, 1998

Adresa

Ing. Vladimír Válek, Ústav techniky a automobilové dopravy, Mendelova zemědělská a lesnická univerzita v Brně, Zemědělská 1, 613 00 Brno, Česká republika, e-mail: valek@mendelu.cz