

Measuring the strength of different adhesive bonds by means of analytic centrifugation

Misurare la tenacità di differenti legami adesivi mediante centrifugazione analitica

Hildegard Lyko, on behalf of LUM GMBH

Adhesive bonds are of great significance in plant construction, car manufacturing, in the production of consumer goods as well as of components for industry. Due to a large variety of adhesive base materials that are combined with fillers, plasticizers and other additives, adhesive formulations are available for nearly any material combination and large ranges of temperatures, pressures or other mechanical stresses. This is why reproducibly operating and easy to manage testing equipment of adhesive strength under the real operation conditions of the test specimen is needed. The analytical centrifuge LUMiFrac® by LUM GmbH, Berlin, fulfills these requirements. The function principle and application examples for different hot glues are presented in the following.

MEASUREMENT PRINCIPLE

In the centrifuge the tensile load on a test specimen is provided by the radially directed centrifugal force (see Fig.1). The test specimen consists of a (coated) substrate and a test stamp, which are bonded by an adhesive. Up to 8 different test specimens may be installed in the centrifuge. During a measuring cycle the rotational speed is ramped up according to program settings. If the critical tensile strength of a particular test specimen is reached, the adhesive joint fails and the test stamp moves outward. This detachment of the test stamp is automatically detected in form of a position coded IR signal. The corresponding breaking load of the particular test specimen is calculated from its mass, radius and the rotational speed at the time of rupture. By means of the approved software SEPView®

I legami adesivi rivestono una grande importanza per la costruzione di impianti, di automobili, per la produzione di beni di consumo e di componenti per l'industria. Grazie alla grande varietà di materiali di base adesiva che vengono combinati con riempitivi, plastificanti e altri additivi, le formulazioni di adesivi sono disponibili per quasi tutte le combinazioni di materiali e con ampi range termici, pressione o con altre sollecitazioni meccaniche. Questo è il motivo per cui è necessario operare in modo riproducibile e gestire facilmente le attrezzature del test della tenacità adesiva in condizioni operative realistiche del campione. La centrifuga analitica LUMiFrac® di LUM GmbH, con sede a Berlino, soddisfa questi requisiti. Il principio di funzionamento e gli esempi applicativi di diverse colle a caldo sono presentati qui di seguito.

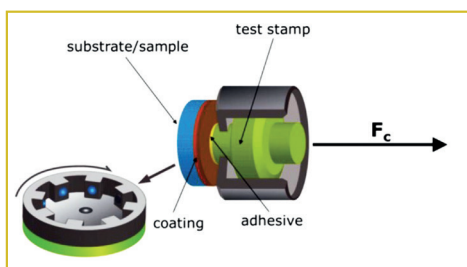


Fig. 1 - Measurement principle
Principio di misura

PRINCIPIO DI MISURA

Nella centrifuga il carico di trazione sul campione del test è fornito dalla forza centrifuga in direzione radiale (fig. 1) Il campione del test consiste in un substrato (rivestito) e un tampone da test, legati con un adesivo.

Nella centrifuga possono essere installati fino a 8 campioni di test; durante il ciclo di misura la velocità rotazionale viene accelerata in base alle impostazioni date. Se si raggiunge la resistenza alla trazione critica di un particolare campione da test, il giunto adesivo si deteriora e il tampone si sposta verso l'esterno. Il distacco viene rilevato automaticamente in base a un segnale di posizione di codice IR. Il carico a rottura corrispondente del campione viene calcolato dalla sua massa,

SOPs can be programmed that specify the shape and velocity of load increase.

INTEGRATION OF ADHESIVE APPLICATION INTO THE TESTING PROCEDURES

The procedure of applying adhesives, the pre-treatment of materials, the application temperature, and the curing time and temperature depend on the characteristics of the particular adhesive, on the substrate materials, and on the stresses the adhesive bond has to withstand during its lifetime. To get reliable test results that help to predict the robustness of an adhesive bond under real life conditions, the preparation and testing of test specimen must be performed under similar, well-defined conditions.

TEST RESULTS

(Fig.2) shows the results obtained with 5 different adhesives for bonding aluminum parts, adhesives 2 and 4 reach strengths above 2 MPa. The standard deviations indicated were determined from 9 tests with the same adhesive in each case. However, these standard deviations are far below those values that must be expected with a conventional tensile testing machine (see Pfuch

raggio e velocità rotazionale al momento della rottura. Con il software approvato SEPView® SOPs può essere programmato, specificando la forma e la velocità degli incrementi di carico.

INTEGRAZIONE DELL'APPLICAZIONE DELL'ADESIVO NELLE PROCEDURE DI TEST

La procedura seguita per applicare gli adesivi, il pretrattamento dei materiali, la temperatura di esercizio, il tempo di reticolazione e la temperatura dipendono dalle caratteristiche del particolare adesivo, dai materiali del substrato e dalle sollecitazioni che il legame adesivo deve subire nel corso della propria vita utile. Per ottenere risultati affidabili che possano contribuire a prevedere la robustezza di un legame adesivo in condizioni di vita realistiche, la preparazione e le analisi del campione del test devono essere eseguite in condizioni simili, ben definite.

RISULTATI DEL TEST

In (fig. 2) sono rappresentati i risultati ottenuti con 5 adesivi differenti per legare le parti in alluminio e con gli adesivi 2 e 4 che raggiungono tenacità superiori ai 2 MPa. Le deviazioni standard indicate sono state determinate da 9 test utilizzando lo stesso adesivo in ciascun caso. Tuttavia,

et al. [1]). Due to the fact, that the test specimens must be clamped at both sides in the tensile testing machine, only slight deviations from axial alignment of the specimen can lead to significantly lower breaking forces.

FAILURE PATTERNS

In general, two failure patterns exist, which may occur solely or in combination: adhesive and cohesive failure. Adhesive failure is indicated by the complete detachment of the glue from either the substrate or the test stamp surface. Cohesive failure occurs within the internal structure of the adhesive layer. Fig. 3 gives two examples of rupture for different adhesives (taken from study B). The example on the left shows a combination of adhesive and cohesive failure, the glue has only partly detached from the surfaces of the stamp and the substrate. The photo on the right side shows complete cohesive failure, as both surfaces are still nearly completely covered with glue. However, some air bubbles were enclosed in the adhesive layer.

INTEGRATING TENSILE TESTING INTO THE ENTIRE PROCESS CHAIN OF ADHESIVE APPLICATION

As described above, failure of an adhesive bond will either occur, if the structure of the adhesive itself cannot withstand the mechanical stresses that a component is exposed to at a given temperature, or the adhesion to a particular surface is not strong enough under the given conditions. Besides the chemistry of the particular adhesive, the mechanical, chemical and thermal pre-treatment of surfaces, the application temperature, and the curing conditions all contribute to the final adhesive strength. On the other hand, centrifugal testing means a reliable and time-saving method of optimizing the process chain of adhesive application. In detail, procedures like surface grinding, cleaning (selection of solvents), heating and cooling within the process chain may be optimized.

REFERENCE

[1] A. Pfuch, U. Beck, T. Lange, U. Rietz, B. Küzün, R. Twardygroz: Wie Klebungen einfacher validiert werden können; adhäsion 9/2015, S. 44 - 52

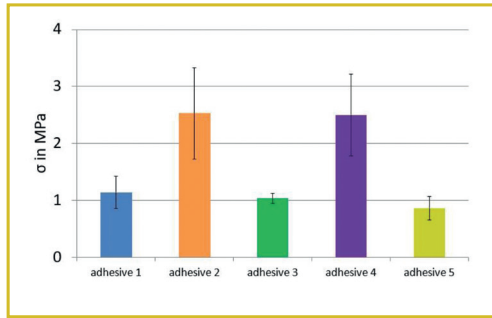


Fig. 2 - Comparison of five adhesives for bonding aluminum elements (study A)
Analisi comparata di 5 adesivi per incollare elementi di alluminio (studio A)

queste deviazioni standard sono ben al di sotto di quei valori che ci si deve aspettare da un'attrezzatura da test convenzionale della resistenza alla trazione (vedi Pfuch et al [1]). Per via del fatto che i campioni del test devono essere agganciati in entrambi i lati dell'attrezzatura per il test, soltanto minime deviazioni standard dall'allineamento assiale del campione possono determinare forze di rottura significativamente inferiori.

MODELLI DI DEGRADAZIONE

In generale, esistono due modelli di degradazione che possono aver luogo singolarmente oppure in combinazione: degradazione adesiva e coesiva. La degradazione adesiva è indicata dal distacco completo della colla o dal substrato o dalla superficie del tampone del test. La degradazione coesiva ha luogo nella struttura interna dello strato di adesivo. In fig. 3 sono rappresentati due esempi di rottura con differenti adesivi (dallo studio B). L'esempio a sinistra mostra una combinazione di degradazione adesiva e coesiva e la colla si è staccata solo parzialmente dalle superfici del tampone e dal substrato. La foto a destra mostra la degradazione coesiva totale, in quanto entrambe le superfici sono ancora quasi completamente coperte di colla. Tuttavia, nello strato dell'adesivo sono racchiuse alcune bolle d'aria.

INTEGRARE IL TEST DELLA RESISTENZA ALLA TRAZIONE NELL'INTERA CATENA DI PROCESSO DELL'APPLICAZIONE DELL'ADESIVO

Come descritto sopra, la degradazione del legame adesivo ha luogo o se la struttura dell'adesivo stesso non può resistere alle sollecitazioni meccaniche a cui viene esposto un componente a una temperatura data, oppure nel caso in cui l'adesione a una superficie particolare non sia sufficientemente resistente in certe condizioni. Oltre al processo chimico di un adesivo particolare, il pretrattamento meccanico, chimico e termico delle superfici, la temperatura di esercizio e le condizioni di reticolazione contribuiscono tutti alla tenacità adesiva finale. D'altronde, per test della centrifugazione si intende un metodo affidabile e molto efficiente dal punto di vista del tempo impiegato, per ottimizzare la catena di processo dell'applicazione dell'adesivo. Nei dettagli, procedure quali correzione della superficie, la pulizia (selezione dei solventi), il riscaldamento e il raffreddamento nella catena di processo potrebbero essere ottimizzate.



Fig. 3 - Examples of failure patterns: left: combination of adhesive and cohesive failure; right: almost solely adhesive failure (study B)
Esempi di modelli di degradazione: a sinistra, combinazione di degradazione coesiva e adesiva; a destra, principalmente solo degradazione adesiva (studio B)