

# Předúprava povrchu polyolefinů pro lepení

Pavel ŠVANDA, Tomáš TLUSTOŠ<sup>A)</sup>, Michal TLUSTÝ<sup>A)</sup>

Univerzita Pardubice, Dopravní fakulta Jana Pernera, Katedra mechaniky,  
materiálů a částí strojů, Studentská 95, 532 10 Pardubice, E-mail:  
pavel.svanda@upce.cz

Střední odborné učiliště plynárenské Pardubice, Poděbradská Střední odborné  
učiliště plynárenské Pardubice, Poděbradská 93, Pardubice

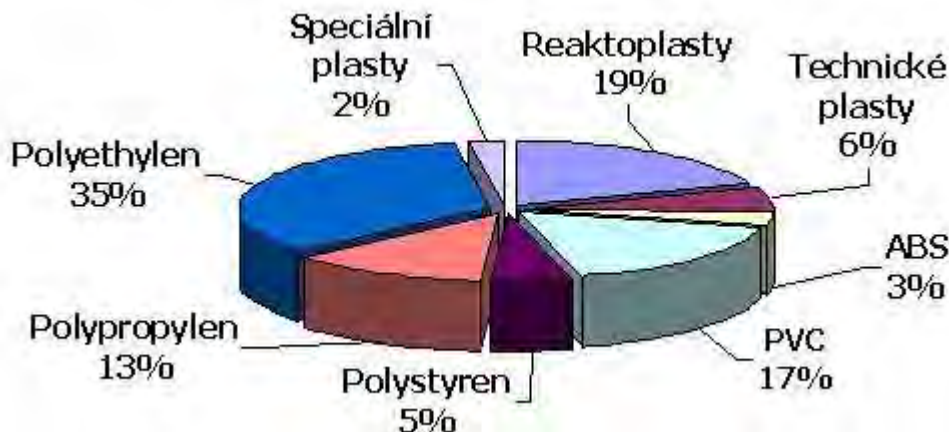
**ABSTRAKT:** Práce se zabývá možnostmi předúpravy povrchu polyolefinů (PE, PP) před lepením. Lepení je vhodným doplňkem pro svařování, které je obvyklým spojování těchto plastů. Cílem práce je nalezení vhodné chemické či fyzikální předúpravy povrchu, které zvýší dostatečně adhezi těchto obtížně lepitelných plastů. Základním postupem je použití komerčního prostředku pro předúpravu obtížně lepitelných plastů LOCTITE 7239. Dále jsou použity chemické metody – hexan, moření v hexanu a fyzikální metoda – použití oxidačního a redukčního kyslíko acetylenového plamene. Jako nejvýhodnější jeví použití kombinace mechanického zdrsnění povrchu brusným papírem (zrnitost P120) a následná aktivace povrchu komerčním aktivátorem LOCTITE 7239. Nicméně i v těchto případech je pevnost olepených spojů výrazně nižší než pro základní materiál.

**ANOTATION:** Paper is devoted to the possibilities of surface pretreatment of polyolefines (PE, PP) for glue joints. Glue joints is good addition to welding of polyolefines. Welding is typical method for joining of PE and PP. Main aim of this paper is to find technology for surface pretreatment of PE and PP for glue joining. Basic technique of pretreatment is application of commercial preparation LOCTITE 7239. Further pretreatment are chemical methods – hexane cleaning and hexane pickling, and physical method – application of oxy-acetylene flame (oxidizing, reducing). Our best pretreatment is application of combination of mechanic surface roughing (sand paper P120) and surface activation of LOCTITE 7239. This procedure did not (unfortunately) bring sufficient strength of glue joints.

**Klíčová slova:** polyolefiny; předúprava povrchu; lepení; epoxidová lepidla

## 1. Úvod

V současné době jsou v konstrukční praxi naprosto běžně používány různé plasty. Z celkového objemu světové produkce plastů představuje skoro 80% jen šest druhů plastů a 70% výroby jen tři druhy, a to polyolefiny, styrenové hmoty a polyvinylchlorid [1]. Se vzrůstem požívání těchto plastů vyvstává problematika jejich spojování. Veškeré běžně používané plasty lze spojovat svařováním. Bohužel ne vždy možné svařování použít. Jako další nejvhodnější metoda po svařování je právě lepení plastů. Styrenové hmoty lze bez problémů lepit vhodnými lepidly. PVC lze za použití lepidel na tento druh plastů lepit také poměrně dobře. Problém s lepením nastává u polyolefinů.



Obrázek 1. Světová produkce plastů

V případě použití lepených spojů jako konstrukčního prvku je nezbytné ověřením rozložení napětí v lepeném spoji. V případě konstrukčních prvků je možné s využitím metody konečných prvků zjistit skutečné napětí v lepeném spoji a tím zajistit funkčnost lepeného spoje a tím i celého zařízení, pokud je známa adhezní či kohezní pevnost lepeného spoje [2].

Problém lepení polyolefinických plastů je ve velmi nízké povrchové energii – je velmi špatná smáčivost povrchu lepidly. To ve svém důsledku znamená, že nedochází k rozlití lepidla po celém povrchu a tím nedojde k vytvoření dostatečně velké kontaktní plochy mezi lepidlem a adherendem. V počátcích používání plastů byla jedinou možností chemická předúprava plastů pro lepení pomocí rozpouštědel. Později se pro hromadnou výrobu začaly uplatňovat fyzikální metody – plamen a korónový výboj. V současnosti existuje i několik dalších chemických metod předúpravy – mokré leptání, oxidace kyselinami, modifikace povrchu jinými polymery. [3]

Problémem plastů je i různé složení v objemovém materiálu. Toto složení je do značné míry závislé na technologii výroby. Např. při výrobě z taveniny se na povrchu segregují makromolekuly s nižší molekulovou hmotností, případně tam dochází k nerovnoměrnému rozložení aditiv. Tato povrchová vrstva také často funguje jako tzv. slabá vrstva (v případě zatížení lepeného spoje se delaminuje i s lepidlem). Proto je občas obtížné používat stejnou předúpravu pro celý objem materiálu.

Z konstrukčního hlediska by nejjednodušším způsobem předúpravy bylo zdrsňování povrchu vhodným abrazivem. Tato metoda předúpravy je běžně používána u kovových materiálů. U plastů bohužel naprosto selhává, protože při této úpravě dochází k dalšímu snížení povrchové energie a dojde tedy k výraznému zhoršení smáčivosti povrchu lepidlem [3], [4]. Využití rozpouštědel a chemického leptání je nevhodné z hygienického a ekologického hlediska. Použití moderních fyzikálních metod je značně finančně náročné.

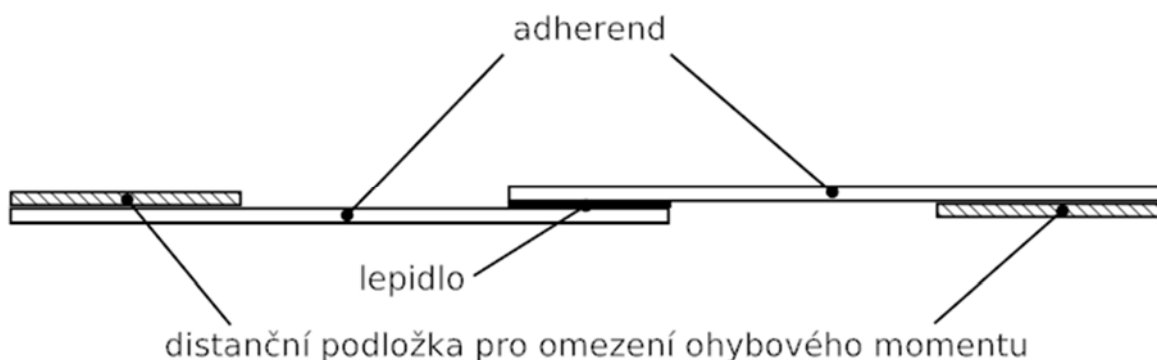
Proto jsou v současnosti hledány nové způsoby předúpravy povrchů plastů, které by byly příznivější z hlediska ekonomického i ekologického. Právě možnostmi těchto předúprav se zabývá tato práce. Cílem je ověření možnosti použití jednoduchých metod předúpravy povrchu olefinů pro jejich lepení.

## 2. Experimentální část

Základním materiálem pro lepení byl PP (polypropylen). Základní srovnávací spojení bylo svařování. Pro srovnání byl použit i LDPE – zde se jednalo o polyfúzní svar trubek o tloušťce stěny 8 mm. PP o tloušťce 10 byl svařen tavným svařováním s využitím přídavného materiálu PP.

Pro zkoušky pevnosti v tahu byly ze svařenců odebrány vzorky pro tahovou zkoušku o rozměrech pracovní části 50x120 mm. Posouzení kvality svaru bylo provedeno pomocí penetrační (kapilární) zkoušky na řezu kolmém na osu svaru.

Pro lepené spoje byly použity vzorky z PP o rozměru pracovní části 50x70 mm, kdy byly slepeny s přeplátováním v délce  $25 \pm 3$  mm (schéma vzorků s přeplátovaným spojem viz. Obrázek 2). Povrch vzorků byl nejprve odmaštěn pomocí n-hexanu. Jednotlivé předúpravy pak byly prováděny na odmaštěných površích. Protože použitá epoxidová lepidla vykazují na PP velmi malou smáčivost, byl povrch nejprve pokryt konverzní vrstvou tvořenou kyanoakrylátovým lepidlem. Po jeho vytvrzení po cca 2 hodinách bylo aplikováno dvousložkové epoxidové lepidlo s manipulační pevností 5 min. Mísící poměr 1:1 byl zajištěn použitím dvojité stříkačky.



*Obrázek 2 Vzorek pro měření pevnosti ve smyku*

Použité předúpravy povrchu PP:

- pouhé odmaštění povrchu
- aktivace povrchu v hexanu 20 minut
- oxidační acetylen-kyslíkový plamen
- redukční acetylen-kyslíkový plamen
- aktivace povrchu komerčním aktivátorem na obtížně slepitelné plasty LOCTITE 7239
- zdrsnění povrchu brusným papírem zrnitosti P120, následná aktivace povrchu komerčním aktivátorem na obtížně slepitelné plasty LOCTITE 7239

Zkoušení pevnosti ve smyku jednoduše přeplátovaných spojů bylo prováděno na zkušebním stroji ZD 10/90 se záznamem a vyhodnocením dat v PC. Při měření pevnosti ve smyku jednoduše přeplátovaných spojů bylo postupováno dle ČSN EN 1465 [5].

### 3. Výsledky měření, diskuse

V případě svaru PP se jednalo o klasický X-svar. Při provedení kapilární zkoušky se pak ukázalo, že nedošlo k dokonalému provaření kořene svaru. Na bocích svaru v místě stavení základního a přídatného materiálu se pak na zkoumaném vzorku ukázala dvě místa o délce pod 1mm, kde nedošlo ke spojení. Z toho lze usoudit, že tento typ svařování nezaučuje dokonalé spojení a tedy nutné počítat s nižší pevností spoje. V případě polyfúzního svaru LDPE nebyly při provádění kapilární zkoušky zjištěny žádné vady ve svarovém spoji.

Základní charakterizace lepených spojů byla provedena měřením pevnosti lepených spojů ve smyku jednoduše přeplátovaných sestav. Jako srovnávací vzorky byly použity vzorky vyrobené ze svařeného PP a HDPE. Výsledky měření pevnosti shrnuje Tabulka 1.

*Tabulka 1 Výsledky měření pevnosti spojů*

	mez pevnosti [kPa]	směrodatná odchylka [kPa]	korelační koeficient
svařovaný HDPE	18833	857,6	0,046
svařovaný PP	19300	282,8	0,015
PP - oxidační plamen	460	15,3	0,033
PP - redukční plamen	430	72,0	0,167
PP - odmaštěno + aktivace v hexanu	643	177,6	0,276
PP - odmaštěno + aktivátor LOCTITE 7239	N/A <sup>*)</sup>	--	--
PP - zdrsňený + aktivátor LOCTITE 7239	1004	115,7	0,115

*(\*) došlo k porušení lepeného spoje již při upínání do zkušebního stroje*

Z výsledků měření pevnosti srovnávacích svařovaných vzorků se ukázalo, že polyfúzní spoj je jakostnější než tavný svar s přídatným materiálem. Pevnost svaru na HDPE PP byla srovnatelná, byť pevnost PP je vyšší než HDPE. To lze ale vysvětlit tím, že vzorky PP se porušily převážně na hranici ztavení (viz. defekty ve svaru), kdežto HDPE se porušil v základním materiálu.

Vlastní měření pevnosti přeplátovaných sestav ukázalo, že lepené spoje na PP vykazují výrazně nižší pevnost než je pevnost svaru. Všechny studované spoje se porušily čistě adhezním způsobem porušení [6].

Jako nejméně vhodná se jeví použití komerčního aktivátoru na obtížně slepitelné plasty LOCTITE 7239. V případě jeho aplikace štětečkem na odmaštěný

povrch (dle návodu) byla výsledná pevnost spojů natolik nízká, že došlo k adheznímu porušení již při upínání vzorků do čelistí zkušebního stroje. Tento výsledek bylo možné očekávat již během přípravy spojů – byť byl celý povrch budoucího slepu pokryt vteřinovým lepidlem, nedošlo k úplnému smáčení povrchu a vytvořila se místa nekrytá vrstvičkou lepidla. Obdobně špatné výsledky byly získány při aplikaci epoxidového lepidla přímo na předupravený povrch PP.

Použití oxidačního a redukčního plamene na omaštěný povrch PP ukázalo určitou schopnost aktivace povrchu. Oba typy plamene dostatečně aktivovaly povrch (zvýšili povrchovou energii) pro smáčení povrchu kyanoakrylátovým lepidlem. Z hlediska pevnosti se lépe jevil oxidační plamen – pevnost lepeného spoje byla mírně vyšší při nižším rozptylu naměřených pevností ve smyku. Nicméně vzhledem k náročnosti technologie (svařovací souprava kyslík-acetylen, zkušenost obsluhy, manipulace s otevřeným ohněm) a relativně nízkým hodnotám adhezní pevnosti je použití této technologie značně omezené.

Jako velmi zajímavé je možné hodnotit chemické předúpravy povrchu PP. Jednoduchý způsob vhodný pro malé díly se ukázala aktivace povrchu ponořením součásti na 20 minut do čistého n-hexanu. Tento způsob předúpravy by bylo možné dokonce provádět v jednom stupni spolu s odmaštěním, ale vzhledem k možné kontaminaci rozpouštědla je vhodné povrch předem odmastit.

Velkým překvapením byla velmi nízká smáčivost povrchu po aplikaci komerčního aktivátoru pro obtížně slepitelné plasty LOCTITE 7239. Výsledná adhezní pevnost byla natolik nízká, že došlo k adheznímu porušení spoje již při upínání vzorků do zkušebního stroje.

Naopak nejlepších výsledků pevnosti bylo dosaženo při použití stejného aktivátoru pro obtížně slepitelné plasty LOCTITE 7239. Zásadní rozdíl byl v mechanické předúpravě povrchu před aktivací. Povrch byl nejprve zdrsněn brusným papírem o zrnitosti P120 a teprve poté byl aplikován aktivátor. Být by např. dle [3], [4] mělo docházet ke zhoršení smáčivosti, přesto byly v našem případě výsledky nejlepší (být řádově horší než je pevnost PP). Tento pozitivní výsledek je možné vysvětlit dvojím způsobem:

- i. lepší mechanické zakotvení nízkoviskozního kyanoakrylátového lepidla na zdrsněném povrchu za zvýšené smáčivosti povrchu po chemické aktivaci
- ii. odstranění nízkomolekulární vrstvy PP, která se na povrchu vylučuje během výroby a vyšemolární PP vykazuje lepší adhezi aktivovaného povrchu ke kyanoakrylátovému lepidlu.

#### **4. Závěr**

Na základě provedených měření je možno konstatovat, že zvolené chemické předúpravy zdaleka nezajistí dostatečnou adhezní pevnost mezi lepidlem a PP. Jako technologicky nevýhodné se jeví čistě mechanické/fyzikální

metody předúpravy. Použití oxidačního či redukčního plamene přinese mírné zvýšení povrchové energie PP a tím i lepší smáčivosti. Nicméně z technologického hlediska jsou tyto metody nevýhodné (pracnost, nároky na technologii a obsluhu).

Jako zajímavé se ukazují chemické předúpravy spojené s aktivací povrchu. Z námi zvolených postupů se jako nejvýhodnější jeví použití kombinace mechanického zdrsňení povrchu brusným papírem (zrnitost P120) a následná aktivace povrchu komerčním aktivátorem LOCTITE 7239. Výsledná pevnost ve smyku takto připraveného spoje je asi 1 000 kPa. Bohužel je to asi jen 1/20 pevnosti použitého PP. Nicméně po určité aplikace je možné uvažovat o použití námi navržené metodiky.

### **Poděkování**

*Tento příspěvek vznikl za podpory projektu Brána vědě/ní otevřená – BRAVO, reg. č. CZ.1.07/2.3.00/35.0024*

### **Použitá literatura:**

- [1] *ENSIGNER – firemní materiály*. 2003
- [2] PAŠČENKO, Petr: *Strength of Stainless Steel C-Clamps*. Materials Engineering/ Materialové inženýrstvo, vol. XV, no. 2a. University of Žilina 2008. ISSN: 1335-0803.
- [3] EBNESAJJAD, Sina. *Surface Treatment of Materials for Adhesion Bonding*. Norwich, NY, U.S.A. : William Andrew Publishing, 2006. 277 s. ISBN 978-0-8155-1523-4.
- [4] ČSN EN 13887. *Konstrukční lepidla - Směrnice pro přípravu povrchu kovů a plastů před lepením*. Praha: Český normalizační institut, 2004.
- [5] ČSN EN 1465. *Lepidla - Stanovení pevností ve smyku při tahovém namáhání přeplátovaných lepených sestav*. Praha: Český normalizační institut, 2009. 12 s
- [6] ČSN ISO 10365. *Lepidla. Označení hlavních typů porušení lepeného spoje*. Praha: Český normalizační institut, 1992. 8 s.