

JAN GODZIMIRSKI, MAREK ROŚKOWICZ

Wojskowa Akademia Techniczna
Wydział Uzbrojenia i Lotnictwa
Instytut Techniki Lotniczej
ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa
e-mail: eskadra@sec.polbox.pl

Wytrzymałość doraźna i długotrwała oraz pełzanie kleju „Epidian 57”

SHEAR STRENGTH, LONG-LASTING STRENGTH AND CREEP OF EPIDIAN 57 ADHESIVE

Summary — Shear strength and long-lasting strength of glue lap joints made of Epidian 57 hardened with triethylenetetraamine (TETA) have been investigated. Two ways of hardening were used: one-step hardening (7 days and nights at room temperature) and two-step hardening (12 hours at room temperature + 6 hours at 80°C). Comparable shear strength of a glue hardened both ways has been stated (Table 1). Long-lasting strength of a two-step hardened glue appeared to be much better than of one-step hardened one (Figs. 5 — 9). Investigations showed little creep resistance of one-step hardened glue while two-step hardening of a glue joint improves creep resistance significantly. It looks as if one-step hardening, recommended by producer, did not secure full hardening of Epidian 57 adhesive.

Key words: Epidian 57, glue joints, shear strength, long-lasting strength, creep.

PODSTAWY TEORETYCZNE

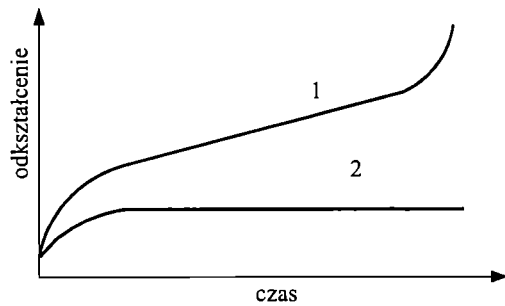
Klejenie konstrukcyjne znalazło trwałą pozycję w procesach produkcyjnych i naprawczych wielu gałęzi przemysłu i działów gospodarki [1—3]. Metodą tą łączy się obecnie podzespoły nawet takich urządzeń, które powinny być niezawodne, np. podzespoły samolotów [4, 5]. Zastosowanie klejenia konstrukcyjnego wymaga uprzedniego przeprowadzenia badań doświadczalnych zarówno kleju, jak i wykonanych za jego pomocą połączeń, gdyż nie są jeszcze znane inżynierskie metody wiarygodnego prognozowania wytrzymałości projektowanych połączeń klejowych na podstawie właściwości klejów podawanych przez ich producentów [6]. Znormalizowane próby wytrzymałościowe klejów odnoszą się głównie do ich wytrzymałości doraźnej w modelowych połączeniach (ocena ścinania, zginania lub odrywania) oraz do odporności na propagację pęknięcia (w próbie na oddzieranie).

W trakcie projektowania połączeń klejowych należy poza wytrzymałością doraźną dodatkowo uwzględnić wytrzymałość długotrwałą (czasową), której wartość jest mniejsza od wytrzymałości doraźnej [7, 8]. Wytrzymałość długotrwałą to zdolność spoin klejowych do przenoszenia statycznego obciążenia w określonym przedziale czasu. Problem ten nie występuje w mechanicznych połączeniach metali w pobliżu temperatury

otoczenia, dopiero bowiem w podwyższonej temperaturze może rozpocząć się proces pełzania takich połączeń. Ograniczona wytrzymałość długotrwałą spoin klejowych na podstawie tworzyw wielkocząsteczkowych wiąże się najczęściej właśnie ze skłonnością tworzyw do pełzania w zakresie stosunkowo niskiej temperatury. Pełzanie w temperaturze otoczenia tworzyw wielkocząsteczkowych o strukturze liniowej wydaje się zjawiskiem zrozumiałym, kleje konstrukcyjne charakteryzuje jednak struktura usieciowana, która powinna ograniczać taką cechę tych tworzyw.

Pełzanie polega na wzroście odkształceń materiału (ϵ) w funkcji wartości obciążenia (σ), czasu obciążenia (t) i temperatury (T). W przypadku stałego obciążenia, krzywe pełzania $\epsilon = \epsilon(t)$ tworzyw wielkocząsteczkowych mogą mieć dwojaki charakter (rys. 1).

Krzywa 1 ma przebieg typowy dla tworzyw o strukturze liniowej i rozgałęzionej obciążanych w całym przedziale temperatury, a także o strukturze usieciowanej lecz obciążanych tylko w podwyższonej temperaturze. Początkowe odkształcenia następują szybko i mogą być traktowane jako odkształcenia sprężyste. Materiał przechodzi następnie w ustalony stan pełzania i odkształcenie rośnie w sposób liniowy w funkcji czasu. Wreszcie na ostatnim etapie prędkość odkształcania wzrasta aż do chwili zniszczenia obciążonego połączenia.



Rys. 1. Krzywe pelzania tworzyw wielocząsteczkowych; 1, 2 — objaśnienia w tekście

Fig. 1. Creep curves of plastics; 1, 2 — explanations in the text

Na podstawie ustalonego wzrostu odkształcenia w funkcji czasu, prędkość pelzania ($\dot{\epsilon}$) można wyrazić zależnością stosowaną do newtonowskich cieczy lepkich [9]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = A\sigma^n e^{-Q/RT} \quad (1)$$

gdzie: ϵ — odkształcenie względne, t — czas, T — temperatura bezwzględna, A — stała pelzania wyznaczana doświadczalnie, R — uniwersalna stała gazowa, Q — energia aktywacji pelzania wyznaczana doświadczalnie, σ — naprężenie, n — wyznaczany doświadczalnie wykładnik pelzania.

Z zależności (1) wynika, że prędkość pelzania wzrasta wykładniczo z temperaturą; stosunkowo niewielki wzrost temperatury o 20°C może nawet podwoić prędkość pelzania. Należy podkreślić, że nie każde obciążenie trwale musi doprowadzić do zniszczenia materiału poddanego próbie pelzania: w obszarze umiarkowanych warunków obciążeń (naprężeń i temperatury) krzywa pelzania może przybrać kierunek równoległy do osi czasu (krzywa 2 na rys. 1). Konsekwencją takiego zjawiska jest możliwość wyznaczenia w warunkach długotrwałego obciążenia granicznej wytrzymałości tworzywa, a w przypadku połączeń klejowych — wytrzymałości długotrwałej.

Wiadomo, że różne kleje charakteryzuje odmienny stosunek wytrzymałości długotrwałej (stanowiącej istotną cechę konstrukcyjną klejów) do wytrzymałości doraźnej [8].

W związku z tym podjęliśmy na przykładzie kleju „Epidian 57” próbę sprawdzenia, czy istnieje tu jednoznaczna zależność pomiędzy wytrzymałością doraźną połączeń klejowych a ich wytrzymałością długotrwałą.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

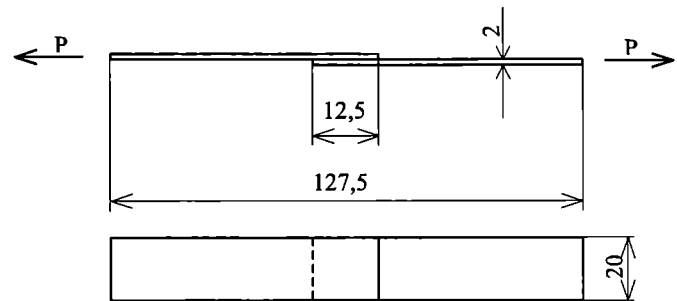
Wytrzymałość doraźna i długotrwała

Do badań wytypowano krajowy klej epoksydowy „Epidian 57” (producent ZCh Organika Sarzyna) utwardzany trietylenotetraaminą (TETA) w ilości 10,5 cz. mas. na 100 cz. mas. kleju. Zaleca się [10] utwardzanie tego kleju dwiema metodami:

— jednostopniowo w temperaturze otoczenia w ciągu 7 dób,

— dwustopniowo: 12 h w temperaturze otoczenia i 6 h w temp. 80°C.

Do badań doraźnej wytrzymałości na ścinanie i badań wytrzymałości długotrwałej zastosowano identyczne próbki jednozakładkowe (rys. 2). Różniły się one od próbek zalecanych w normie PN-69/C-89300 szerokością, ze względu na wymiary przyrządów przewidzianych do określania ich wytrzymałości długotrwałej.



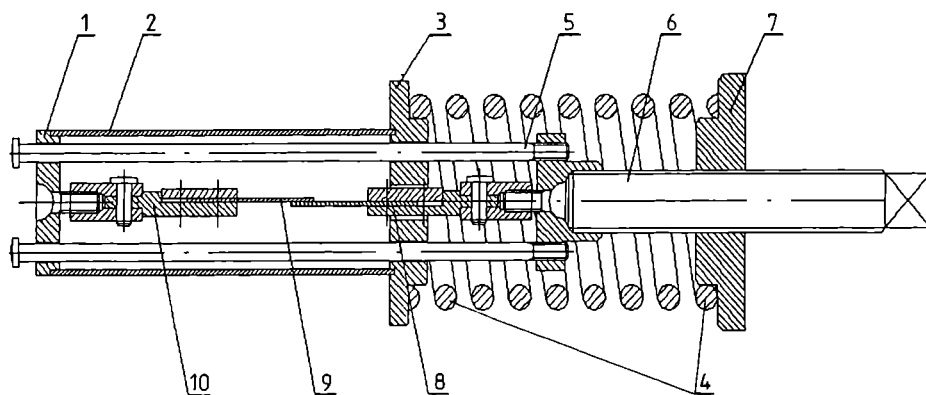
Rys. 2. Połączenie jednozakładkowe — wymiary, kształt i sposób obciążenia próbek

Fig. 2. Lap joint — dimensions, shape and way of loading of the samples

Klejone elementy próbek wykonywano ze stopu aluminiowego PA7ta. Powierzchnie elementów próbek przygotowywano do klejenia metodą piaskowania lub trawienia zgodnie z cytowaną normą. W celu uzyskania podobnych grubości spoin klejowych (ok. 0,1 mm) w każdej spoinie umieszczano dwie nitki dystansowe. Przygotowano 4 partie próbek scharakteryzowane w tabeli 1.

Badaniom wytrzymałości doraźnej na ścinanie poddawano po 6 próbek wybranych losowo z każdej partii (pozostałe próbki przeznaczono do badań wytrzymałości długotrwałej). Wyznaczona wytrzymałość doraźna połączeń (P_n) była średnią arytmetyczną wyników dotyczących wszystkich 6 próbek danej partii. Dodatkowo określano przedziały ufności metodą Studenta—Fishera zachowując poziom ufności $\alpha = 0,95$. Pozwoliło to na taki dobór obciążeń do badań długotrwałych, aby ich wartości nie mieściły się w wyznaczonych przedziałach ufności.

Badaniom wytrzymałości długotrwałej poddawano jednocześnie 5 próbek, przy czym każdą umieszczano w oddzielnym aparacie (rys. 3). Za pomocą odpowiedniego ściśnięcia sprężyny o znanej charakterystyce (zależności siły od ugięcia), znajdującej się w aparacie, przykładano siłę obciążającą. Aparaty umieszczano w suszarce laboratoryjnej z wymuszonym obiegiem powietrza w celu uzyskania założonej temperatury badań. Wszystkie próbki badano pod obciążeniem wynoszącym 0,6 średniego obciążenia niszczonego (0,6 wartości

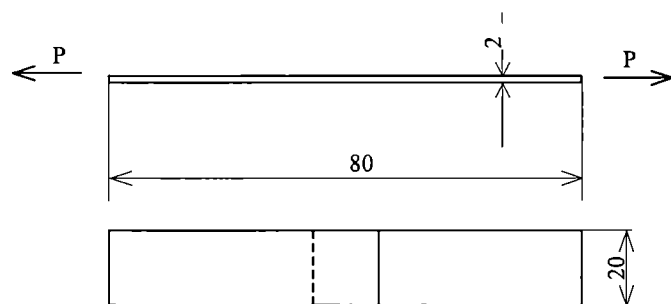


Rys. 3. Aparat do określania wytrzymałości długotrwałej klejowych połączeń zakładkowych: 1 i 3 — pokrywy, 2 — tuleja dystansowa, 4 — sprężyna, 5 — śruby zabezpieczające, 6 — śruba, 7 — tuleja oporowa, 8 i 10 — uchwyty do mocowania próbki, 9 — badana próbka
Fig. 3. Apparatus for long-lasting strength of glue lap joints determination: 1 and 3 — bonnets, 2 — distance sleeve, 4 — spring, 5 — lock screws, 6 — bolt, 7 — buffer sleeve, 8 and 10 — holders fastening the sample, 9 — sample

P_n , zamieszczonych w tabeli 1), z tym że próbki, których spoiny utwardzono jednostopniowo badano w temp. 30°C, a próbki ze spoinami utwardzonymi dwustopniowo — w temp. 60°C.

Pełzanie

W celu wyjaśnienia stwierdzonej przyczyny braku proporcjonalności między wytrzymałością na ścinanie kleju „Epidian 57” a jego wytrzymałością długotrwałą (por. Wyniki i ich omówienie) określono odporność na pełzanie kleju w zależności od sposobu jego utwardzania. Stosowano przy tym płaskie próbki odlewane w formkach teflonowych (rys. 4).



Rys. 4. Próbkki stosowane do badań odporności na pełzanie i sposób ich obciążenia

Fig. 4. Samples used for creep resistance investigation and the way of loading them

Pomiary odkształceń prowadzono w specjalnym przyrządzie [11] umożliwiającym zachowanie stałej wartości obciążenia podczas doświadczeń. W celu zapewnienia niezbędnych warunków temperaturowych, przyrząd wraz z próbką umieszczano w suszarce laboratoryjnej z wymuszonym obiegiem powietrza.

Odształcenia próbek utwardzanych dwustopniowo badano pod obciążeniami wywołującymi następujące naprężenia:

$\sigma = 10$ MPa w temp. 50, 60 i 70°C,
 $\sigma = 7,5$ MPa w temp. 70°C,
 $\sigma = 12,5$ MPa w temp. 70°C.

Natomiast próbki utwardzane jednostopniowo badano w warunkach naprężenia $\sigma = 10$ MPa w temp. 50°C (wyższej temperatury nie stosowano, aby uniknąć dodatkowego sieciowania kleju).

Próba pełzania trwała do 6,5 h. W początkowym jej okresie pomiary wykonywano co 10 min, a następnie w dłuższych odstępach czasu, stosownie do szybkości narastania odkształceń próbek. Odkształcenie, mierzone bezpośrednio po obciążeniu próbki, traktowano jako jej odkształcenie sprężyste.

Rozciąganie

Do badania rozciągania użyto identycznych próbek jak w ocenie pełzania. Badania te prowadzono w temperaturze pokojowej w maszynie wytrzymałościowej własnej konstrukcji. To skomputeryzowane urządzenie było wyposażone w ekstensometr do pomiaru wydłużenia oraz precyzyjny czujnik określający wartość siły rozciągającej.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Jak wynika z tabeli 1 próbki, których powierzchnie trawiono, charakteryzowała większa wytrzymałość do rażna w porównaniu z próbkami, których powierzchnie piaskowano. W badaniach wytrzymałości długotrwałej „Epidian 57” utwardzany dwustopniowo wykazał zdecydowanie większą zdolność do przenoszenia obciążeń w wyższej temperaturze w porównaniu z tym samym klejem utwardzonym jednostopniowo. Nie wynika to jednak bezpośrednio z rysunków 5—8 obrazujących rezultaty tych badań, ponieważ partie 2 i 4 utwardzane dwustopniowo oceniano w temp. 60°C, a partie utwardzane jednostopniowo — w temp. 30°C; konieczność takiego obniżenia temperatury była spowodowana zbyt małą wytrzymałością długotrwałą po utwardzeniu jednostopniowym.

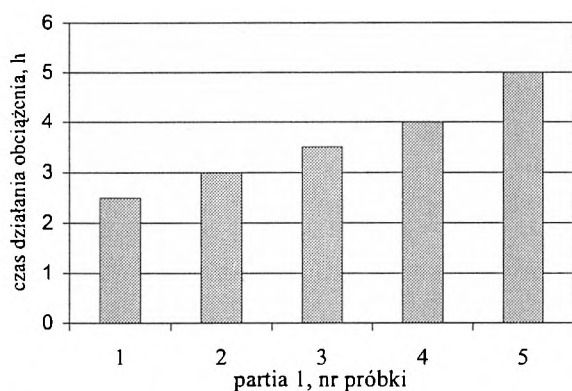
Tabela 1. Charakterystyka próbek zakładkowych i ich wytrzymałość doraźna (P_n)

Table 1. Characteristic of the overlap samples and their shear strength (P_n)

Nr partii	Przygotowanie próbek	P_n, N
1	Blachy piaskowane, spoiny utwardzane jednostopniowo ^{*)}	2440±164
2	Blachy piaskowane, spoiny utwardzane dwustopniowo ^{**)}	2297±149
3	Blachy trawione, spoiny utwardzane jednostopniowo ^{*)}	2690±319
4	Blachy trawione, spoiny utwardzane dwustopniowo ^{**)}	3170±241

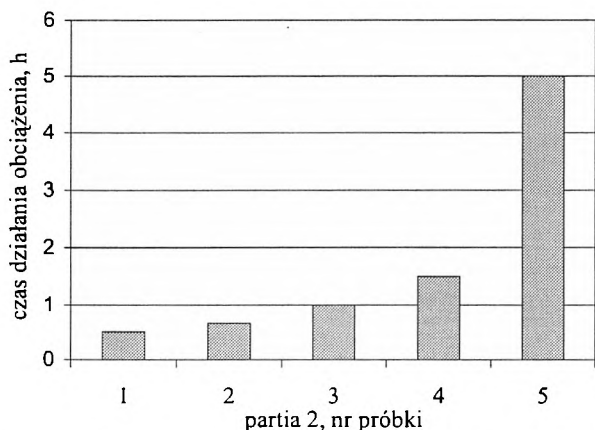
^{*)} Utwardzanie w ciągu 7 dób w temperaturze otoczenia.

^{**)} Utwardzanie w ciągu 12 h w temperaturze otoczenia + 6 h w temp. 80°C.



Rys. 5. Wytrzymałość długotrwała partii 1 (por. tabela 1) w temp. 30°C pod obciążeniem 0,6 P_n

Fig. 5. Long-lasting strength of lot No 1 (see Table 1) at temperature 30°C, under loading 0.6 P_n

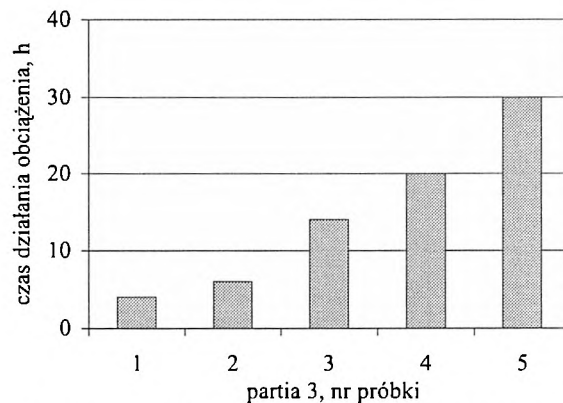


Rys. 6. Wytrzymałość długotrwała partii 2 (por. tabela 1) w temp. 60°C pod obciążeniem 0,6 P_n

Fig. 6. Long-lasting strength of lot No 2 (see Table 1) at temperature 60°C, under loading 0.6 P_n

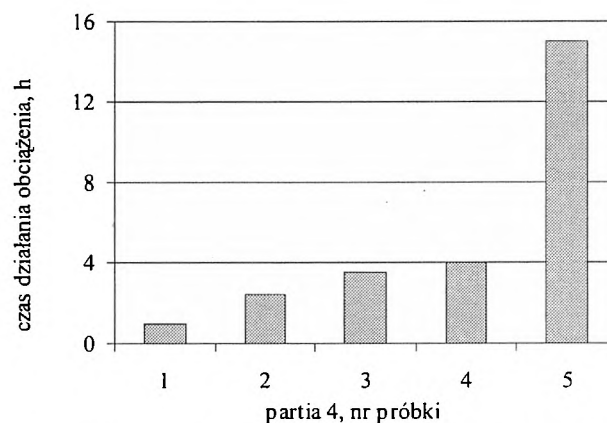
W celu upewnienia się, że utwardzany dwustopniowo „Epidian 57” wykazuje większą wytrzymałość długotrwałą wykonaliśmy dodatkowe doświadczenie,

w którym próbki partii 2 obciążano siłami równymi 0,6 P_n w temp. 50°C (rys. 9), a więc o 10°C niższej niż na rys. 6. Jak widać, już to niewielkie obniżenie temperatury znacznie zwiększyło wytrzymałość długotrwałą.



Rys. 7. Wytrzymałość długotrwała partii 3 (por. tabela 1) w temp. 30°C pod obciążeniem 0,6 P_n

Fig. 7. Long-lasting strength of lot No 3 (see Table 1) at temperature 30°C, under loading 0.6 P_n

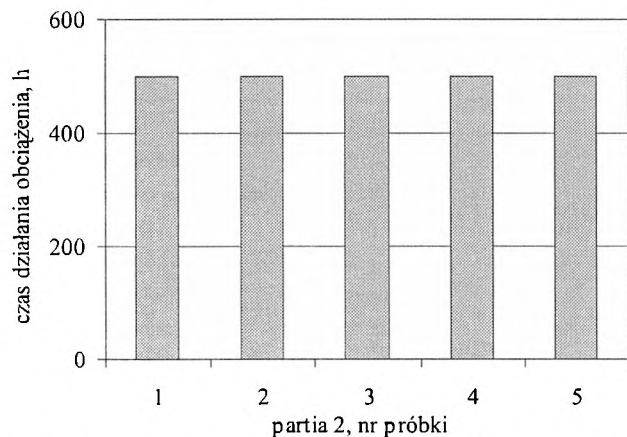


Rys. 8. Wytrzymałość długotrwała partii 4 (por. tabela 1) w temp. 60°C pod obciążeniem 0,6 P_n

Fig. 8. Long-lasting strength of lot No 4 (see Table 1) at temperature 60°C, under loading 0.6 P_n

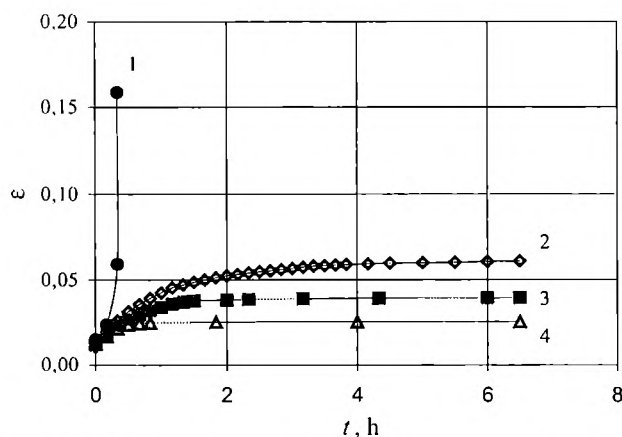
Potwierdza to więc jednoznacznie lepszą wytrzymałość długotrwałą „Epidianu 57” utwardzanego dwustopniowo, a tym samym brak jakiegokolwiek zależności między wytrzymałością doraźną tego kleju (partia 2 ma najmniejszą wartość P_n spośród wszystkich czterech badanych partii), a jego wytrzymałością długotrwałą. Ponadto z porównania rys. 6 i 9 wynika, że temperatura w istotny sposób wpływa na wytrzymałość długotrwałą badanego kleju (zniszczenie połączeń obciążanych w temp. 50 °C lub 60 °C następuje, odpowiednio, po upływie 500 h lub 0,5–5 h).

Nasze badania wykazały również, że omawiany klej epoksydowy utwardzany jednostopniowo za pomocą



Rys. 9. Wytrzymałość długotrwała próbek zakładkowych klejonych „Epidianem 57” (partia 2)

Fig. 9. Long-lasting strength of lap samples glued with Epidian 57 (lot No 2)

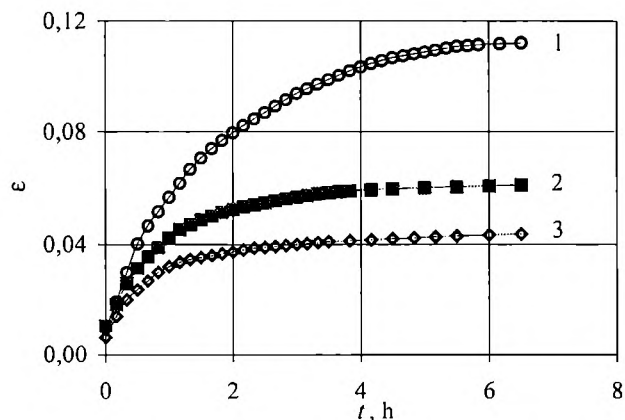


Rys. 10. Wpływ temperatury na przebieg krzywych pelzania „Epidianu 57” utwardzanego jednostopniowo (krzywa 1) lub dwustopniowo (krzywe 2—4) pod stałym obciążeniem (wywołującym stałe naprężenie $\sigma = 10$ MPa): 1 — 50°C, 2 — 70°C, 3 — 60°C, 4 — 50°C

Fig. 10. The effect of temperature on the creep curves courses of one-step hardened (curve 1) or two-step hardened (curves 2 — 4) Epidian 57 under constant loading (causing constant stress $\sigma = 10$ MPa): 1 — 50°C, 2 — 70°C, 3 — 60°C, 4 — 50°C

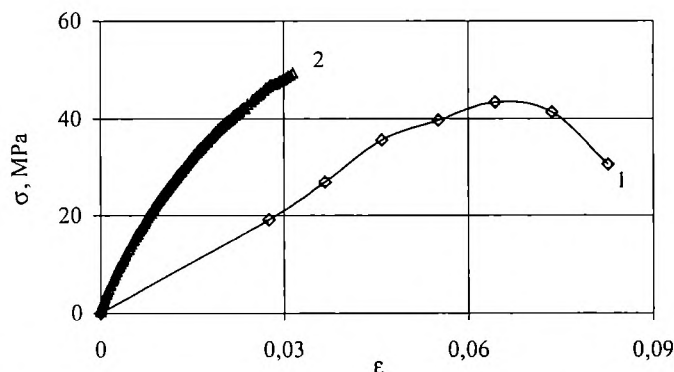
TETA jest mniej odporny na pelzanie niż utwardzany dwustopniowo (rys. 10). Jest to prawdopodobnie spowodowane większym stopniem usieciowania tworzywa w procesie dwustopniowym albo niezakończonym sieciowaniem w wariantcie jednostopniowym wyłącznie w temperaturze otoczenia. Wzrost temperatury działania obciążenia powoduje oczywiście bardziej wyraźne pelzanie. Równie oczywiste jest to, że pelzanie nasila się ze zwiększaniem naprężenia obciążającego (rys. 11).

Krzywe rozciągania badanego kleju utwardzanego różnymi metodami przedstawia rys. 12. Z przebiegu tych krzywych widać, że właściwości mechaniczne badanego kleju zależą od sposobu utwardzania. „Epidian



Rys. 11. Zależność przebiegu krzywych pelzania „Epidianu 57” utwardzanego dwustopniowo od naprężenia σ w stałej temp. $T = 70^\circ\text{C}$; σ : 1 — 12,5 MPa, 2 — 10 MPa, 3 — 7,5 MPa

Fig. 11. Dependence of the creep curves courses of two-step hardened Epidian 57 on the stress σ at constant temperature $T = 70^\circ\text{C}$; σ : 1 — 12.5 MPa, 2 — 10 MPa, 3 — 7.5 MPa



Rys. 12. Krzywe rozciągania „Epidianu 57” utwardzanego jednostopniowo (krzywa 1) i dwustopniowo (krzywa 2)

Fig. 12. Tension curves of one-step hardened (curve 1) and two-step hardened (curve 2) of Epidian 57

57” utwardzany jednostopniowo (krzywa 1) wykazuje mniejsze wartości naprężenia niszcącego oraz modułu sprężystości wzdłużnej niż utwardzany dwustopniowo. Takie właściwości powodują, że wytrzymałość na ścinanie próbek tego kleju utwardzanych obydwiema metodami jest porównywalna. Wynika to z następującej znacznej zależności dotyczącej spoiny klejowej [12]:

$$P = A \frac{\sigma_n}{\sqrt{E_k}} \quad (2)$$

gdzie: P — wytrzymałość na ścinanie, σ_n — wartość naprężenia niszczących, E_k — wartość modułu sprężystości wzdłużnej, A — stała uwzględniająca m.in. wymiary spoiny klejowej, grubość łączonych elementów i ich właściwości mechaniczne.

Zatem zmniejszenie wartości modułu sprężystości wzdłużnej kleju zwiększa jego wytrzymałość na ścinanie w połączeniach zakładkowych. W związku z tym

jest możliwe, że klej nie w pełni usieciowany, a tym samym o małej wartości E_k , może wykazywać stosunkowo dużą wytrzymałość doraźną i małą wytrzymałość długotrwałą. Najprawdopodobniej z takim zjawiskiem mamy do czynienia w utwardzanych połączeniach z „Epidianu 57”.

Podobne zjawisko stwierdziliśmy podczas badań klejowych mas regeneracyjnych [13]: niestechiometryczny dobór składników materiału „Belzona 1221” umożliwił uzyskanie bardzo dobrej wytrzymałości na ścinanie tej masy regeneracyjnej w połączeniu zakładkowym, co wynikało z niewielkiej wartości jej modułu sprężystości wzdłużnej.

WNIOSKI

— Układ klej epoksydowy „Epidian 57” + TETA, utwardzany jednostopniowo w temperaturze otoczenia, charakteryzuje w porównaniu z takim samym klejem utwardzanym dwustopniowo podobna wytrzymałość doraźna, lecz znacznie mniejsza wytrzymałość długotrwała. Jest to prawdopodobnie spowodowane niecałkowitym usieciowaniem spoiny w warunkach utwardzania jednostopniowego. W związku z tym do wykonywania połączeń konstrukcyjnych można polecać ten klej jedynie wtedy, gdy jest możliwe zastosowanie utwardzania dwustopniowego.

— Zjawisko ograniczonej wytrzymałości długotrwałej połączeń klejowych przypuszczalnie wiąże się przede wszystkim z pełzaniem spoin klejowych w obszarze stosunkowo niskiej temperatury.

— Badania wytrzymałości doraźnej klejów nie mogą być jedynym kryterium oceny użyteczności połączeń konstrukcyjnych na ich podstawie, ponieważ jedynie w ograniczonej mierze charakteryzują ich właściwości. Zakres badania klejów konstrukcyjnych powinien więc

być ściśle związany z warunkami pracy projektowanego połączenia.

LITERATURA

1. Cagle Ch. V.: „Kleje i klejenie”, WNT, Warszawa 1977.
2. Sikora R.: „Tworzywa epoksydowe w naprawie maszyn”, WNT, Warszawa 1971.
3. Smal T.: „Badanie klejowych mas regeneracyjnych dla potrzeb napraw polowych sprzętu wojskowego”, praca doktorska, WAT, Warszawa 2000.
4. Ptakowska-Wyżanowicz H.: „Klejenie metali”, PWT, Warszawa 1961.
5. Godzimirski J.: *Wojskowy Przegląd Techniczny* 1984, 17, nr 4, 146.
6. Godzimirski J.: *Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń* 1998, 22, nr 3, 5.
7. Frejdin S.: „Prochnost’ i dolgovechnost’ kleevykh soedinenii”, Izd. Khimiya, Moskwa 1971.
8. Godzimirski J., Kozakiewicz J., Łunarski J., Zielecki W.: „Konstrukcyjne połączenia klejowe elementów metalowych w budowie maszyn”, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 1997.
9. Ashby M. F., Jones D. R. H.: „Materiały inżynierskie — właściwości i zastosowania”, WNT, Warszawa 1995.
10. Prawdzińska L., Zygmund H.: „Kleje — informator” Biuro Wydawnicze Chemia, Warszawa 1977.
11. Godzimirski J., Rośkowicz M.: *Biul. WAT* 2001, 50, nr 8, 59.
12. Godzimirski J.: „Analiza wytrzymałości połączeń klejowych elementów metalowych obciążonych statycznie”, rozprawa habilitacyjna, WAT, Warszawa 1988.
13. Godzimirski J., Kowalczyk S.: *Biul. WAT* 1996, 45, nr 2, 97.

Otrzymano 16 VIII 2001 r.