ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program:	N 2301	Strojní inženýrství
Studijní zaměření:	3911T016	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vliv korozního prostředí na únavu lepených spojů

Autor: **Bc. Jakub VESELÝ**

Vedoucí práce: **Doc. Dr. Ing. Antonín KŘÍŽ**

Akademický rok 2014/2015

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr magisterského studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne: . . . . . .

. . . . . .

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	**Příjmení** Veselý	**Jméno** Jakub
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“	
VEDOUCÍ PRÁCE	**Příjmení (včetně titulů)** Doc. Dr. Ing. Kříž	**Jméno** Antonín
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST - KMM	
DRUH PRÁCE	~~**BAKALÁŘSKÁ**~~	**DIPLOMOVÁ**	**Nehodící se škrtněte**
NÁZEV PRÁCE	Vliv korozního prostředí na únavu lepených spojů	

FAKULTA	strojní		**KATEDRA**	KMM		**ROK ODEVZD.**	2015

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	100		**TEXTOVÁ ČÁST**	78		**GRAFICKÁ ČÁST**	22

ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Diplomová práce obsahuje obecnou teorii o únavě kovových polykrystalických materiálů, jejich zkoušení a důsledcích. Teoretická část se dále věnuje únavě obecně, únavě lepených spojů, dále pak samostatně korozi a teorii lepení. Praktická část popisuje postup přípravy spojů, metodiku testování a obsahuje zpracované výsledky z jednotlivých statických a únavových zkoušek lepených přeplátovaných spojů vytvořených jednosložkovým akrylátovým lepidlem a lepidlem na bázi MS polymeru s různou dobou expozice. Zpracované výsledky se skládají z výsledků naměřených ve standardním a ve dvou různých korozních prostředí.
KLÍČOVÁ SLOVA	Lepidlo, lepený spoj, koroze, únavová pevnost, únava materiálu, Wöhlerova křivka, cyklické zatěžování, trhlina.

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	**Surname** Veselý	**Name** Jakub	
FIELD OF STUDY	3911T016 „Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
SUPERVISOR	**Surname (Inclusive of Degrees)** Doc. Dr. Ing. Kříž	**Name** Antonín	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	~~**BACHELOR**~~	**DIPLOMA**	**Delete when not applicable**
TITLE OF THE WORK	Effect of Corrosive Environment on Fatigue Bonded Joints		

FACULTY	Mechanical Engineering		**DEPARTMENT**	Material Science and Technology		**SUBMITTED IN**	2015

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	100		**TEXT PART**	78		**GRAPHICAL PART**	22

TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	Diploma thesis contains a general theory of fatigue metallic polycrystalline materials, its testing and consequences. The theoretical part also focuses on fatigue generally, fatigue of bonded joints, then separately corrosion and bonding theory. The practical part describes the procedure for joint preparation, testing methodology and it contains processed results from the individual static and fatigue tests of bonded lap joints with single-component acrylate adhesive and with adhesive based on MS polymer with different exposure times. Processed results consist of results obtained in standard environment and in two different corrosive environments.
KEY WORDS	Adhesive, bonded joint, corrosion, fatigue strength, material fatigue, Wöhler curve, cyclic loading, crack.

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval konzultantovi mé diplomové práce panu Ing. Petru Benešovi, Ph.D. především za příkladné vedení, podmětné rady a cenné připomínky.

Dále děkuji mému vedoucímu panu Doc. Dr. Ing. Antonínu Křížovi za důležité informace související s realizací této práce. Na závěr bych rád poděkoval zaměstnancům společnosti Exova, za poskytnutí odborné pomoci při zpracování experimentální části diplomové práce.

Obsah

Přehled použitých zkratek a symbolů 9
Historie 10
1. Obecná teorie únavy kovových materiálů 11
1.1. Stádia vzniku únavového porušení 12
1.1.1. První stádium: Změna mechanických vlastností 12
1.1.2. Druhé stádium: Nukleace únavových mikrotrhlin 13
1.1.3. Třetí stádium: Šíření únavové trhliny 14
1.2. Lomová plocha 14
1.3. Ekonomické dopady únavy 15
2. Úvod do teorie lepení 15
3. Únava lepených spojů 16
3.1. Charakteristika a specifičnost únavy lepených spojů 16
3.1.1. Další typy testování lepených spojů 18
3.2. Metody měření a vyhodnocování dle ČSN EN ISO 9664 20
3.2.1. Schodišťová metoda (Dixonova a Moodsova metoda) 20
3.2.2. Metoda reklasifikace údajů 21
3.3. Normy, normativní ustanovení 22
3.3.1. ČSN EN ISO 9664 22
3.3.1.1. Podstata zkoušky 22
3.3.1.2. Zkušební zařízení 24
3.3.1.3. Zkušební tělesa 24
3.3.1.4. Zkušební podmínky a přesnost výsledků 24
4. Koroze a degradace polymerů 25
4.1. Fyzikálně mechanické jevy v lepených spojích, způsoby degradace lepidel 25
4.1.1. Degradanty 26
4.1.1.1. Kyslík 26
4.1.1.2. Ozon 26
4.1.1.3. UV-záření 26
4.1.1.4. Voda 27
4.1.1.5. Biologičtí činitelé 27
4.2. Mechanismy, způsobující nevratné změny mechanických vlastností lepidel 27

4.3. Úprava povrchu kovového adherendu 28
4.4. Přírodní a zrychlené stárnutí 29
4.5. Vliv solné mlhy 29
5. Cíle experimentu 32
6. Materiál adherendu 32
7. Lepidla použitá v experimentální části 32
7.1. Loctite F246 32
7.2. Teroson MS 9220 33
8. Zkušební zařízení 34
8.1. Zwick/Roell Z005 34
8.2. Instron 8801- K6620 35
9. Korozní prostředí 35
9.1. První korozní prostředí (100% vlhkost, 40 °C) 36
9.2. Druhé korozní prostředí (Neutrální solná mlha) 36
9.2.1. Příprava roztoku chloridu sodného 36
9.2.2. Úprava pH 37
9.2.3. Doba trvání zkoušky 37
10. Metodika zkoušení 38
10.1. Inspekce vzorků 38
10.2. Zkušební únavové metody 38
10.2.1. Testovací metoda pro Teroson MS 9220 39
10.2.1.1. Způsob určování hladin napětí pro lepidlo Teroson MS 9220 40
10.2.2. Testovací metoda pro Loctite F246 40
10.3. Zkušební podmínky 40
10.4. Příprava experimentálních vzorků 41
10.4.1. Příprava vzorků s lepidlem Teroson MS 9220 42
10.4.2. Příprava vzorků s lepidlem Loctite F246 45
11. Výsledky 47
11.1. Statické testy 47
11.1.1. Loctite F246 48
11.1.2. Teroson MS 9220 53
11.1.3. Souhrn výsledků standardních statických testů 57
11.1.4. Výsledky statických testů, které byly vystaveny koroznímu prostředí 58
11.1.5. Vliv délky přeplátování na statickou pevnost ve smyku 59

11.2. Dynamické testy 62
11.2.1. Loctite F246 62
11.2.1.1. Wöhlerova křivka tvořená korozním prostředím neovlivněnými vzorky 62
11.2.1.2. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v prvním korozním prostředí 63
11.2.1.3. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v druhém korozním prostředí 65
11.2.1.4. Sumarizace výsledků z únavových zkoušek pro lepidlo Loctite F246 67
11.2.2. Teroson MS 9220 68
11.2.2.1. Wöhlerova křivka tvořená korozním prostředím neovlivněnými vzorky 68
11.2.2.2. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v prvním korozním prostředí 69
11.2.2.3. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v druhém korozním prostředí 70
11.2.2.4. Sumarizace výsledků z únavových zkoušek pro lepidlo Teroson MS 9220 . 71
12. Diskuse výsledků 72
12.1. Diskuse výsledků - lepidlo Loctite F246 72
12.2. Diskuse výsledků - lepidlo Teroson MS 9220 74
13. Závěr 76
Citovaná literatura 77
Seznam příloh 79
Příloha 1. Loctite F246 - běžné podmínky 79
Příloha 2. Loctite F246 - 100% vlhkost 82
Příloha 3. Loctite F246 - 5% NaCl 85
Příloha 4. Teroson MS 9220 - běžné podmínky 90
Příloha 5. Teroson MS 9220 - 100% vlhkost 94
Příloha 6. Teroson MS 9220 - 5% NaCl 97

Přehled použitých zkratek a symbolů

Označení	Jednotka	Význam
R_m	[MPa]	mez pevnosti;
t	[s]	čas;
F	[N, kN]	působící síla;
F_{max}	[N, kN]	působící maximální síla;
S	[mm^2, m^2]	celková plocha spoje;
S_0	[mm^2, m^2]	skutečná plocha zpolymerizovaného lepeného spoje;
τ	[MPa]	smykové napětí;
τ_{max}	[MPa]	maximální smykové napětí;
τ_{min}	[MPa]	minimální smykové napětí;
τ_m	[MPa]	střední smykové napětí;
τ_D (N_F)	[MPa]	časovaná mez únavy[1];
r. v.	[%]	relativní vlhkost;
pH	[-]	kyselost;
Ra	[μm]	drsnost povrchu (střední aritmetická úchylka);
dsp	[-]	jednotka označující koncentraci přísady v kaučukové směsi, počet hmotnostních dílů přísady připadající na 100 hmotnostních dílů kaučuku;
S/N		křivka v osách napětí/počet cyklů (Stress amplitude - S / Cycles to Failure - N);
ČSN		česká technická norma;
Životnost (N)		počet kmitů napětí, kterými je těleso zatěžováno, dokud není dosaženo zvoleného ukončení zkoušky;
Kmit napětí		nejkratší úsek funkce napětí/čas, který se opakuje v pravidelných intervalech[2].

[1] Hodnota kmitavého smykového napětí v oblasti časované pevnosti, odpovídající životnosti N kmitů.

[2] Sinusoidní tvar (viz obr. 1) s pulzujícím nebo míjivým smykovým napětím.

Historie

Wilhelm August Julius Albert (1787-1846) byl německý těžař, který jako první v roce 1829 pozoroval a zaznamenával únavové vlastnosti kovových materiálů. Všechna svá měření prováděl na řetězech pro těžní věže. Jedná se o první záznamy únavy kovových materiálů vůbec. Vynalezl stroj, který byl schopen opakovaně zatěžovat zkoumaný vzorek. Výsledkem jeho snažení bylo zjištění, že únava nebyla spojena s náhodným přetížením, ale závisí na velikosti zatížení a na počtu cyklů.

V roce 1839 se poprvé objevuje termín "únava" v knize o mechanice od Francouze Jean-Victor Poncelet (1788-1867). Poncelet byl významným francouzským inženýrem a matematikem. Jeho nejznámější práce byla v projektivní geometrii v souvislosti s Feuerbachského teorémem.

V roce 1945 M. A. Miner zpopularizoval model pro zjišťování poruch materiálů způsobené únavou, který již v roce 1924 navrhoval A. Palmgren. Minerovo pravidlo je dodnes jednou z nejvýznamnějších teorií lineární kumulace poškození.

Německý inženýr August Wöhler (1819-1914) se proslavil zejména pro své experimenty a objevy v oblasti únavy kovových materiálů, jež nesly charakteristické prvky vlakových náprav. Spolu s Williamem Fairbairnem prováděli první systematické studium únavy železničních kol a navrhli tzv. S-N křivku. První zmínka o možné mezi únavy (10^6 až 10^7 cyklů) byla již v roce 1860.

Dalším významným datem je rok 1968, kdy M. Matsuishi a T. Endo navrhli metodu Rain-flow, metodu stékajícího deště. Tato metoda je dodnes hojně využívána v inženýrské praxi a je založena na cyklické plasticitě, kde se na růstu trhliny podílejí pouze některé půlkmity [9].

1. Obecná teorie únavy kovových materiálů

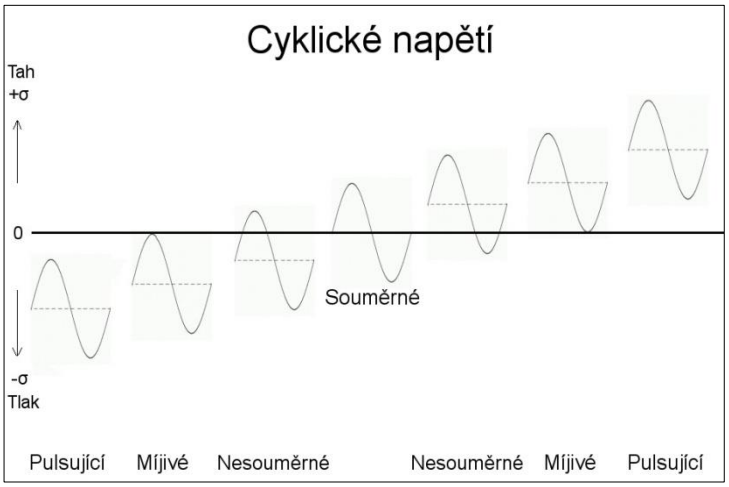
Poruchy, způsobené mechanickou únavou materiálu (únavový lom), se vyvíjejí s postupem času při opakovaném zatěžování. Jedná se o časově proměnlivé zatěžování napětími, která jsou značně nižší než mez pevnosti, případně i mez kluzu materiálu, a jsou svojí povahou progresivní. Rozdíl oproti poruchám způsobené přetížením je ten, že se únava materiálu neprojevuje ihned po aplikaci určitého napětí. Únavový lom řadíme do kategorie časově závislých, vizuálně křehkých lomů. Vzniká vždy v určitém koncentrátoru napětí (nepatrná prasklina, trhlina, vměstek, vrub). Takovýto koncentrátor se v průběhu dalšího zatěžování materiálu zvětšuje do doby, kdy již zbylý průřez dané části nedokáže odolávat stále se zvětšujícímu napětí a dojde k porušení součásti. Prvotní trhlinky vznikají v bodech, kde se napětí koncentruje. Tyto body se mohou nalézat téměř na všech strojních součástech a lokální napětí je zde vyšší než celkové zatížení na danou součást [2], [3].

Činitelé ovlivňující únavovou životnost materiálu při cyklickém zatěžování:

- vruby;
- kvalita povrchu (zpevnění, povlaky);
- frekvence zatěžování;
- prostředí (koroze, vlhkost, teplota);
- pevnost materiálu;
- mikrostruktura;
- zbytkové napětí (tah, tlak, hlavně na povrchu součásti);
- stav napjatosti;
- způsob zatěžování.

Délka nukleačního stádia vzniku únavové trhliny a tím i celková únavová životnost velmi závisí na stavu povrchové vrstvy. Mezi činitele, které nukleační stádium prodlužují, patří: zbytková tlaková napětí, odlišné prvkové a fázové složení povrchové vrstvy nebo deformační zpevnění povrchové vrstvy. Naopak k činitelům, kteří toto stádium zkracují, řadíme: povrchové nerovnosti, vliv korozních prostředí nebo zbytková tahová napětí.

Únavové porušení může nastat při všech typech zatěžování. Tah, tlak, ohyb i krut. V reálných aplikacích pak povětšinou jejich vzájemnou kombinací. Při opakovaném zatěžování vznikají v materiálu napětí, která jsou následně příčinou elastických a plastických deformací. Na proměnné plastické deformaci je pak závislá únavová životnost materiálu. Tato deformace závisí hlavně na velikosti a časové posloupnosti amplitudy. Pokud se jedná o zatěžování, při kterém je stálá změna napětí a stejná zatěžovací frekvence, hovoříme o prostém cyklickém namáhání. Tento typ namáhání rozdělujeme do několika druhů dle vzájemného vztahu nejvyššího a nejnižšího napětí v cyklu. Jednotlivé typy ilustruje obr. 1.



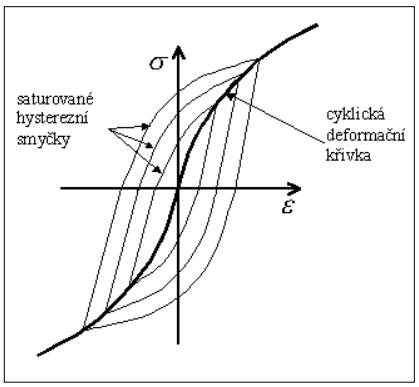
Obr.1: Průběh a označování jednotlivých druhů cyklického napětí.

1.1. Stádia vzniku únavového porušení

Hlavní stádia únavového porušení krystalických materiálů rozdělujeme na tři základní. Jsou to změna mechanických vlastností materiálu, následovaná nukleací a šířením únavové trhliny.

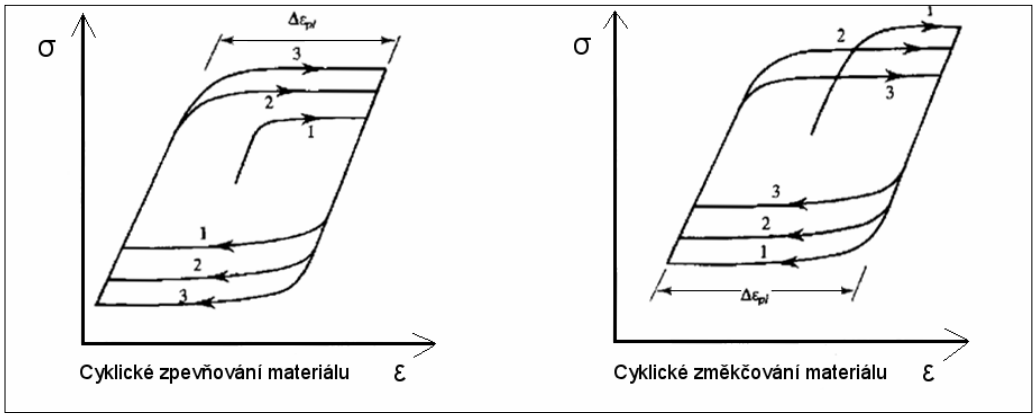
1.1.1. První stádium: Změna mechanických vlastností

K těmto změnám dochází prakticky okamžitě po vystavení dané součásti cyklickému namáhání a projevuje se změnou velikosti a tvaru hysterezní smyčky[3]. Součást se zpevňuje nebo změkčuje z důvodu změn v dislokační substruktuře až do určitého stavu nasycení. Tyto jevy ilustruje obr. 3. Dochází nejen k mechanickým změnám, ale také ke změně elektrických, magnetických i jiných fyzikálních vlastností. Charakteristické také je, že k těmto změnám dochází v celém objemu materiálu, a že jsou nejvýraznější na počátku cyklického zatěžování. V průběhu času pak intenzita těchto změn klesá, až zcela ustane [4].



Obr.2: Cyklická deformační křivka materiálu [5].

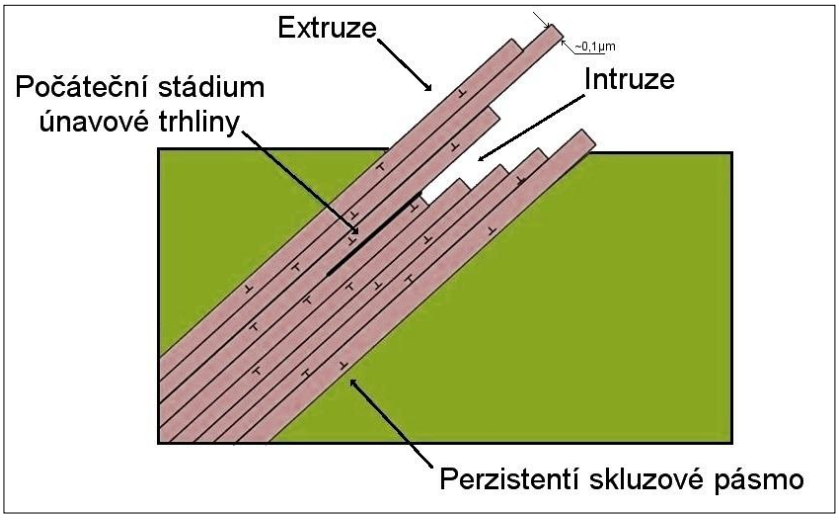
[3] Hysterezní smyčka zobrazuje závislost napětí na deformaci v průběhu určitého cyklu a charakterizuje úroveň cyklické plasticity.



Obr.3: Dva různé průběhy cyklických křivek.

1.1.2. Druhé stádium: Nukleace únavových mikrotrhlin

V tomto stádiu se lokalizují cyklické plastické deformace a následkem toho vznikají v materiálu perzistentní skluzové pásy[4]. V těchto pásech se lokalizuje plastická deformace a v místech jejich vyústění na povrch vznikají tzv. perzistentní skluzové stopy charakterizované vyvýšeninami a prohlubněmi, které vznikají (a zvětšují se) v průběhu zatěžování viz obr. 4. Takovéto vyvýšeniny a zejména pak prohlubně se stávají koncentrátory napětí, ve kterých se poté iniciují poruchy soudržnosti povrchu. Takto rozrušený povrch se stává výchozí oblastí pro vznik únavové trhliny [4].

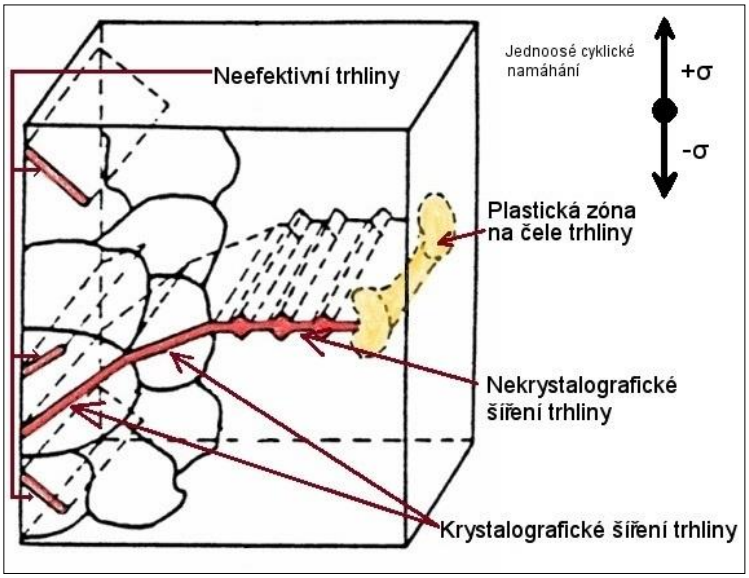


Obr.4: Ilustrace iniciace únavové trhliny.

[4] Perzistentní skluzové pásy (PSP) jsou oblasti s nízkou hustotou dislokací, které jsou oddělené dislokačními stěnami s vysokou hustotou dislokací.

1.1.3. Třetí stádium: Šíření únavové trhliny

Povrchové mikrotrhliny jsou zpravidla iniciovány v jednom zrnu polykrystalického materiálu a v tomto zrnu se také šíří. Šíření těchto trhlin (vytvořených během nukleačního stádia) probíhá ve skluzových rovinách s maximálním smykovým napětím. V průběhu času rostou podél těchto skluzových rovin dále do hloubky. Tuto etapu nazýváme prvním stádiem krystalografického šíření. Následným šířením a přechodem do dalších zrn pokračuje růst zpravidla podél významných krystalografických rovin, avšak trhlinky se začínají vychylovat z těchto skluzových rovin a stáčejí se do směru kolmého k hlavnímu tahovému napětí. Tuto fázi nazýváme druhým stádiem a jde o nekrystalografické šíření delších trhlin. Obě tyto fáze jsou znázorněny na obr. 5. V průběhu cyklického zatěžování trhlinky dále rostou a navzájem se propojují. Z nich se pak vytvoří jedna makroskopická integrální trhlina, na jejímž čele se vytváří cyklická plastická zóna a růst trhliny je řízen normálovými napětími [4].



Obr.5: Schematické naznačení šíření trhliny [6].

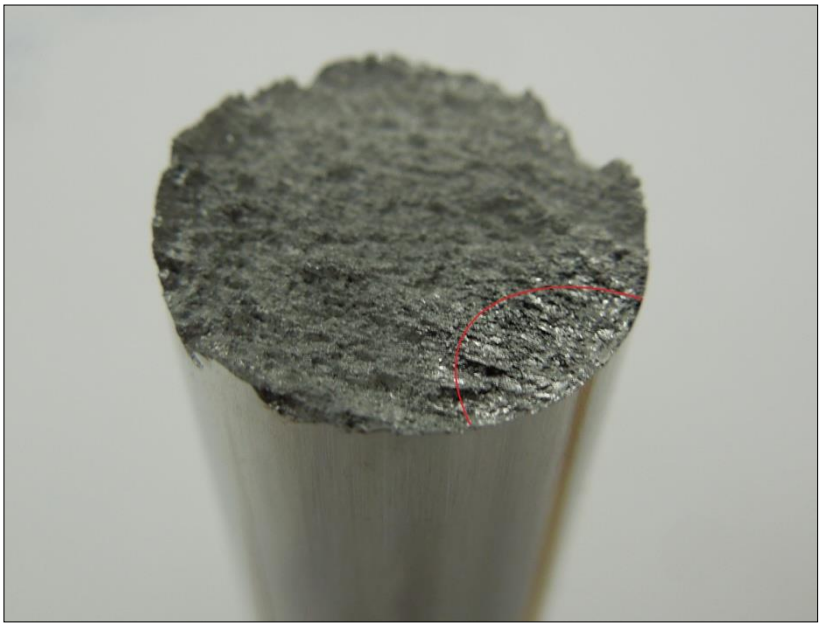
1.2. Lomová plocha

Typickou lomovou únavovou plochu u kovových materiálů lze na makroskopické úrovni rozdělit na tři hlavní oblasti. Těmi jsou:

- počátek vzniku trhliny - ohnisko;
- oblast, kde probíhal pozvolný růst trhliny - dynamický lom;
- oblast konečného dolomení - náhlé porušení.

Oblast počátku vzniku trhliny se obvykle nachází na povrchu součásti nebo na vnitřní nehomogenitě v místě koncentrace napětí. Oblast únavového porušování dělíme na úsek postupného rozvoje trhliny, která zaujímá majoritní plochu této oblasti a na úsek zrychleného rozvoje trhliny ležícím těsně před oblastí konečného dolomení. Lomová plocha má v této oblasti jemný vzhled, kde jsou často patrné postupové (růstové a odpočinkové) čáry. Tyto čáry vznikají v důsledku oxidace čela trhliny.

Povrch trhliny je navíc v důsledku rozevírání a zavírání trhliny z části otlačen a může být i vlivem tření okysličen. Velikost tohoto otlačení se směrem od oblasti dolomení k ohnisku zvětšuje. Poslední, třetí oblastí, je oblast konečného náhlého porušení. Tato oblast vzniká v okamžiku, kdy zeslabený průřez součásti již není schopen přenášet působící napětí. Takovýto dolom může být houževnatým, ale i křehkým lomem a to v závislosti na stavu materiálu, způsobu jeho namáhání a působícím prostředí [3].



Obr.6: Typický únavový lom iniciovaný na povrchu zkušebního vzorku hliníkové slitiny při cyklickém pulsujícím tahovém napětí s vyznačenou oblastí dynamického lomu.

1.3. Ekonomické dopady únavy

Únavovému namáhání je podrobena většina strojních součástí, proto se jedná o závažný hospodářský a technický problém. Uvádí se, že až 85 % havárií strojních dílů je způsobeno právě únavou. Z tohoto důvodu je velmi důležitá predikce únavové životnosti dílů. Jejich životnost navíc ovlivňuje velké množství již zmiňovaných faktorů [3].

2. Úvod do teorie lepení

Lepení je metoda spojování zpravidla dvou podobných, či rozdílných materiálů za použití látky, která je obvykle jiného typu, a která adhezí přilne k oběma povrchům. Podle normy DIN EN 923 je lepidlo definováno jako nekovová látka schopná adhezí spojit dva povrchy s určitou kohezní pevností. Jedná se o nejvíce univerzální techniku spojování materiálů vůbec. Prakticky všechny technické materiály mohou být touto technikou vzájemně spojeny. Technologie lepení nabízí rozsáhlou konstrukční flexibilitu, kterou lze integrovat do téměř všech dostupných průmyslových odvětví a to kusové i hromadné výroby. Velká většina původních přírodních materiálů byla k dnešku nahrazena synteticky připravovanými lepidly [1].

Lepidla jsou složena z filmotvorných makromolekulárních látek. Tyto látky mohou být přírodní nebo syntetické a vzájemně jsou spojeny chemickými vazbami, které vytvářejí trojrozměrnou prostorovou síť. Vlastnosti lepidel jsou výrazně závislé na tvaru makromolekul. Jde například o tepelnou odolnost či rozpustnost lepidel. Stupeň adheze je pak dán jejím složením. Tvar makromolekul, zejména jejich délka, má vliv na viskozitu, kohezi i adhezi lepidla.

3. Únava lepených spojů

Lepené spoje jsou stále častěji využívány v různých průmyslových odvětvích, a to díky jejich nenahraditelným vlastnostem oproti konvenčním způsobům spojovaní, mezi které řadíme svařování, pájení, nýtování a šroubování.

Výhody lepených spojů:

- možnost slepovat materiály různého druhu a tloušťky;
- minimální tepelné namáhání materiálu;
- nedochází k ovlivnění struktury ani k deformacím;
- rovnoměrnost rozdělení zatížení;
- vodotěsnost a plynotěsnost spojů;
- snížení hmotnosti konstrukce;
- tlumení vibrací a hluku;
- netřeba velké množství tepelné nebo tlakové energie.

Nicméně existuje několik aspektů bránící rozšířenějšímu používání těchto spojení. Jsou to:

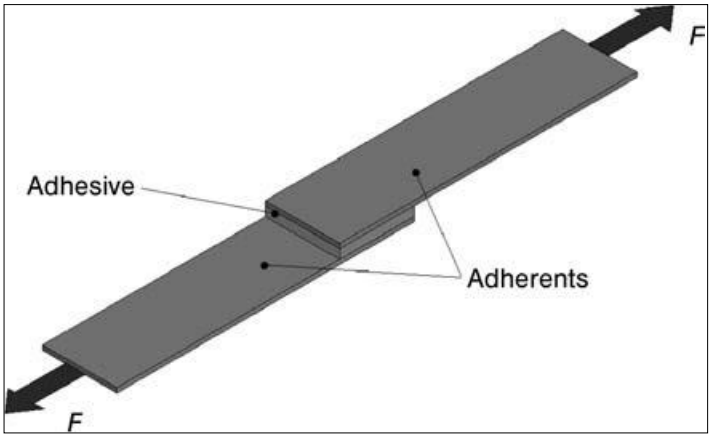
- nutnost důkladné přípravy stykových ploch před slepením;
- obtížná demontáž spojů;
- maximální pevnosti se dosahuje až po určité době;
- menší odolnost vůči vysokým teplotám;
- nevhodnost aplikace pro dlouhodobě agresivnější prostředí.

Skutečná životnost lepených spojů je ovlivněna a závisí na celé řadě faktorů jako jsou: vlastnosti lepidla, použitý materiál adherendů, okolní klimatické podmínky a stav povrchu těsně před slepením. Provozní podmínky se mohou výrazně lišit v závislosti na finální aplikaci lepeného spoje. Mechanické chování těchto spojů při únavovém zatěžování může být studováno čistě experimentálně, nebo kombinovaně spolu s numerickými metodami. Únavové testování je časově i finančně velmi nákladné. Právě peníze a čas jsou hlavními důvody, které vedou ke stále častějšímu využívání numerických metod modelování.

3.1. Charakteristika a specifičnost únavy lepených spojů

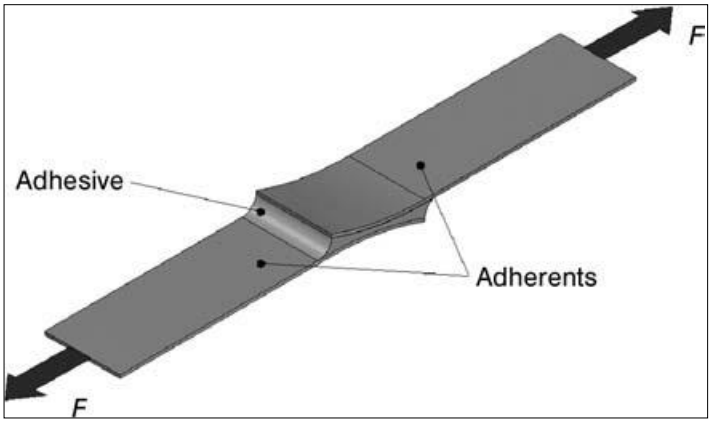
Skutečná smyková pevnost lepidel může být stanovena pouze v případech, kdy je spolehlivě zajištěno, že na lepený spoj během zatěžování nepůsobila normálová napětí. Tohoto stavu ale nelze dosáhnout v jednostranném spoji, který je tvořen z tenkých adherendů, a který je nejčastěji používán v průmyslu i na většinu standardních zkušebních těles. Takovýto druh spoje je vyobrazen na obr. 7. Síla, aplikovaná na zkušební těleso má vzhledem ke geometrii zkušebního tělesa excentrický účinek a slepené adherendy "rotují" jako následek ohybového momentu vyvolaného od osové síly jak je znázorněno na obr. 8. Díky této rotaci je působící napětí v lepeném spoji nerovnoměrně rozloženo. Největších napětí je dosaženo vždy

v blízkosti okrajů na obou koncích přeplátování, kde je spoj namáhán také na odlup. Proto není toto napětí uniformní ve směru zatěžování. Tato nerovnoměrnost je tím patrnější, čím jsou adherendy tenčí.



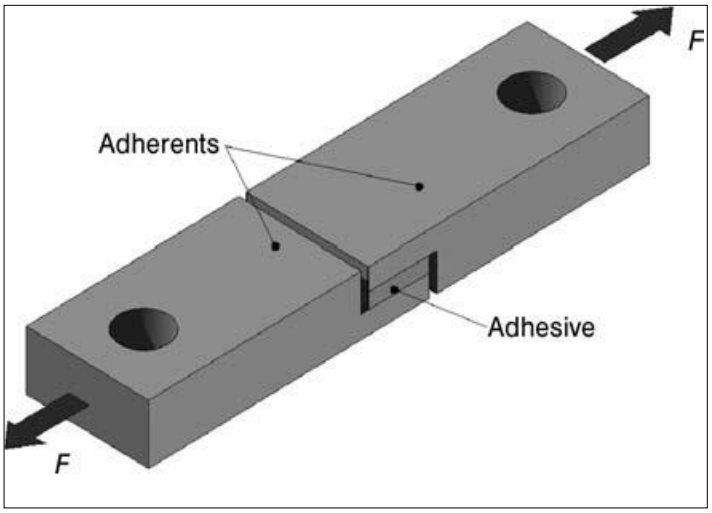
Obr.7: Geometrie vzorku namáhaného ve smyku tahem [1].

Z výše uvedeného vyplývá, že hodnota pevnosti ve smyku jednostranně lepeného spoje (při použití tenkých adherendů) není zcela přesná a není tak pravou hodnotou pevnosti ve smyku [1].



Obr.8: Typické chování jednostranně přeplátovaného spoje jako následek excentrického působení sil [1].

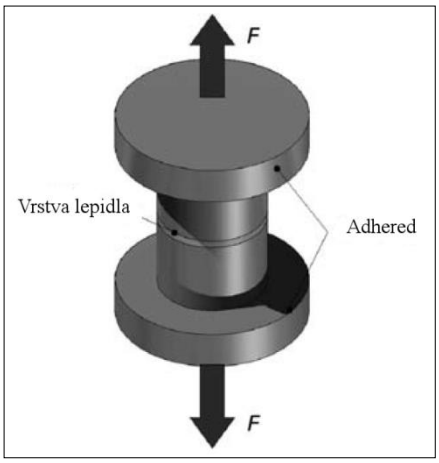
Pro minimalizaci vedlejších napětí, které mohou iniciovat a nepříznivě ovlivňovat výsledek zkoušky, a pro získání co možná nejrovnoměrnějšího rozložení smykového napětí se testování provádí na silných, tuhých vzorcích s krátkou délkou přeplátování, viz ilustrace níže.



Obr.9: Základní geometrie silné lepené sestavy [1].

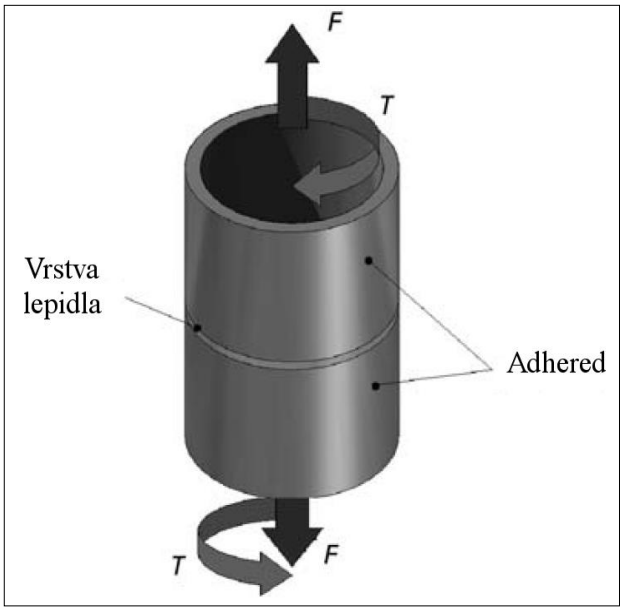
3.1.1. Další typy testování lepených spojů

Tupý spoj je charakteristický tím, že napětí je kolmé na směr aplikované síly. Typické uspořádání je znázorněno na níže uvedeném obrázku.



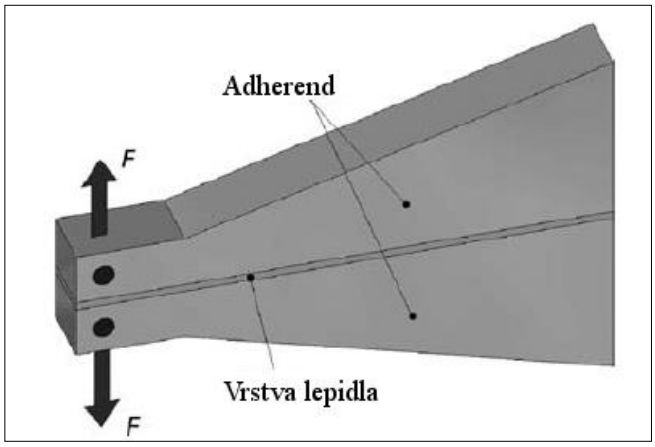
Obr.10: Základní geometrie tahové zkoušky (tupý spoj) [1].

Další typ lepeného vzorku je vyobrazen na obr. 11. Jedná se o zatěžování v krutu s přídavným tahovým namáháním. Tento typ testu blíže popisují normy ISO 110003-1 a ASTM E 229. Torzní smykové síly působící na lepidlo skrz kruhový vzorek vytváří obvodově rovnoměrné zatížení. Proto maximální napětí při porušení v daném lepidle reprezentuje pevnost lepidla ve smyku [1].



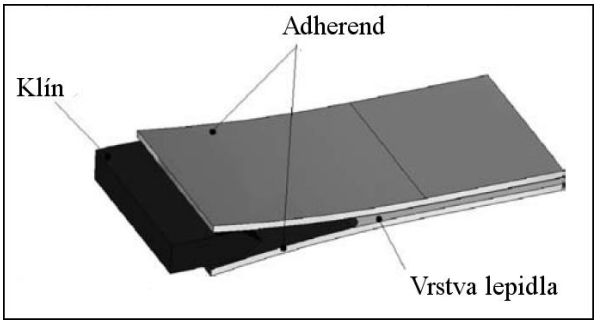
Obr.11: Geometrie prstencového vzorku [1].

Pomocí vzorku, jež má vyobrazenou geometrii na obr. 12, lze stanovit odolnost konstrukčních lepidel proti rozvoji trhliny ve vrstvě lepidla. Typicky je toto testování prováděno se zvyšujícím se zatížením [1].



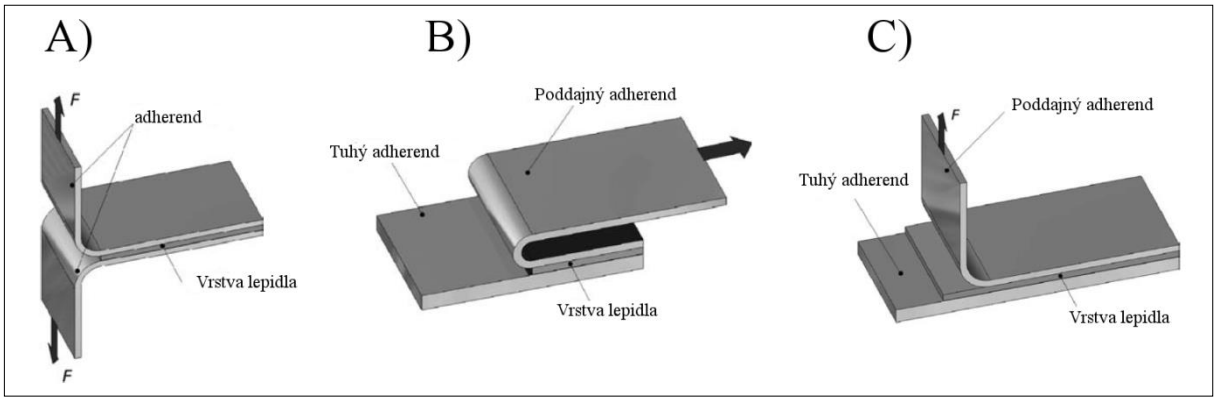
Obr.12: Geometrie vzorku pro zjištění odolnosti proti šíření trhliny [1].

Klínový test patří do kvalitativního způsobu testování sil a jejich účinků na lepený spoj. Pomocí tohoto testu lze obdržet spolehlivější výsledky při predikování trvanlivosti spoje než při konvenčním testování, mezi které řadíme test ve smyku tahem nebo test odlupem viz obrázek níže [1].



Obr.13: Schéma provedení klínového testu [1].

Při testování lepidel v odlupování je zpravidla jeden z adherendů připraven z poddajného materiálu, aby mohl být během testu plasticky deformován. Obr. 14A detailněji popisuje norma ASTM D1876. Oba adherendy jsou zde ze stejného materiálu a shodné tloušťky. Adherendy jsou upevněny v testovacích čelistech ve standardním tahovém stroji, který vyvíjí konstantní testovací rychlost, dokud se adherendy zcela neoddělí. Tento typ testu se může provádět i za zvýšených teplot. Obr. 14B popisuje norma ASTM D903 a stejně jako u schématu C je poddajný adherend přilepen na tuhý. Opět se testuje na tahovém stroji. Tyto testy se provádí pro zjištění hodnot adheze tenkých vrstev lepidel.



Obr.14: Schéma tří typů vzorků pro testování v odlupu. A) T - odlup, B) 180° odlup, C) 90° odlup [1]

3.2. Metody měření a vyhodnocování dle ČSN EN ISO 9664

3.2.1. Schodišťová metoda (Dixonova a Moodsova metoda)

Tato metoda je přímou součástí technické normy ČSN EN ISO 9664 a v praxi bývá použita k vyhodnocování výsledků.

Podstata zkoušky spočívá v definování maximální doby zkoušky (odpovídá zvolenému počtu kmitů) a kolísání úrovně napětí v rozsahu ± d (odpovídá standardní odchylce pevnosti ve smyku testovaného spoje). Těmto střídáním porušení a neporušení spoje odpovídá stanovená hodnota časované meze únavy τ_D (N_F).

Zkouší se vždy lichý počet vzorků. J-té těleso se zkouší při úrovni napětí τ_{aj}, blízko k předpokládané τ_D (N_F). Dojde-li k porušení spoje, další těleso se zkouší při $\tau_{aj+1} = \tau_{aj}$ - d. Nedojde-li k porušení spoje, zkouší se další těleso při $\tau_{aj+1} = \tau_{aj}$ + d, dokud nejsou použita všechna tělesa.

Úrovně napětí jsou číslovány od nejnižší hodnoty použité při zkoušce, což se označuje indexem i = 0, tedy τ_a^0. Časovaná mez únavy je dána podle rovnice:

$$\tau_D(N_F) = \tau_a^0 + d\left[\frac{A}{L} \pm \left(\frac{1}{2}\right)\right]$$

kde: τ_a^0 = úroveň nejnižšího napětí, použitého při zkoušce;

d = rozdíl mezi po sobě následujícími úrovněmi napětí;

L = počet nejméně se vyskytujících případů porušení nebo neporušení spoje v celém souboru.

$$A = \sum_{i=0}^{i=k} i \times n_i$$

a kde: n_i = počet nejméně se vyskytujících případů porušení nebo neporušení spoje na stejné úrovni napětí (index i);

k = počet různých amplitud napětí pro zvolený počet těles, potřebných k přechodu z porušení spoje k neporušení ($0 < i < k$);

$\frac{1}{2}$ = záporná hodnota zlomku se použije, je-li porušení spoje nejméně časté a kladná hodnota zlomku se použije, je-li neporušení spoje nejméně časté [7].

3.2.2. Metoda reklasifikace údajů

Metoda reklasifikace údajů známá jako "metoda hladin" je vhodná pro získání poměrně přesného odhadu časované meze únavy, aniž by bylo nutno předpokládat, že časovaná mez únavy odpovídá normálnímu rozdělení. Analogie mezi vzorcem udávajícím časovanou mez únavy a hodnotou získanou schodišťovou metodou je zřejmá.

Tato metoda by měla být použita, jestliže všechny zkušební úrovně napětí jsou pravidelně odstupňovány krokem d se stejným počtem těles, hodnocených při každé úrovni napětí. Časovaná mez únavy se zde počítá dle níže uvedeného vzorce.

$$\tau_D(N_F) = \tau_{ak} - d\left(\frac{T}{q} - \frac{1}{2}\right)$$

kde: T = celkový počet těles porušených před počtem zvolených kmitů N_F, vedoucím k porušení;

q = počet těles zkoušených při každé i-té úrovni napětí;

τ_{ak} = nejvyšší úroveň napětí, vedoucí k porušení všech těles.

K výpočtu standardní odchylky meze trvanlivosti pro τ_D (N_F) se následně odhadne dosazením do následujícího vzorce:

$$s = \left[d^2 \sum_{i=2}^{i=k-1} \frac{P_i(1-P_i)}{(q-1)} \right]^{1/2}$$

kde: P_i = podíl porušených těles k neporušeným při dané úrovni napětí.

3.3. Normy, normativní ustanovení

Zkušební metody jako je ČSN EN ISO 9664 - Zkušební metody na únavu konstrukčních lepidel zatěžovaných ve smyku tahem a americká technická norma ASTM D3166 - Standardní zkušební metody pro únavové vlastnosti lepidel zatěžované ve smyku tahem (kov/kov) popisují způsoby hodnocení životnosti lepených spojů vystavených podmínkám cyklického zatěžování. V obou případech je zapotřebí zatěžovacího stroje, který dokáže vyvíjet konstantní axiální sinusoidní zatížení. V závislosti na zvolených konkrétních parametrech (testovací frekvence, režim řízení testu dle posuvu či zatížení atd.) se budou lišit výsledky. Proto musí být tyto parametry dopředu uvedeny v testovací specifikaci, podle které bude následně testování probíhat. Testovací frekvence musí být pečlivě zvolena tak, aby se zabránilo výraznému zahřívání lepeného spoje kvůli jeho viskoelastickým vlastnostem. V technické normě ASTM D3166 je definována maximální zatěžovací frekvence 30 Hz. Norma ČSN EN ISO 9664 definuje, že pokud není uvedeno jinak, frekvence zatěžování musí být také 30 Hz. Maximální přípustná frekvence musí být 60 Hz, protože při vyšší frekvenci by mohlo dojít k nadměrnému zahřátí slepu. Experimentální část této práce bude probíhat dle požadavků ČSN EN ISO 9664 mimo formy vyhodnocení. Výsledky budou vyhodnocovány pomocí Wöhlerových křivek místo časované meze únavy.

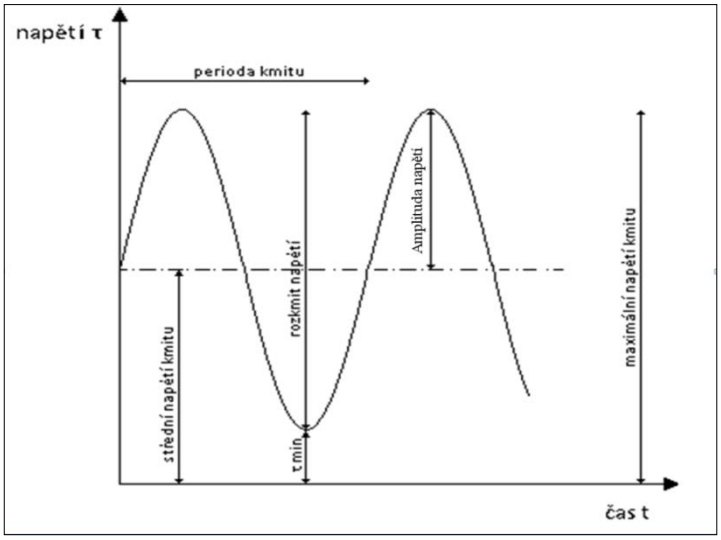
3.3.1. ČSN EN ISO 9664

Mezinárodní norma, zabývající se únavou lepených přeplátovaných spojů: Zkušební metody na únavu konstrukčních lepidel zatěžovaných ve smyku tahem ČSN EN ISO 9664, předepisuje metodu stanovení meze únavy lepidel ve smyku při tahovém namáhání na standardních zkušebních tělesech za předepsaných podmínek. Cílem je charakterizace konstrukčních lepidel na daném kovovém adherendu s definovanou povrchovou úpravou [7].

3.3.1.1. Podstata zkoušky

Zkušební těleso je cyklicky zatěžováno takovým způsobem, který je považován za superpozici pulzujícího napětí v tahu na statické napětí, které je středním napětím. Počet

cyklů při porušení zkušebního tělesa se stanoví při daných $\tau_{m\ a}$ τ_a. Tyto hodnoty se použijí k sestrojení únavových křivek, což poté dovoluje odhad oblasti spolehlivosti, vztahující se k únavové odolnosti slepu [7].



Obr.15: Únavový cyklus [8].

$$\boldsymbol{\tau_m = \frac{\tau_{max} + \tau_{min}}{2}}$$

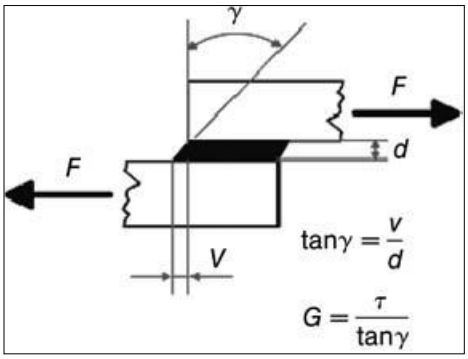
Střední napětí τ_m: střední algebraická hodnota maximálního a minimálního napětí kmitu.

$$\boldsymbol{\tau_a = \frac{\tau_{max} - \tau_{min}}{2}}$$

Amplituda napětí τ_a: střídavé napětí odpovídající polovině algebraického rozdílu maximálního a minimálního napětí kmitu.

$$\boldsymbol{R_\tau = \frac{\tau_{min}}{\tau_{max}}}$$

Součinitel nesouměrnosti kmitu R_τ: podíl algebraických hodnot minimálního a maximálního napětí kmitu.



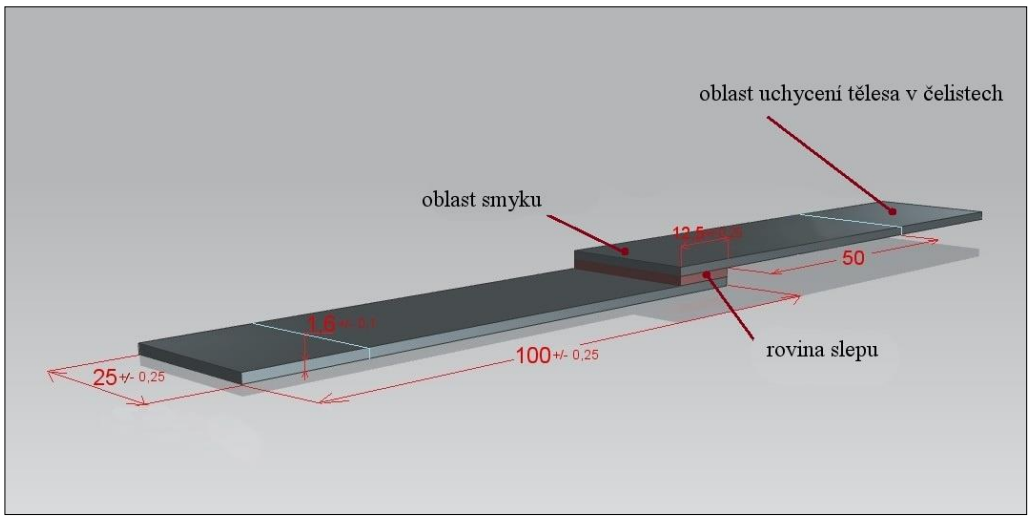
Obr.16: Deformace vrstvy lepidla při smykovém napětí [1].

3.3.1.2. Zkušební zařízení

Únavový zkušební přístroj musí být schopný vyvíjet sinusoidní napětí tak, aby se maximální zatížení pohybovalo v rozmezí 10 - 80 % rozsahu stupnice. Zkušební frekvence i typ zařízení mohou ovlivnit výsledek zkoušky, proto pokud není určeno jinak, frekvence musí být zvolena 30 Hz[5]. Zkušební zařízení musí být navíc konstruováno tak, aby byla zajištěna souosost stroje a zkušebního tělesa v době namáhání, čili aby hlavní osa zkušebního tělesa byla shodná s osou symetrie zkušebního zařízení [7].

3.3.1.3. Zkušební tělesa

Geometrie zkušební lepené sestavy pro daný ocelový adherend musí dle normy ČSN EN ISO 9664 odpovídat geometrii, vyobrazené na obr. 17.



Obr.17: Standardní zkušební panel [8].

3.3.1.4. Zkušební podmínky a přesnost výsledků

Požadovaná přesnost výsledku závisí na počtu těles, přičemž minimální počet je 4. Hodnotí se při třech různých hodnotách střídavého napětí tak, aby k porušení spoje došlo mezi 10^4 a 10^6 cyklů. Zkušební tělesa musí být uložena a zkoušena ve standardním prostředí 23 ± 2 °C a 50 ± 5 % relativní vlhkosti vzduchu [7].

[5] Z důvodů uvedených v kapitole *10.2 Zkušební únavové metody*, probíhalo únavové testování akrylátového lepidla při frekvenci 30 Hz. Vzorky, slepené lepidlem na bázi MS polymeru byly otestovány s frekvencí 10 Hz.

4. Koroze a degradace polymerů

Koroze je destruktivní výsledek chemické reakce mezi kovem a prostředím, ve kterém se nalézá. Atomy kovů jsou součástí chemických sloučenin, tj. minerálů. Stejné množství energie potřebné k uvolnění kovů z jejich minerálu je uvolněno při chemických reakcích, které korozi vyvolávají. Proto je koroze někdy nazývána jako obrácená extraktivní metalurgie.

Organické polymery, tedy plasty, jsou relativně nereaktivní díky jejich velmi stabilním kovalentním vazbám a to především mezi atomy uhlíku. Destruktivní výsledek chemických reakcí u polymerů proto není nazýván jako koroze, ale jako degradace [12].

Ve srovnání s jinými látkami se polymery vyznačují značnou odolností proti korozi (degradaci). Degradaci polymerů můžeme definovat jako nežádoucí změnu jejich chemického složení a vlastností způsobenou vnějšími podmínkami vedoucí ke znehodnocení polymeru. Makromolekulární látky se chovají z hlediska chemické reaktivity podobně jako nízkomolekulární látky podobného chemického složení. Liší se však průběhem reakcí. Chemické reakce polymerů, na rozdíl od reakcí nízkomolekulárních látek, neprobíhají v homogenním (stejnorodém), ale naopak v heterogenním (různorodém) systému. O jejich průběhu proto rozhodují hlavně pochody, při kterých následkem tepelného pohybu makromolekul přechází určitá látka z jedné fáze do druhé ve směru nižší koncentrace nebo tlaku, a tak postupně proniká hmotou polymeru [17].

4.1. Fyzikálně mechanické jevy v lepených spojích, způsoby degradace lepidel

Důležitým krokem při posuzování a předpovídání provozního života lepených spojů je přihlédnutí k možným degradačním mechanismům spojené s chemickými a fyzikálními vlastnostmi lepidla a adherendu. Profesor aplikované mechaniky z University of Bristol Richard D. Adams v knize ***Adhesive bonding: Science, technology and applications*** publikované v roce 2005 došel k závěru, že neexistuje žádná spolehlivá metoda k určení životnosti lepeného spoje v laboratorních podmínkách. Uvádí, že testování za zvýšených teplot a vlhkosti vyvolává degradační pochody, které ale nejsou reprezentativní, protože se pouze přibližují podmínkám reálným a to zejména z časových důvodů. Rozsah a vlastnosti degradačních mechanismů v lepených spojích tedy nelze zobecnit. Tyto mechanismy jsou vázané na konkrétní systém lepidlo - adherend a na konkrétní faktory způsobující degradaci spoje. Obecně platí, že tento typ testů v daných laboratorních podmínkách má sklon ke snižování výsledků pevnosti lepených spojů oproti reálným provozům. Mezi nejvýznačnější faktory, které lepené spoje v provozním prostředí zatěžují a které nejvíce ovlivňují jejich únavovou životnost patří: kyslík, UV záření, voda a solná mlha[6].

Výše uvedené faktory mají na různé typy lepidel různý degradační účinek. Navíc v jejich vzájemné kombinaci se tyto účinky zvyšují. Například při společném působení kyslíku a UV záření je jejich nežádoucí účinek mnohem výraznější, než při separátním působení. Toto je obvyklý problém v případech, kdy jeden z adherendů je průhledný. Řešením je buď jiné konstrukční uspořádání nebo výběr typu lepidla s velkou odolností proti těmto vlivům, například akrylátová lepidla nebo lepidla využívající stabilizační přísady [11].

[6] V tomto prostředí bude probíhat řízená degradace vybraných lepených spojů v experimentální části práce.

4.1.1. Degradanty

Polymerní materiály jsou při vystavení podmínkám přírodního prostředí atakovány mnoha degradačními faktory: atmosférický kyslík, ozon, světelné i ionizační záření, mikroorganismy, dále pak střídání teplot, nadmořská výška, voda atd. Úhrn všech nežádoucích změn polymerů často nazýváme jako stárnutí. Přísady, které dlouhodobě chrání výrobky před výše uvedenými vnějšími vlivy během jejich používání, nazýváme antidegradanty. Antidegradanty rozdělujeme na světelné stabilizátory, antioxidanty a antiozonanty. Tyto látky se obvykle dávkují v koncentracích od 1 dsp do 3 dsp [17].

4.1.1.1. Kyslík

Vzdušný kyslík způsobuje degradaci polymeru prostřednictvím oxidace jeho řetězců (nejreaktivnější jsou nenasycené polymery). Kyslík je polymerem absorbován za vzniku hydroperoxidových skupin, které se později rozkládají za vzniku volných radikálu. Tyto radikály jsou pak aktivními centry pro počátek degradace polymeru. Reakce kyslíku s polymerem[7] je často autokatalytická. Důvodem je, že náhodně vznikající hydroperoxidy a jejich rozkladné produkty, které tuto řetězovou radikálovou reakci iniciují, jsou zároveň jejími katalyzátory. Navázáním 1 % kyslíku klesá pevnost až o 50 %. Reakci zabraňují estery kyseliny fosforečné nebo organické látky obsahující síru. Tyto látky nazýváme antioxidanty a jsou to aditiva působící jako lapače radikálů [11], [17].

4.1.1.2. Ozon

Ozon je přirozenou složkou zemské atmosféry. Vytváří se v jejích horních vrstvách rozkladem kyslíku zářením o vlnových délkách 110 nm až 220 nm. Difúzí proniká do nižších vrstev a v přízemních vrstvách je jeho obsah ve vzduchu kolem 0,000001 %. I takto extrémně nízká koncentrace způsobuje stárnutí polymerů. Významně však napadá pouze pryže s nenasyceným řetězcem (nenasycené kaučuky). Na tyto látky má ozon ze všech degradačních faktorů největší účinek. Velmi snadno dochází k reakci s dvojnými vazbami makromolekulárního řetězce kaučukové sítě. Podstatné zmenšení koncentrace dvojných vazeb vede k významnému zvětšení odolnosti vůči ozonu. Ozon se aduje za vzniku velmi křehkého ozonidu, který pokrývá povrch vysoce elastické pryže. Takto vzniklý nový povrch při namáhání praská a odhaluje tak nový povrch pryže. Praskliny vznikají ve směru kolmém na směr deformační síly. Látkám, které napadání polymerů zabraňují, říkáme antiozonanty. Tyto látky s ozonem reagují mnohem ochotněji než řetězce kaučukové sítě. Antiozonanty dále difundují k povrchu, kde pryž chrání souvislou vrstvou, kterou ozon proniká již velmi těžce [17].

4.1.1.3. UV-záření

Ze všech složek slunečního spektra škodí polymerům nejvíce UV záření a to i přes to, že jen asi 5 % veškerého slunečního světla dopadajícího na zemský povrch leží v oblasti vlnových délek od 300 nm do 400 nm, tedy v oblasti ultrafialového záření. Důvodem je, že tato část spektra má dostatečnou energii, aby způsobila trvalou degradaci polymeru. Světelné stabilizátory, někdy označovány jako absorbéry ultrafialového záření, jsou do polymerních materiálů přidávány z důvodu eliminace vlivu tohoto záření. Příkladem UV-stabilizátoru je 2-Hydroxybenzofenon, který absorbuje fotony UV záření. Jeho molekula se dostane do excitovaného stavu, který reorganizuje vodíkovou vazbu. Tím chrání polymer. Do základního

[7] Oxidace, resp. tepelně oxidační degradace polymeru.

stavu se vrátí ztracením přebytečné energie vyzářené např. ve formě tepla. UV-záření je jeden z nejúčinnějších činitelů jejich přirozeného stárnutí [17].

4.1.1.4. Voda

Hlavním problémem, který limituje používání všech lepidel, je všudypřítomná voda, a to jak v podobě kapaliny, tak páry. Voda ovlivňuje vlastnosti lepených spojů dvěma způsoby. Prvním z nich je difuzní vnikání vody přímo do vrstvy lepidla, kde mění (degraduje) jeho vlastnosti. Po určité době se v lepidlu ustaví rovnováha, tedy stav maximálního nasycení. Hlavním parametrem, kterým nejefektivněji ovlivnit tento nežádoucí proces, je délka obnažené hrany lepeného spoje, tedy konstrukční hledisko. V případě, že dojde vlivem difúzního vnikání vody do vrstvy lepidla k poklesu pevnosti porušováním mezimolekulárních a chemických vazeb uvnitř lepidla, je tato změna nevratná a nelze ji odstranit ani vysoušením spoje. Koheze spoje se snižuje, což vede ke snižování únosnosti celého spoje [11], [8].

Druhým, závažnějším problémem je napadání vody na mezifázovém rozhraní lepidla a adherendu. V důsledku podkorodování dochází k adheznímu lomu spoje. Voda má velmi vysokou permitivitu, což je významné, když iontové páry přispívají mezifázovým silám. Voda má také vysoké povrchové napětí, které oslabuje Van der Waalsovy síly mezi lepidly a kovovými podklady. Ať už dojde k poruše spoje podkorodováním vrstvy lepidla nebo difuzí vody do této vrstvy, je vliv vlhkosti na životnost a pevnost lepených spojů jednoznačný [8].

4.1.1.5. Biologičtí činitelé

Biologická koroze[8] je velmi rozšířena. Dochází k ní zejména v tropickém klimatu, ale i v našich zeměpisných šířkách a to především u měkčeného polyvinylchloridu, polyvinylalkoholových folií měkčených glycerolem, fenoplastových lisovacích hmot, zvláště na řezných plochách výrobku, kde je obnaženo plnivo apod. O možnosti napadení polymerního materiálu mikroorganismy rozhoduje především jeho chemické složení, tj. do jaké míry může být pro ně zdrojem uhlíku, dusíku nebo jiných tzv. biogenních prvků. Korozi vyvolávají metabolity nebo enzymy produkované mikroorganismy. Způsobují naleptávání povrchu polymeru, které u tenkostěnných materiálů může vést až k jejich proděravění. Některé mikroorganismy napadají jen změkčovadla, zbytky emulgátorů, tepelné stabilizátory, maziva nebo plniva obsažená v polymerech.

4.2. Mechanismy, způsobující nevratné změny mechanických vlastností lepidel

- Fyzikální a chemická degradace: (teplota, radiace, UV záření, kyslík, voda);
- desorpce a hydrolýza povrchových vrstev lepidla vlivem vlhkosti;
- ztráta adheze v důsledku poklesu pevnosti mezifázové vrstvy: (např. špatně vytvrzené lepidlo kvůli zvýšené kyselosti povrchu adherendu po chemické úpravě povrchu);

[8] Biologická koroze, tj. napadení materiálu mikroorganismy, zejména plísněmi.

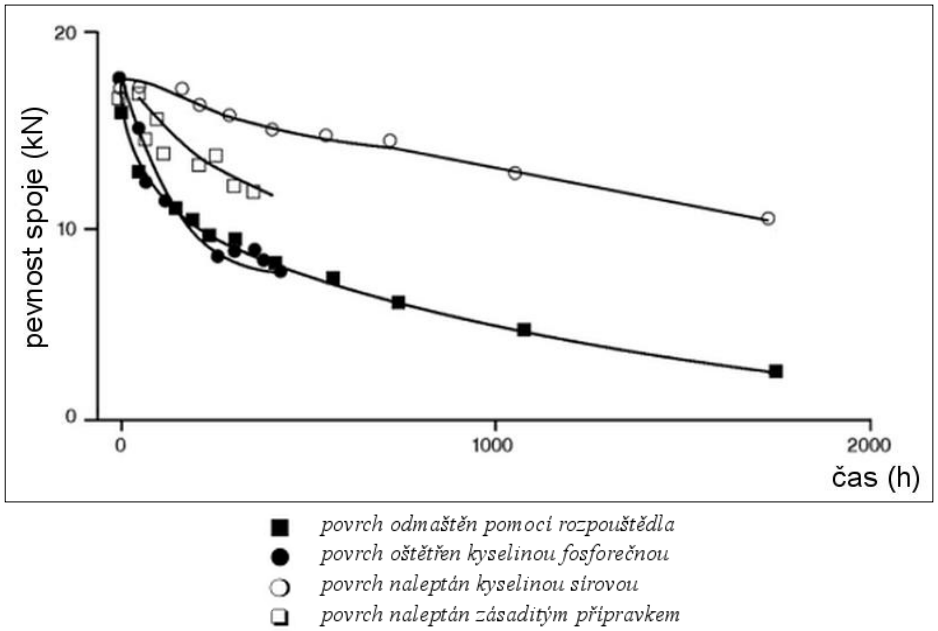
- rozpouštění a poškozování povrchových oxidů či konverzních povlaků chemickými podmínkami uvnitř lepeného spoje při vystavení určitému prostředí;

- koroze kovového adherendu při kontaktu s korozním prostředím (např. mořské prostředí s vysokou hladinou chloridů, či průmyslové lokality se zvýšeným obsahem SO_2 nebo H_2S;

- snižování únosnosti spoje v důsledku teplotního zatěžování (např. tepelné cyklování pod a nad bodem mrazu)[9] [1].

4.3. Úprava povrchu kovového adherendu

Povrchová úprava kovů je nejúčinnější způsob jakým lze optimalizovat odolnost spojů proti působení vody. Grafická ilustrace výsledků různých povrchových úprav naměřených Buttem a Cotterem na grafu 1, znázorňuje průběh poklesu pevnosti lepených spojů za vysoké vlhkosti při různých povrchových úpravách [11].



Graf 1: Vliv vysoké vlhkosti (97% r. v. při 43 °C) při různých úpravách povrchu na pevnost lepených spojů zhotovených epoxy-polyamidovým lepidlem na kovový adherend [11].

[9] Tepelné namáhání degraduje spoj v důsledku pnutí způsobeného odlišnou teplotní roztažností lepidla a adherendu.

4.4. Přírodní a zrychlené stárnutí

Ashcroft, Digby a Shaw (2001) provedli srovnání stárnutí lepených spojů (epoxidových a fenolových lepidel) v přírodních a laboratorních podmínkách na hliníkových adherendech naleptané kyselinou chromovou [10]. Vzorky byly vystaveny přírodním podmínkám, viz tabulka níže a podmínkám laboratorním, kde stárnutí probíhalo při teplotě 20 °C s 60% r. v. a při teplotě 35 °C s 85% r. v.[11]. Forma porušení lepených spojů byla převážně kohezivního charakteru, ale množství mezifázového porušení se zvýšilo u obou způsobů stárnutí. Tento jev byl často doprovázen korozí kovového adherendu, zvláště při režimu Teplo-sucho [11].

Režim	Oblast měření	Průměrné podmínky		
		Teplota [°C]	r.v. [%]	Měsíční srážky [mm]
Teplo-vlhko	Austrálie	23	85	297
Teplo-sucho	Austrálie	25	55	39
Chladno-vlhko	Anglie	10	78	49

Tab.1: Přírodní podmínky použité při zrychleném stárnutí lepených spojů (2001).

Společným závěrem je, že neexistuje žádná jednoduchá metoda urychlených zkoušek pro stanovení dlouhodobé životnosti lepených spojů. Variace teplot a vlhkostí spouští degradační mechanismy, které ovšem nejsou reprezentativní. Z výsledků vyplývá (jak již bylo uvedeno v kapitole 4.1.), že zrychlené testy mají tendenci dosahovat nižších výsledných hodnot.

4.5. Vliv solné mlhy

Chlorid sodný může vážně oslabit a způsobit závažnou korozi lepených spojů. McMillan (1981) zjistil, že lepené spoje s hliníkovými adherendy vystaveny 5% solné mlze po dobu třech měsíců má větší degradační účinek než vystavení identických vzorků v subtropických podmínkách po dobu tří let.

Fay a Maddison (1990) dále popsali účinek solné mlhy na lepené přeplátované spoje s ocelovými adherendy. Povrchových úprav bylo použito pět. Povrch dokonale odmaštěný, povrch neodmaštěný, povrch ošetřený prostředkem Accomet C [12], dále povrch ošetřený prostředkem EP2005[13] a povrch ošetřený silanovým kondenzačním činidlem. Z grafu 2 je

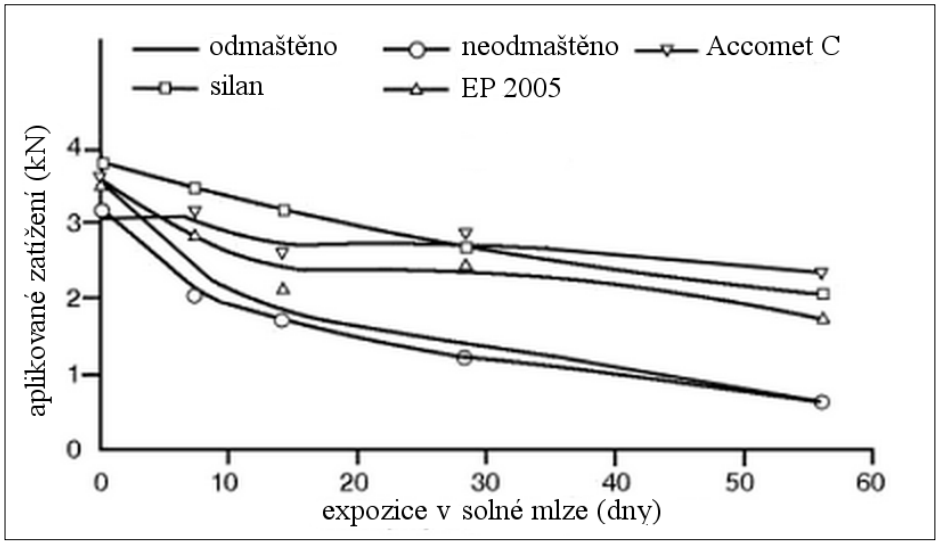
[10] S kyselinou chromovou se dosahuje téměř shodných výsledků při leptání hliníkových adherendů jako s kyselinou sírovou viz graf 2, tj. nejlepších hodnot.

[11] Experimentální část této práce bude probíhat při teplotách 23 ± 2 °C a 35 ± 5 % r. v.

[12] Accomet C je přípravek na bázi chromu určený k předúpravám kovových povrchů.

[13] Alternativní přípravek k úpravě kovových povrchů.

patrné, že pouze odmaštěný povrch neposkytuje dostatečné výsledky ve srovnání s alternativními způsoby ošetření.



Graf 2: Vliv solné mlhy na pevnost lepených ocelových spojů. Fay a Maddison (1990) [11].

Experimentální část

5. Cíle experimentu

Koroze snižuje primární užitné vlastnosti většiny materiálů. V průmyslových a vyspělých státech korozní ztráty dosahují až 5 % hrubého domácího produktu. V České republice v roce 2013 tvořil HDP dle českého statistického úřadu 4086 mld. korun. Korozí kovů tedy přicházíme ročně cca o 200 miliard korun. Tyto náklady v sobě zahrnují zejména pořizovací náklady na speciální korozivzdorné oceli, záložní zařízení, protikorozní ochrany, korozní přídavky, předimenzované zařízení, údržby a opravy zařízení, ztráty produkce, náklady na vědu, výzkum, pojištění atd.

Cílem této diplomové práce je zjistit, jaký vliv má doba expozice ve dvou různých korozních prostředí na statickou a zejména únavovou pevnost ve smyku tahem s daným kovovým adherendem při použití dvou odlišných konstrukčních lepidel. Výstupem by měly být S/N křivky charakterizující míru poškození lepených spojů v závislosti na prostředí, kterému byly vystaveny.

6. Materiál adherendu

Materiálem adherendu je konstrukční nízkouhlíková ocel obvyklé jakosti třídy 11. Dle ČSN je materiál označen: 11 321, dle Evropské a Mezinárodní normy je označení oceli DC01. Charakteristikou těchto ocelí je, že zaručují pouze maximální obsah C, P, S, resp. P a S v tavbovém vzorku a hutním výrobku. Obsah síry a fosforu je maximálně 0,045 %. Tyto oceli jsou vyráběny s obsahem uhlíku do 0,65 %.

Nízkouhlíkové oceli mají relativně nízkou korozní odolnost. Podléhají rovnoměrnému koroznímu napadení již při nízkých stupních korozní agresivity prostředí. Z tohoto důvodu jsou na tyto oceli běžně aplikovány ochranné nátěry a to i do méně agresivních podmínek. Důvodem použití těchto ocelí je ten, že jsou levné a mají dostatečné mechanické vlastnosti.

7. Lepidla použitá v experimentální části

7.1. Loctite F246

Jednokomponentní akrylátové lepidlo modifikované methakrylát esterem s vysokou viskozitou je určené pro konstrukční lepení. Nevyžaduje promíchání jako u dvou a více komponentních systémů.

Pro co možná nejlepší výsledky výrobce doporučuje následující:

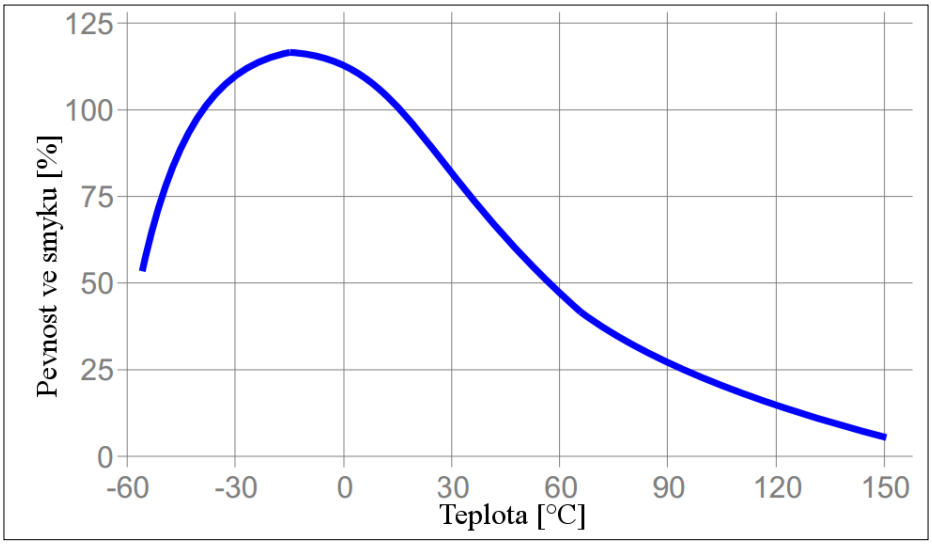
- Zajistit čistý povrch lepených ploch, bez mastnot a jiných látek;
- při použití jednoho ze dvou výrobcem doporučovaných aktivátorů nanášet aktivátor pouze na jeden adherend, lepidlo na druhý;
- sestavení součástí musí být provedeno do 15 minut od nanesení lepidla;
- doporučená lepená tloušťka je 0,1 až 0,5 mm. Při větších tloušťkách je nutné použití aktivátoru, a to na oba lepené adherendy;
- přebytky lepidla mohou být otírány pomocí organického rozpouštědla;
- spoj by měl být pevně sevřen po celou dobu vytvrzování lepidla;
- k plnému provoznímu zatížení nesmí dojít dříve než za 24 hodin, nejlépe však až po 72 hodinách v závislosti na velikosti spáry a okolních podmínkách [14].

Obr.18: Loctite F246 [14].

Predikovaná statická pevnost ve smyku po 168 hodinách dle výrobce viz tab. 2.

Materiál	Pevnost ve smyku [MPa]
Otryskaná ocel	33
Nerezová ocel	16
Hliník	19
PVC	11

Tab.2: Meze pevnosti ve smyku akrylátového lepidla Loctite F246 při použití různých adherendů (bez použití aktivátoru).



Graf 3: Průběh pevnosti ve smyku v závislosti na teplotě expozice při použití otryskané oceli jako adherendu po 168 hodinách vyjádřené v % [14].

7.2. Teroson MS 9220

Toto jednosložkové lepidlo na bázi MS polymeru[14] s vysokou těsnicí schopností a odolností vůči roztékání je vhodné pro lepení značné škály materiálů, jako je ocel, hliník a ostatní kovy, plasty, dřevo, sklo, keramika i lakované nebo galvanicky pokovené povrchy. Lepidlo se vyznačuje vysokou odolností proti stárnutí a povětrnostním vlivům. Materiál dále vykazuje dobrou odolnost vůči UV záření, proto je vhodný i pro venkovní aplikace. Je odolné proti slané vodě a zároveň neobsahuje isokyanáty, silikon, PVC ani rozpouštědla.

Vytvrzuje se na základě vzdušné vlhkosti do trvale pružné hmoty, přičemž doba vytvrzení silně závisí na vlhkosti i teplotě během vytvrzování. Zvyšováním obou těchto činitelů se vytvrzování urychluje [15].

[14] Zkratka MS informuje, že se jedná o materiál modifikovaný silanem.

Technické údaje:

Barva:	černá
Hustota:	1,4 g/cm^3
Konzistence:	tixotropní pasta
Typ vytvrzování:	vytvrzování pomocí vlhkosti
Rychlost vytvrzení:	3,5 mm/24 hodin
Provozní teplota:	-40 až 100 °C (120 °C max. 3 hodiny)
Pevnost v tahu:	3,3 MPa (DIN 53 504)
Pevnost ve smyku:	4,4 MPa (DIN EN 1465)
Aplikační teplota:	15 až 35 °C [15]

Obr.19: Teroson MS 9220.

8. Zkušební zařízení

8.1. Zwick/Roell Z005

Tahové statické testy byly provedeny na Západočeské univerzitě v Plzni. Zkušebním zařízením byl dvousloupový mechanický stroj pro jednoduché zkoušení materiálů. Maximální síla, kterou stroj dokáže vyvinout je 5 kN. Veškeré výsledky byly vyhodnocovány originálním software TestXpert II.

Obr.20: Statický stroj pro zkoušku tahem Zwick/Roell Z005.

8.2. Instron 8801- K6620

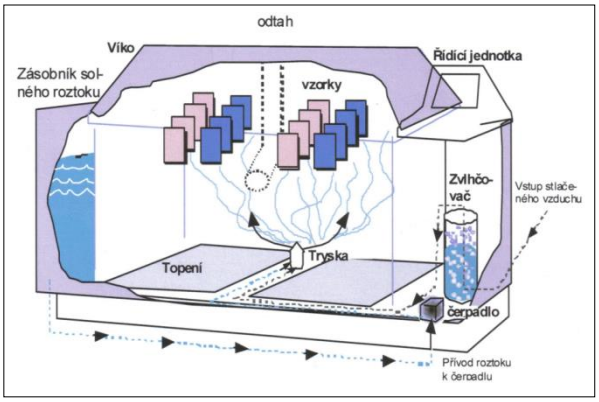
Únavové testování bylo provedeno ve firmě Exova, která se zabývá mechanickým zkušebnictvím materiálů určených primárně pro letecký průmysl. Firma vlastní dvanáct únavových strojů od firmy Instron, která stroje dodává s vlastním software WaveMatrix. Tyto servohydraulické systémy disponují axiální silovou kapacitou ± 100 kN. Na těchto strojích byly prováděny únavové testy.

Obr.21: Hydraulický únavový stroj [13].

9. Korozní prostředí

Korozní prostředí aplikované na zkušební vzorky byla dvě. Prvním korozním prostředím byla 100% vlhkost při teplotě 40 °C. Druhým korozním prostředím byla neutrální solná mlha (NSS). Toto prostředí je definováno v mezinárodní normě ČSN EN ISO 9227 Korozní zkoušky v umělých atmosférách - Zkoušky solnou mlhou, která stanovuje zařízení, chemikálie a postup pro zkoušky neutrální solnou mlhou (NSS), okyselenou solnou mlhou (AASS) a okyselenou solnou mlhou s chloridem měďnatým (CASS), kterými se posuzuje korozní odolnost kovových materiálů [19]. Zkušební vzorky byly vkládány do korozního zařízení Q-FOG, viz obr. 22. Tato korozní komora umožňovala aplikaci obou typů korozních prostředí. Doba expozice byla dle doporučení normy zvolena 48 hodin pro statické testy a 240 hodin pro testy dynamické.

Obr.22: Korozní komora Q-FOG [18].



Obr.23: Schéma korozní komory [18].

9.1. První korozní prostředí (100% vlhkost, 40 °C)

Toto korozní prostředí bylo udržováno automatickým rozprašováním destilované vody při teplotě 40 °C (ve stejném intervalu probíhalo rozprašování NaCl u druhého korozního prostředí). Vzorky určené pro statické testování byly v tomto prostředí exponovány po dobu 48 hodin. Pro únavové testování byly vzorky tomuto prostředí vystaveny 240 hodin.

9.2. Druhé korozní prostředí (Neutrální solná mlha)

Při aplikaci neutrální solné mlhy se v řízeném prostředí rozprašuje 5% roztok chloridu sodného, jehož pH je mezi 6,5 a 7,2. Zkouška se používá zejména pro:

- kovy a jejich slitiny;
- kovové povlaky (anodické i katodické);
- konverzní povlaky;
- organické povlaky na kovových materiálech.

9.2.1. Příprava roztoku chloridu sodného

V destilované nebo deionizované vodě, jejíž konduktivita při teplotě 25 °C ± 2 °C není vyšší než 20 µS/cm[15], se rozpustí takové množství NaCl, aby vznikl roztok o koncentraci 50 g/l ± 5 g/l. Rozsah hustot roztoku při teplotě 25 °C, který odpovídá rozsahu koncentraci 50 g/l ± 5 g/l, je 1,029 až 1,036. NaCl musí obsahovat méně než 0,001 % (hmotnostní zlomek) mědi a méně než 0,001 % niklu, stanovených atomovou absorpční spektrometrií nebo jinou analytickou metodou s obdobnou citlivostí. Dále nesmí obsahovat více než 0,1 % jodidu sodného ani více než 0,5 % všech příměsí dohromady v přepočtu na suchou sůl [19].

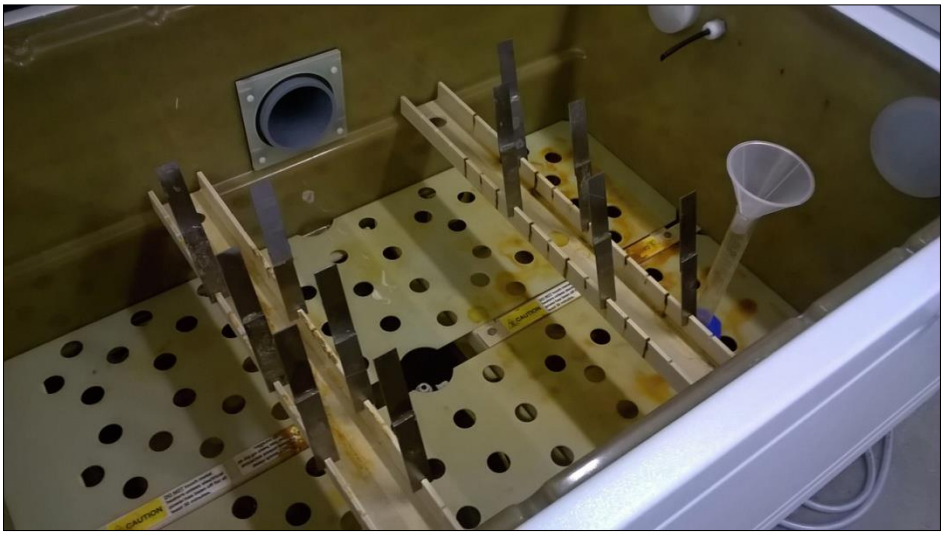
[15] Základní jednotkou konduktivity neboli měrné vodivosti je $S.m^{-1}$. (1 $S.\ m^{-1}$ = 10 000 $\mu S.cm^{-1}$)

9.2.2. Úprava pH

Hodnota pH solného roztoku se upraví tak, aby hodnota pH rozprášeného roztoku nashromážděného ve zkušební komoře, měřená při teplotě 25 °C ± 2 °C, byla v rozmezí od 6,5 do 7,2. Hodnota pH se kontroluje potenciometrickým měřením nebo při provozních kontrolách indikátorovým papírkem s úzkým rozsahem pH, který umožňuje stanovení hodnoty pH s přesností 0,3 nebo lepší. Nezbytné úpravy pH se provedou přidáním roztoku kyseliny chlorovodíkové, hydroxidu sodného nebo uhličitanu sodného. Možné změny pH mohou být způsobeny úbytkem oxidu uhličitého z roztoku při rozprašování. Těmto změnám lze zabránit snížením obsahu oxidu uhličitého v roztoku např. tak, že se roztok před přivedením do přístroje zahřeje na teplotu na 35 °C nebo připravením roztoku z čerstvě převařené vody [19].

9.2.3. Doba trvání zkoušky

Doporučené doby trvání zkoušky (pokud není tato hodnota specifikována) jsou: 2 h, 6 h, 48 h, 96 h, 168 h, 240 h, 480 h, 720 h a 1000 h.



Obr.24: Způsob rozmístění testovacích vzorků v korozní komoře.

10. Metodika zkoušení

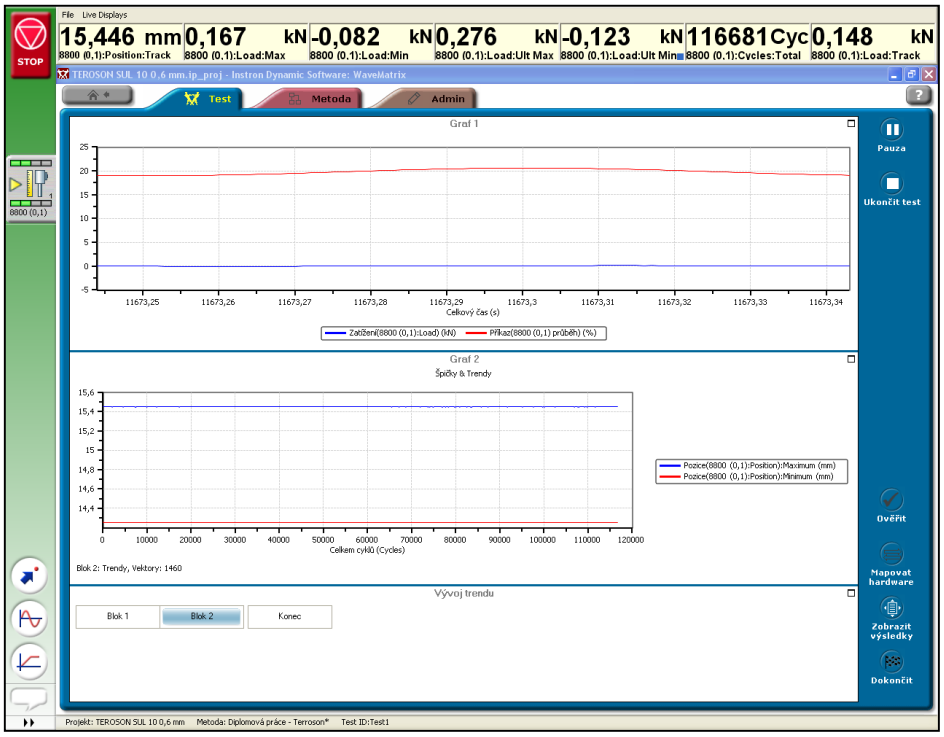
10.1. Inspekce vzorků

Inspekce jednotlivých vzorků probíhala vždy před zahájením testu. Měřena byla především tloušťka, šířka a délka lepeného spoje. Tloušťka a délka přeplátování byla měřena na kalibrovaném profilprojektoru Mitutoyo s rozlišením jeden mikrometr. Výsledná plocha slepu pak byla počítána s přesností 0,01 mm. Souosost byla kontrolována vizuálně přiložením kovového pravítka.

Vyřazeno bylo pouze několik vzorků, a to na počátku celého experimentu, než byl zcela vyladěn celý výrobní postup lepení spojů. Vyřazeny byly vzorky, které se lišily v tloušťce naneseného lepidla o více než 10 % průměrné hodnoty, nebo vzorky, které po přiložení kovového pravítka nebyly vizuálně souosé a bylo zde vyšší riziko přídavného namáhání slepu. Kvůli neshodné délce přeplátování nebyl vyřazen ani jeden lepený spoj.

10.2. Zkušební únavové metody

Z důvodů značně odlišných mechanických vlastností obou lepidel bylo nutné vytvořit vlastní testovací proceduru pro každé z lepidel. Tvorba testovací metody spočívala především v nastavení řídících smyček (PID)[16] a to jak v režimu síly, tak v režimu posuvu. Dále pak bylo nutné nastavit maximální počet cyklů, testovací frekvenci, amplitudu, dobu náběhu středního zatížení a hodnotu tohoto zatížení.



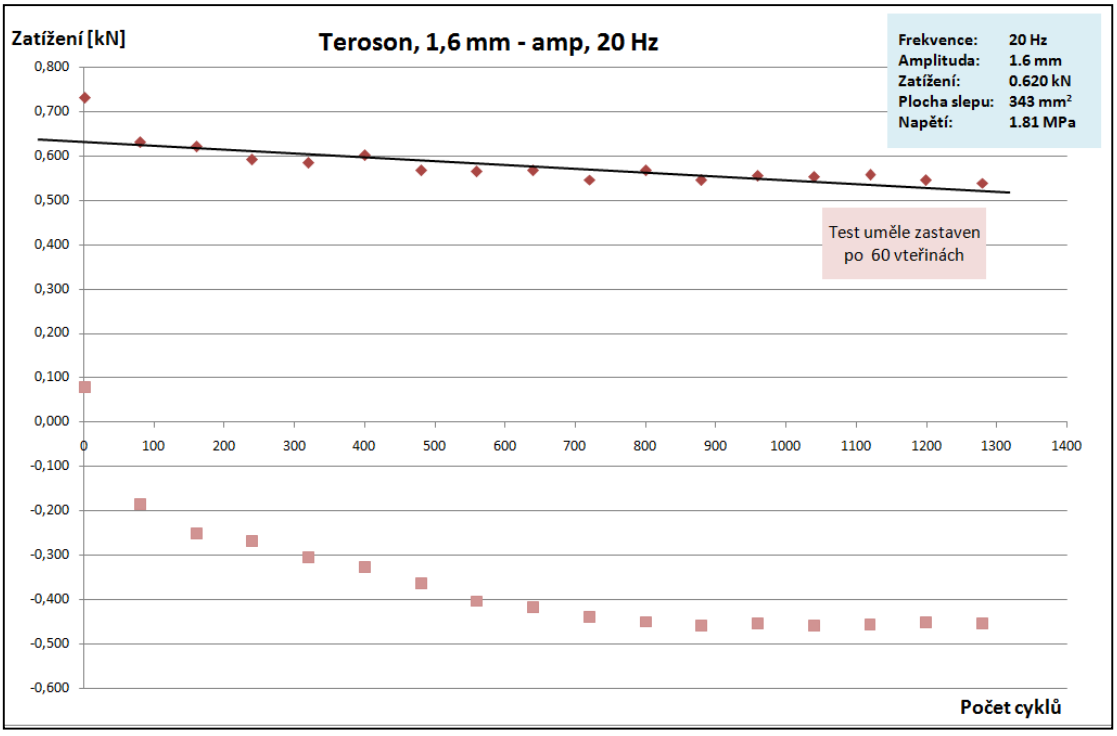
Obr.25: Prostředí softwaru Instron WaveMatrix.

[16] PID: Proportional, Integral, Derivate. Těmito koeficienty se režim řízení stroje nastavil tak, aby příkaz co nejpřesněji odpovídal odezvě pístu.

10.2.1. Testovací metoda pro Teroson MS 9220

Mez pevnosti těchto spojů při délce přeplátování 12,5 mm byla natolik nízká, že testování v režimu síly nebylo proveditelné. Síla potřebná na porušení těchto lepených spojů při statických zkouškách byla vždy nižší než 1 kN. Z tohoto důvodu únavové testování muselo probíhat za ještě nižších hodnot. Takto nízké hodnoty dosahovaly hranice šumu únavového stroje. Z tohoto důvodu nebylo možné stroje naladit na požadovaný zatěžovací cyklus (únavové stroje mají silovou kapacitu ± 100 kN).

Testování tedy probíhalo v režimu posuvu příčníku, kdy se pro každý jednotlivý test nastavila taková amplituda (v mm), aby druh cyklického zatěžování byl pulsující, tahový[17]. Ve většině případů ale záznam ze siloměrné hlavy vzhledem k povaze lepidla odpovídal cyklickému zatěžování nesouměrnému. Nejnižší napětí tak dosahovala záporných hodnot. Spoje byly tedy vystaveny i tlakovému namáhání. Díky těmto charakteristickým elastickým vlastnostem lepidla musela být zatěžovací frekvence snížena z původních 30 Hz až na 10 Hz. Důvodem byl fakt, že pokud došlo k porušení slepu při vyšší frekvenci, software toto porušení nezaznamenal a spoj nadále vykazoval patřičný odpor bez výrazného poklesu zatížení. Tento problém je ilustrován na grafu níže. Příčinou tohoto problému byl tzv. mechanický zámek vznikající v relativně členité lomové ploše lepidla. Tato plocha pak byla schopna přenášet tahové i tlakové síly a její charakter byl ve všech případech kohezní[18]. Řešením tedy bylo buď vytvářet videozáznamy jednotlivých testů a zpětně zjišťovat okamžik porušení, nebo snížit zatěžovací frekvenci na 10 Hz, při které byl tento problém zcela eliminován.



Graf 4: Záznam naměřených hodnot lepeného spoje vytvořeného pomocí lepidla Teroson MS 9220, který praskl okamžitě po aplikaci zatížení.

[17] Tento průběh cyklického zatěžování má kladné maximální i minimální hodnoty, tj. vždy v tahu.

[18] Při aplikaci prostředí NSS bych charakter lomové plochy vždy z 50 až 100 % adhezní.

10.2.1.1. Způsob určování hladin napětí pro lepidlo Teroson MS 9220

Jak uvádí kapitola 10.2.1., amplituda byla zadávána v milimetrech. Na velikost volených amplitud reagovaly lepené spoje různým odporem zaznamenávaným siloměrnou hlavou. Tento odpor (síla) se v průběhu času logicky snižoval z důvodu konstantní amplitudy po celou dobu testu. Výsledná síla, kterou byl spoj namáhán, byla určena proložením výsledné křivky přímkou. V bodě, kde přímka protnula osu Y, byla zvolena síla, při které byl spoj namáhán. Ze znalosti síly a plochy slepu bylo určeno napětí, kterému byl lepený spoj vystaven. Tato hodnota napětí pak byla spolu s počtem dosažených cyklů vynesena do Wöhlerovy křivky jako jeden bod. Způsob porušení těchto spojů byl zpravidla pozvolný. Nebylo tedy možné jednoznačně určovat okamžik porušení. V těchto případech byl spoj považován za porušený, pokud odpor lepené sestavy klesl pod 0,1 kN.

10.2.2. Testovací metoda pro Loctite F246

Tuhý a křehký charakter těchto spojů dovoloval použití procedury řízené v režimu síly při frekvenci 30 Hz. Spoje vytvořené tímto lepidlem navíc dosahovali několikanásobně vyšší pevnosti ve smyku tahem a ladění PID koeficientů pro únavové testování tak bylo méně komplikované. Koeficient nesouměrnosti cyklu (parametr asymetrie) zde mohl být díky režimu síly definován na pevnou hodnotu R = 0,1. Pro tento typ řízení bylo tedy potřeba zadat pouze střední sílu a amplitudu. Tyto dvě hodnoty lze získat z výpočtové tabulky, která je uvedená níže a následně se tyto hodnoty zadaly do předdefinované testovací metody pro lepidlo Loctite, čímž byl test připraven ke spuštění. Výpočet nerespektoval tloušťku slepu, která byla vytvořena dle doporučených požadavků výrobce. Do výpočtové tabulky byly zadávány pouze šířka a délka spoje, dále pak zvolené maximální napětí.

R = 0,1

Šířka spoje	25,00
Délka spoje	13,72
Průřez [mm^2]	343,00

Síla [kN]		**Napětí [MPa]**	
Max. síla	2,058	Max. napětí	6,000
Min. síla	0,206	Min. napětí	0,600
Střední síla	1,132	Střední napětí	3,300
Amplituda	0,926	Amplituda	2,700

Tab.3: Výpočtová tabulka pro určení amplitudy a střední síly.

10.3. Zkušební podmínky

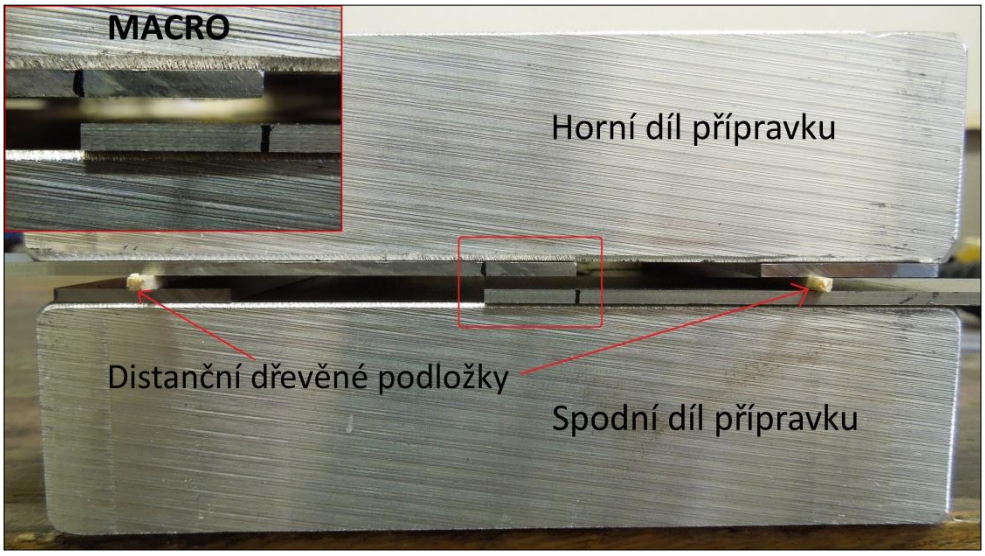
Zkušební tělesa pro testování únavy musí být dle ČSN EN ISO 9664 uložena a zkoušena ve standardním prostředí 23 ± 2 °C a 50 ± 5 % relativní vlhkosti vzduchu, což podmínky laboratoře umožňují pouze částečně. Vlhkost laboratoře se v průběhu testování pohybovala v rozmezí 25 až 40 % relativní vlhkosti vzduchu.

Obr.26: Únavová laboratoř společnosti Exova.

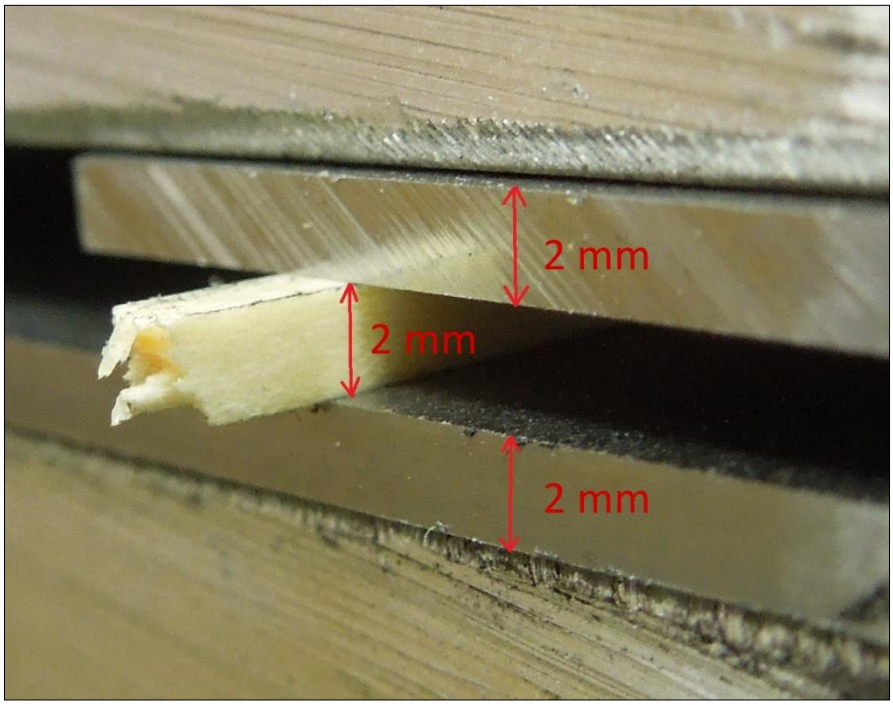
10.4. Příprava experimentálních vzorků

Příprava všech vzorků proběhla na Západočeské univerzitě. Tato příprava zahrnovala řezání plechů dle definovaných rozměrů, dále pak úpravu povrchů, samotné lepení zkušebních vzorků a expozici zvoleného souboru vzorků v korozním prostředí, konkrétně v solné mlze nebo 100% vlhkosti. Tloušťka lepených spojů byla zvolena dle požadavků výrobce. Pro lepidlo Loctite F246 byla zvolena tloušťka slepu 0,4 mm, přičemž optimální hodnota je v rozsahu 0,1 až 0,5 mm. Spoje slepené lepidlem Teroson MS 9220 byly vytvářeny v původní tloušťce 2 mm. Vlivem přítlaku však docházelo k deformaci dřevěných distančních podložek vymezujících tloušťku spoje. Proto se průměrná hodnota tloušťky slepu zastavila na hodnotě 1,8 mm. Konstantní tloušťky bylo dosahováno pomocí dřevěných distančních podložek. Nejprve byly u obou lepidel provedeny standardní tahové zkoušky pro zjištění meze pevnosti ve smyku. Z těchto dat se následně pro obě lepidla stanovily úrovně napětí, jakožto předpoklad pro únavové testování.

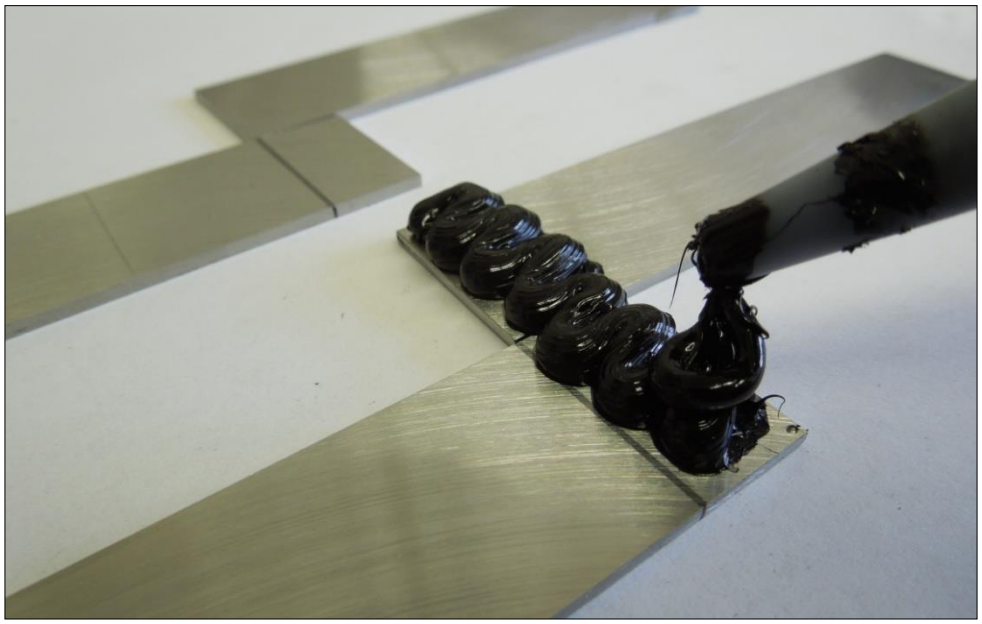
10.4.1. Příprava vzorků s lepidlem Teroson MS 9220



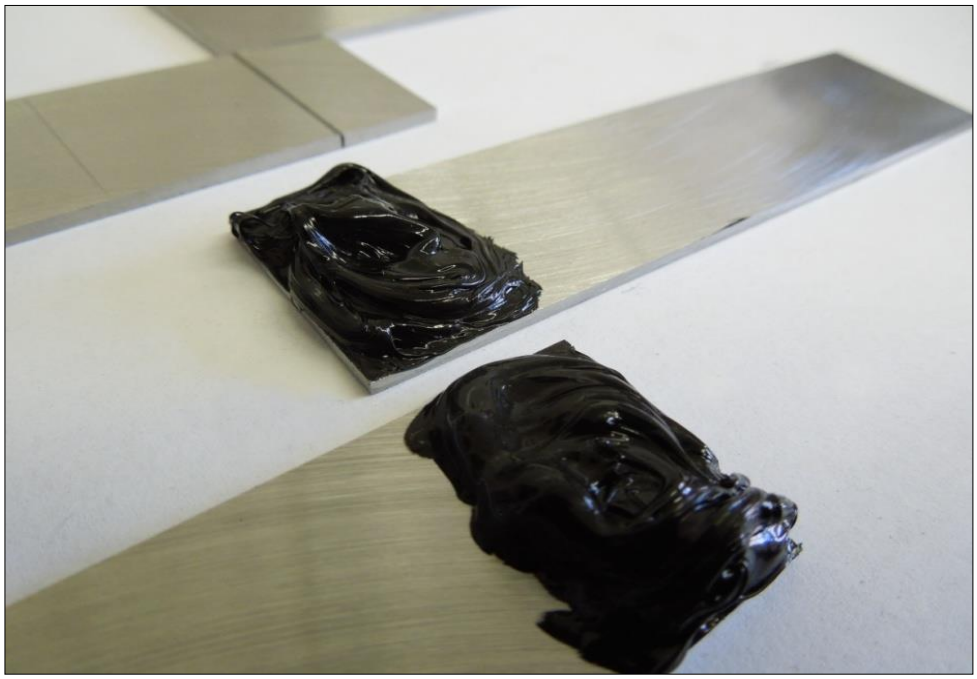
Obr.27: Detail přípravku pro zajištění konstantní vrstvy lepidla v celém spoji.



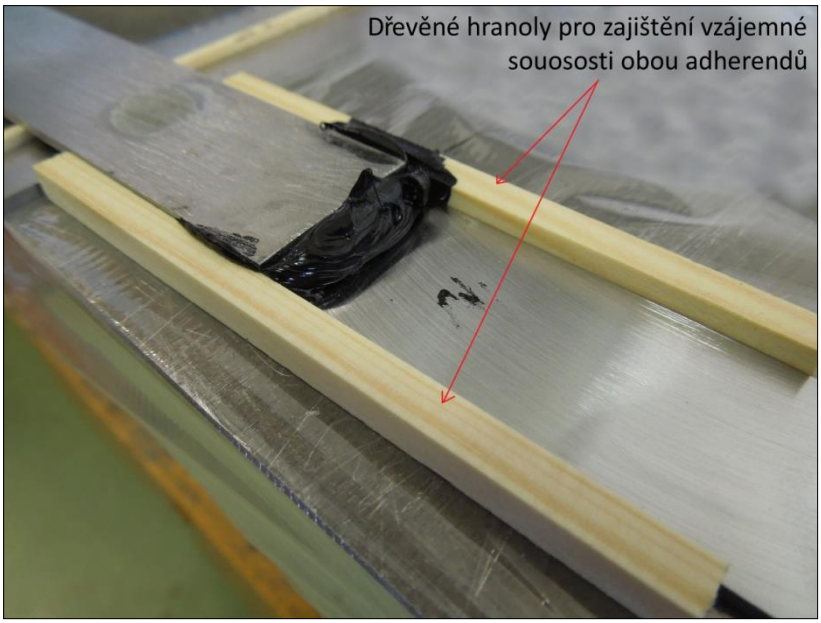
Obr.28: Makrosnímek dřevěné distanční podložky.



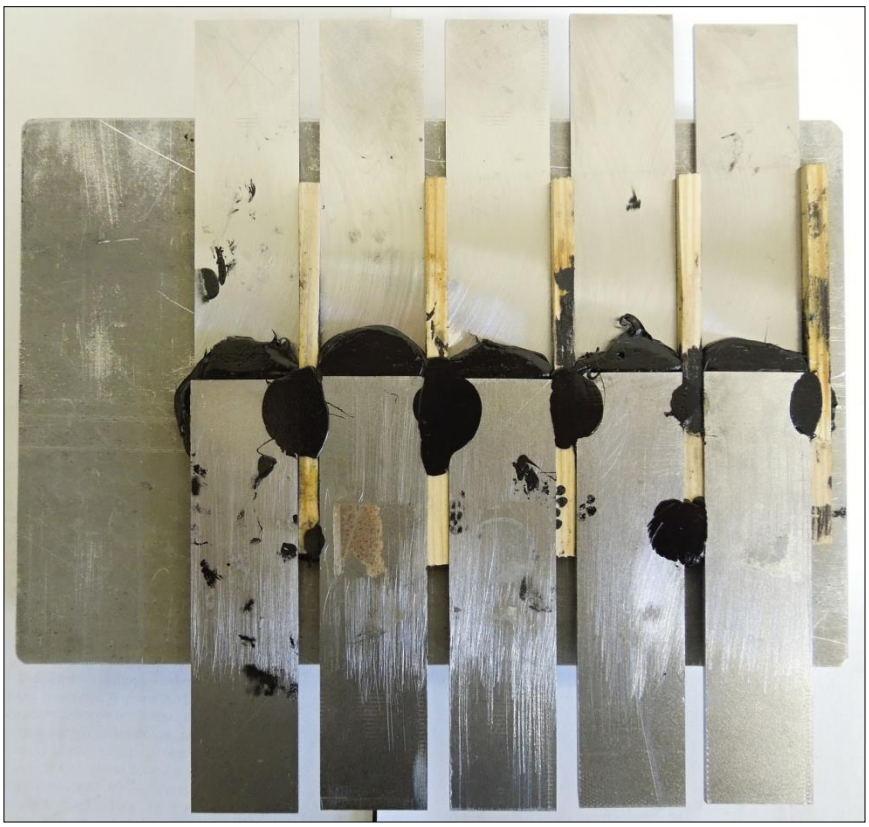
Obr.29: Způsob nanášení lepidla Teroson MS 9220.



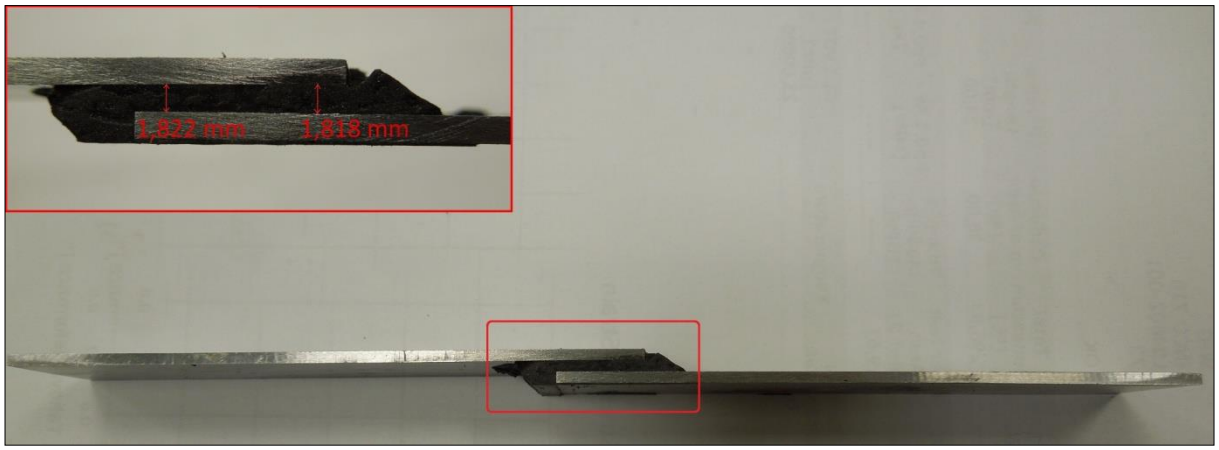
Obr.30: Množství a způsob rozvrstvení lepidla těsně před vzájemným slepením.



Obr.31: Způsob zajištění souososti ve všech směrech.



Obr.32: Zpolymerizované spoje po odstranění horního dílu přípravku (před rozebráním).

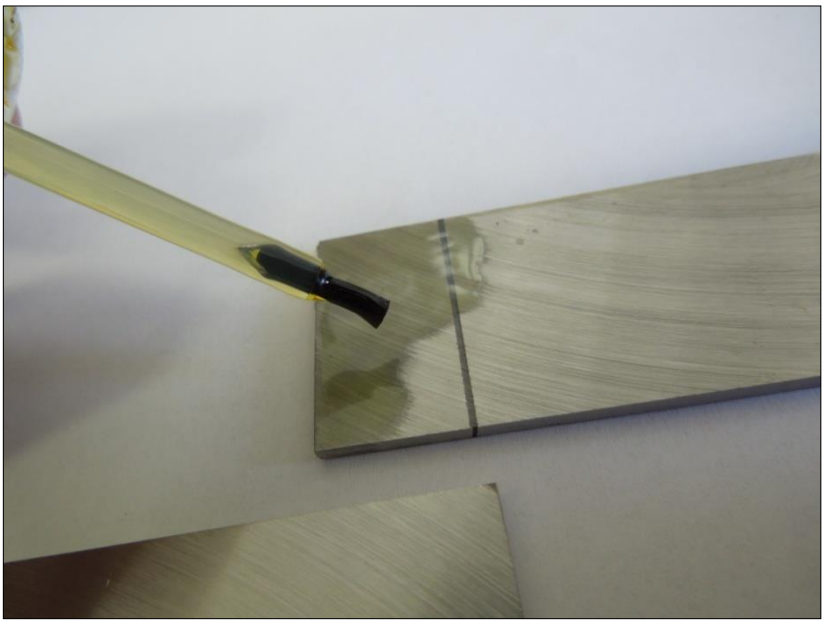


Obr.33: Výsledný spoj - minimalizace vlivu nestejnoměrnosti vrstvy lepidla na výsledky jednotlivých zkoušek[19].

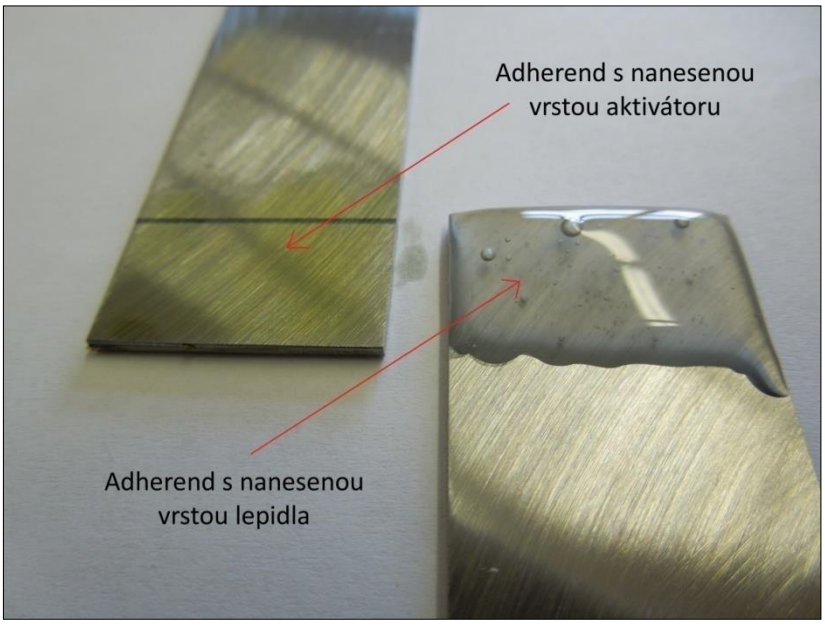
10.4.2. Příprava vzorků s lepidlem Loctite F246

Obr.34: Jednosložkové lepidlo Loctite F246 s originálním aktivátorem.

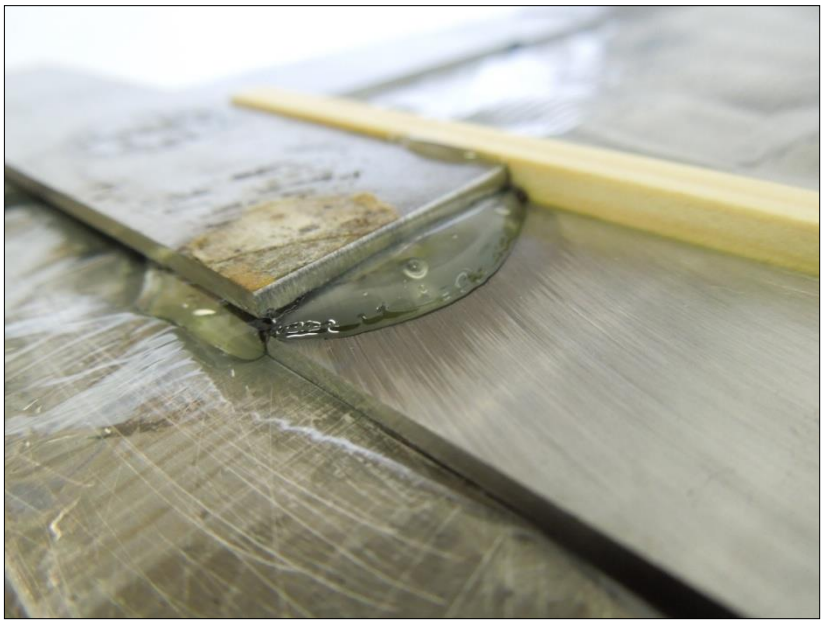
[19] Tloušťka lepených spojů byla u všech testovaný vzorků u obou lepidel přeměřena pomocí optického profilprojektoru (jak bylo zjištěno, rozdíl tloušťky lepidla na obou krajích nebyl nikdy větší jak 0,1 mm)



Obr.35: Nanášení aktivátoru pomocí štětečku.



Obr.36: Oba adherendy bezprostředně před slepením.



Obr.37: Finální vytvoření lepeného spoje.

11. Výsledky

Z naměřených hodnot bylo zjištěno jak a v jakém rozsahu má doba expozice lepeného spoje v korozním prostředí vliv na výsledky statických zkoušek i na únavovou životnost lepených přeplátovaných spojů. Dále byla zjištěna závislost rychlosti statického zatěžování na pevnost lepených spojů a závislost délky přeplátování na statické meze pevnosti ve smyku. Tyto dvě uvedené závislosti nebyly zjištěny cíleně, nýbrž jako sekundární hodnoty v důsledku zlepšování metodiky testování v průběhu experimentu.

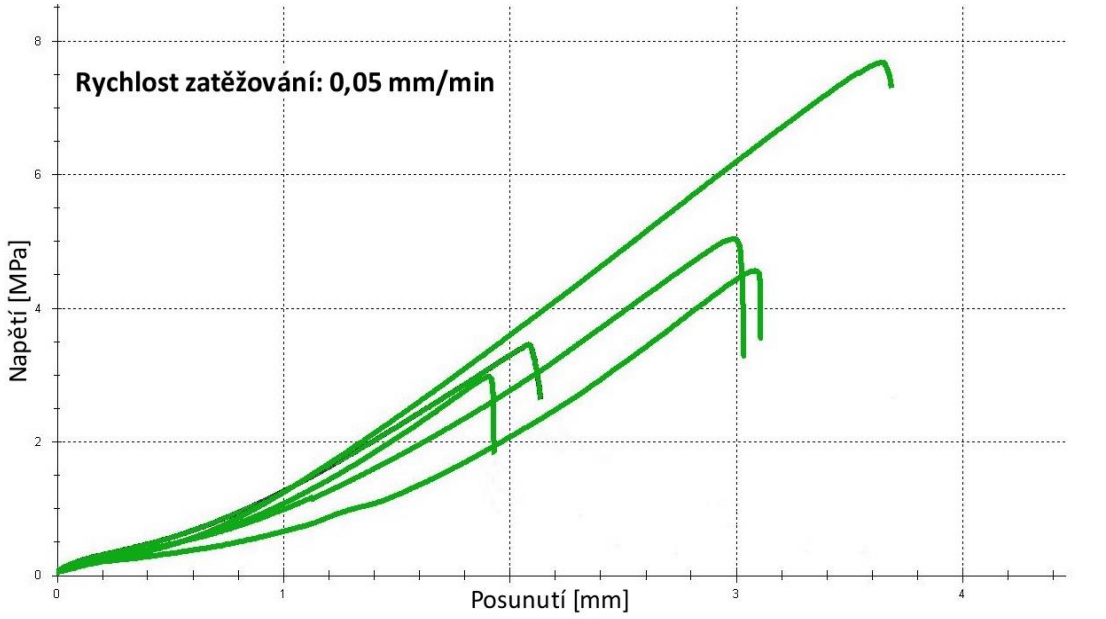
11.1. Statické testy

U statických testů bylo řízení testů řízeno posuvem. Testování probíhalo na stroji Zwick/Roell Z005. Korozní prostředí bylo následující: 100% vlhkost, teplota 40 °C, expozice 48 hodin.

11.1.1. Loctite F246

Rychlost zatěžování mm/min	Označení vzorku	F_{max} [N]	S [mm^2]	R_m [MPa]	Charakter lomu
0,05	Loc_1	1174,5	340,2	**3,45**	100% adheze
	Loc_2	1537,9	337,6	**4,56**	100% adheze
	Loc_3	1661,2	330,1	**5,03**	100% adheze
	Loc_4	947,9	318,7	**2,97**	100% adheze
	Loc_5	2539,8	330,9	**7,68**	50% adheze, 50% koheze
0,5	Loc_6	1717,7	330	**5,21**	100% adheze
	Loc_7	3028,5	330	**9,18**	100% adheze
	Loc_8	1607,3	330	**4,87**	100% adheze
	Loc_9	3595,0	330	**10,89**	100% adheze
	Loc_10	2436,3	330	**7,38**	100% adheze
1,3	Loc_11	4899,2	362,5	**13,52**	100% adheze
	Loc_12	4889,5	370	**13,21**	100% adheze
	Loc_13	3308,0	350	**9,45**	100% adheze
	Loc_14	842,7	150	**5,62**	100% adheze
	Loc_15	4453,3	350	**12,72**	100% adheze
1,3 KOROZE	Loc-kor_1	3169,2	342,5	**9,25**	85% adheze, 15% koheze
	Loc-kor_2	3457,6	345,0	**10,02**	100% adheze
	Loc-kor_3	3432,6	331,25	**10,36**	100% adheze
	Loc-kor_4	2057,1	342,5	**6,01**	100% adheze
	Loc-kor_5	3610,8	332,5	**10,86**	80% adheze, 20% koheze

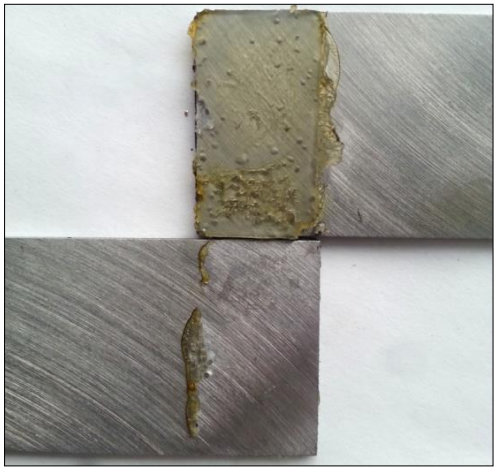
Tab.4: Výsledky ze statické tahové zkoušky ve smyku při různých rychlostech zatěžování + expozice v korozním prostředí.



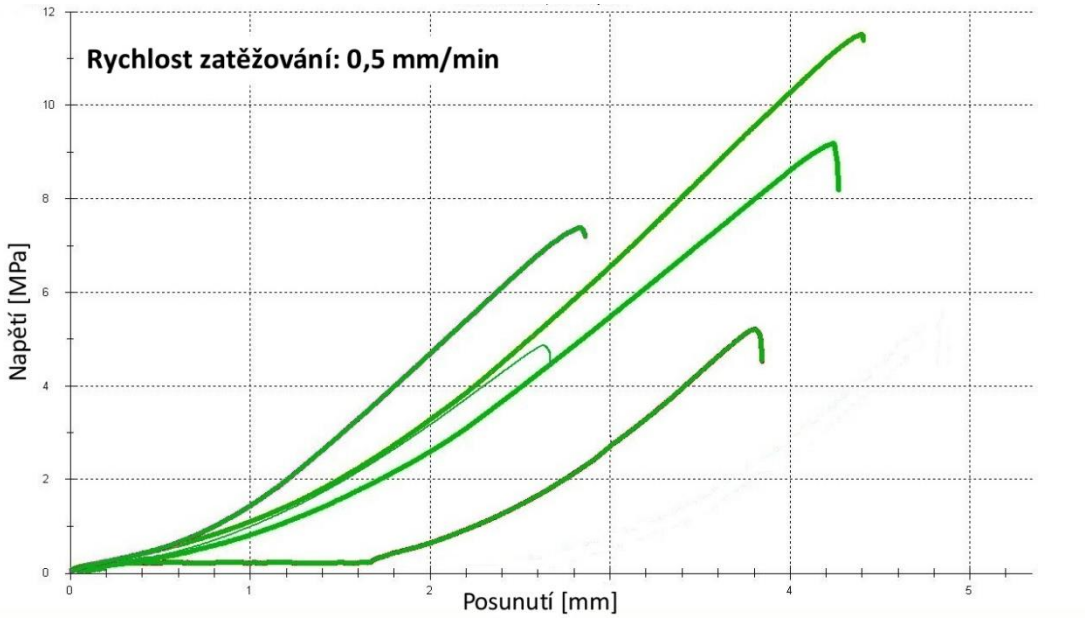
Graf 5: Tahové diagramy - lepidlo Loctite - 0,05 mm/min - (vzorky Loc_1-5).

U vzorku Loc_4 bylo po testu zjištěno, že téměř 10 % lepené plochy nebylo řádně slepeno. Z tohoto důvodu tento vzorek dosáhl nejnižší hodnoty meze pevnosti.

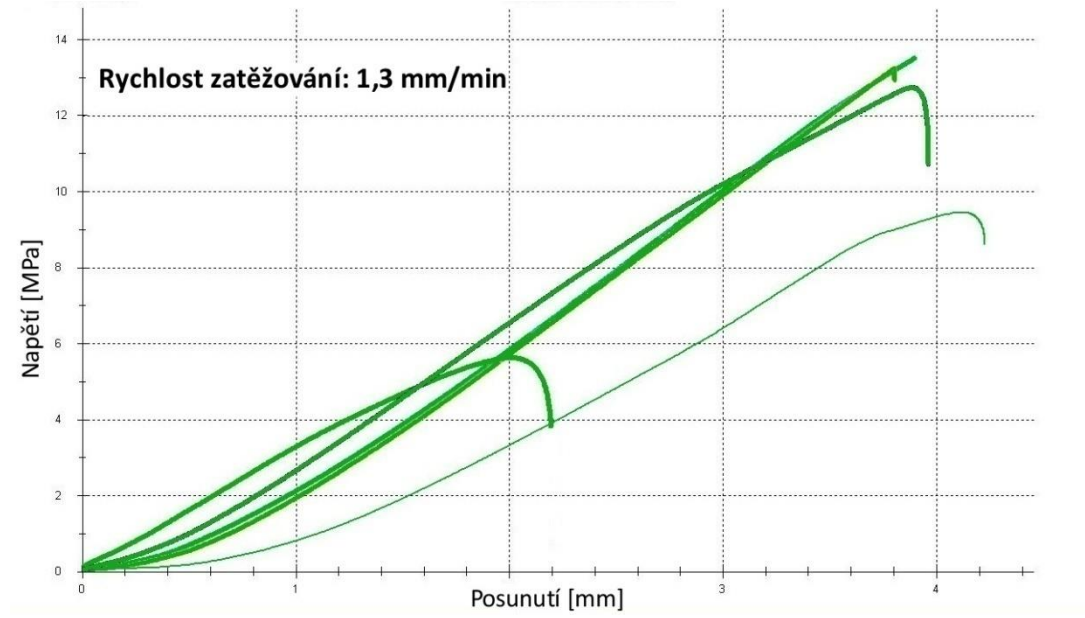
Obr.38: Charakter lomu: 50 % koheze, 50 % adheze (vzorek Loc_5).



Obr.39: Charakter lomu: 100 % adheze.

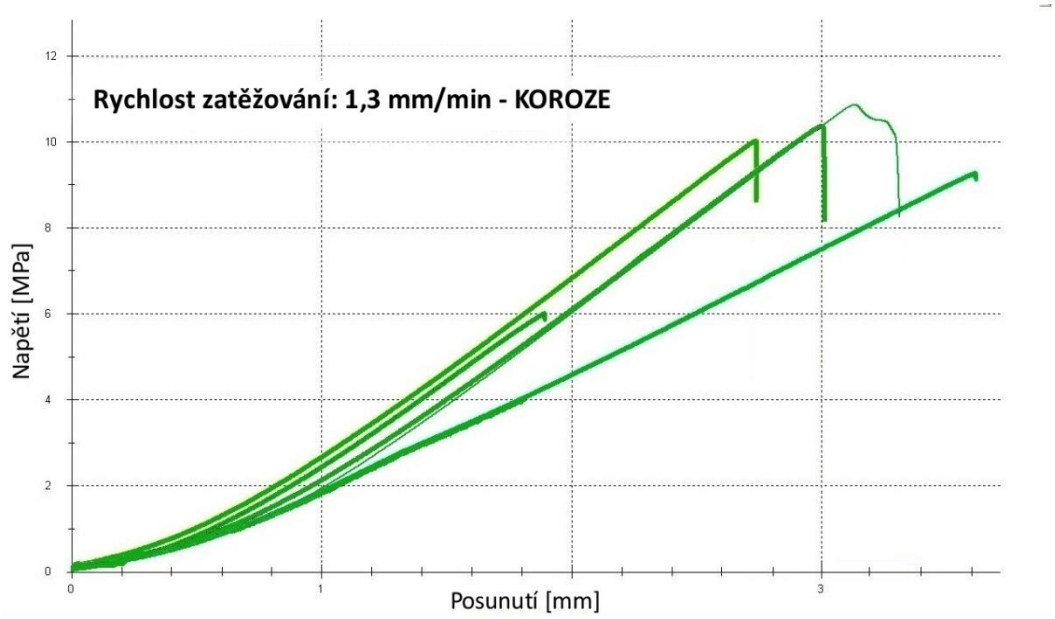


Graf 6: Tahové diagramy - lepidlo Loctite - 0,5 mm/min - (vzorky Loc_6-10).

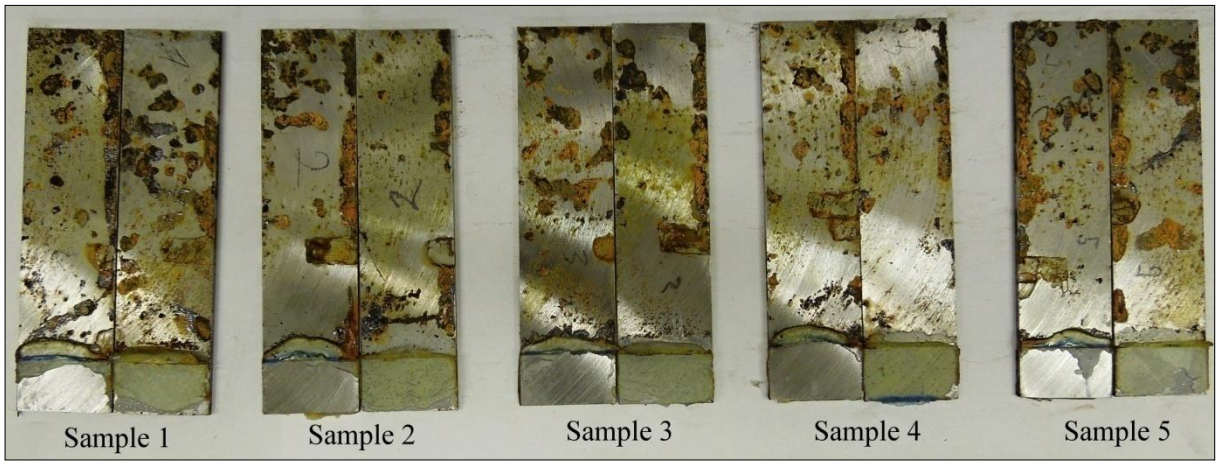


Graf 7: Tahové diagramy - lepidlo Loctite - 1,3 mm/min - (vzorky Loc_11-15).

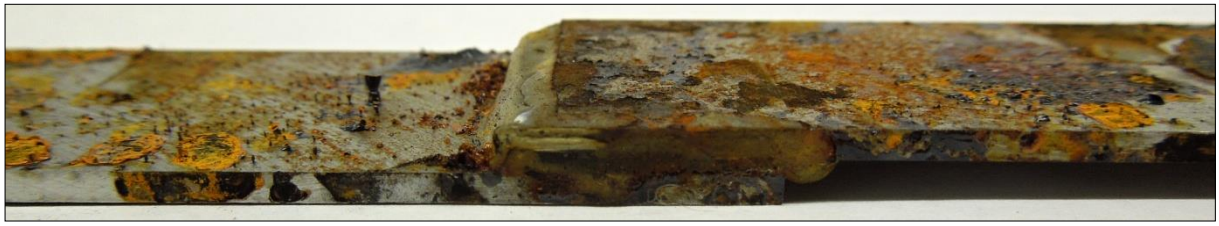
U vzorku Loc_14 bylo po testu zjištěno, že část lepené plochy nebyla řádně slepena. Dále zde nebylo dosaženo konstantní vrstvy lepidla v celém slepu. Z těchto důvodu dosáhl vzorek nejnižší hodnoty meze pevnosti při dané rychlosti zatěžování.



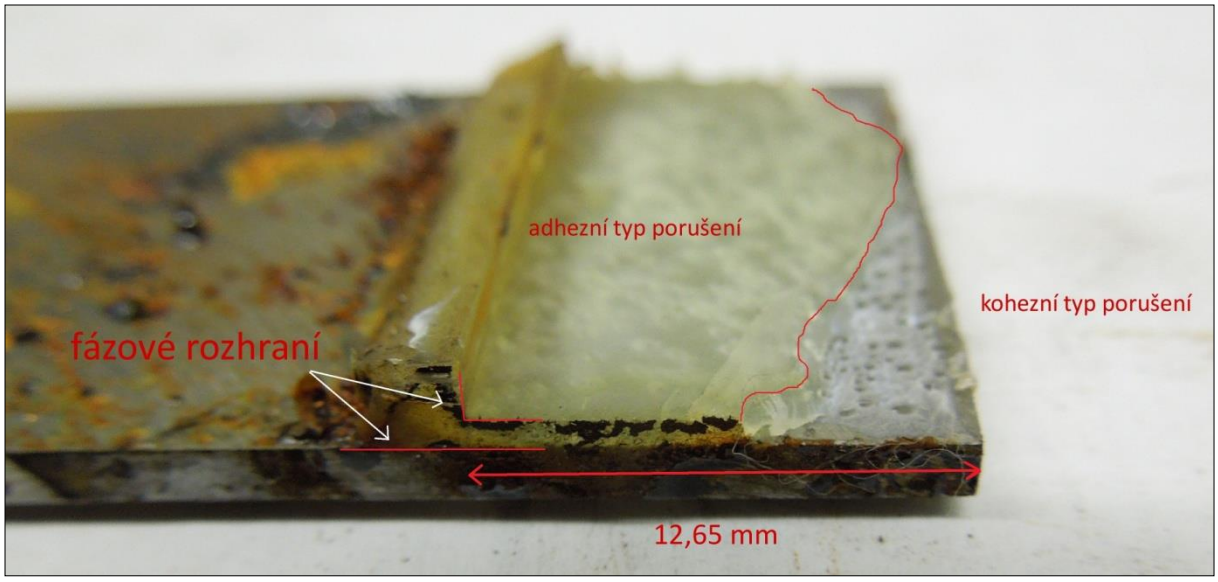
Graf 8: Tahové diagramy - lepidlo Loctite - 1,3 mm/min - (vzorky Loc-kor_1-5) [expozice v korozním prostředí].



Obr.40: Lomové plochy přeplátovaných spojů po provedené statické tahové zkoušce ve smyku, které byly vystaveny 100% vlhkosti po dobu 48 hodin v korozní komoře.



Obr.41: Spoj vytvořený akrylátovým lepidlem Loctite F246, který byl vystaven 100% vlhkosti po dobu 48 hodin v korozní komoře.

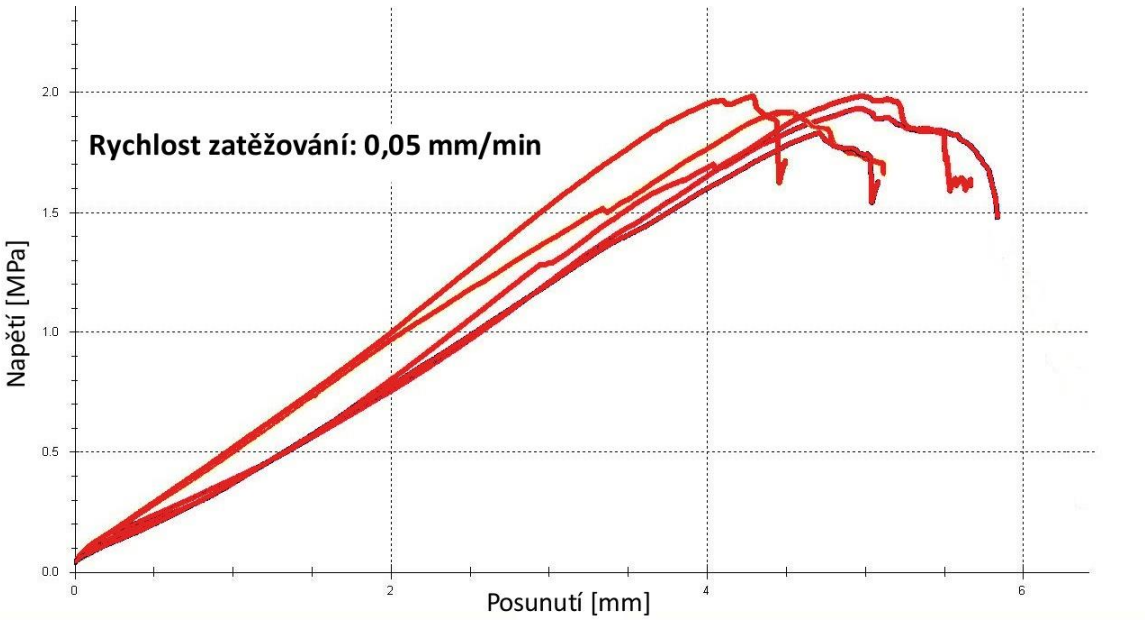


Obr.42: Detail lomové plochy po statické zkoušce ve smyku tahem.

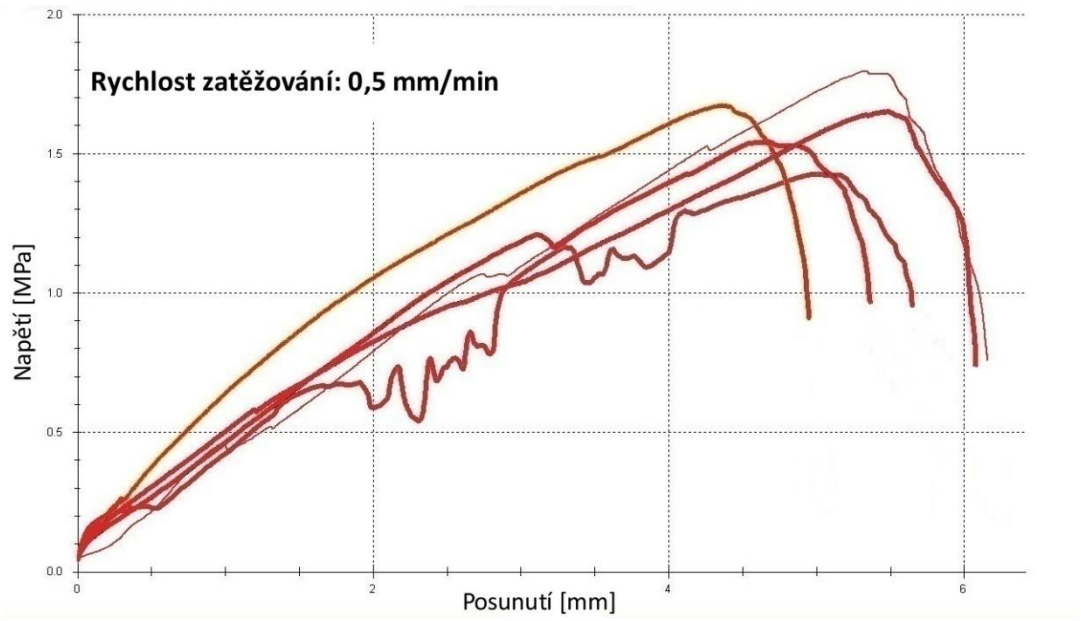
11.1.2. Teroson MS 9220

Rychlost zatěžování mm/min	Označení vzorku	F_{max} [N]	S [mm^2]	R_m [MPa]	Charakter lomu
0,05	Ter_1	656,4	339,8	**1,93**	100% koheze
	Ter_2	666,4	348,3	**1,91**	100% koheze
	Ter_3	690,5	348	**1,98**	100% koheze
	Ter_4	716,9	361,4	**1,98**	100% koheze
	Ter_5	641,5	350,5	**1,83**	100% koheze
0,5	Ter_6	469,9	330	**1,42**	100% koheze
	Ter_7	551,3	330	**1,67**	100% koheze
	Ter_8	508,6	330	**1,54**	100% koheze
	Ter_9	592,7	330	**1,80**	100% koheze
	Ter_10	544,3	330	**1,65**	100% koheze
1,3	Ter_11	532,8	337,5	**1,58**	100% koheze
	Ter_12	519,0	362,5	**1,43**	100% koheze
	Ter_13	443,3	330	**1,34**	100% koheze
	Ter_14	435,4	337,5	**1,29**	100% koheze
	Ter_15	531,4	347,5	**1,53**	100% koheze
1,3 KOROZE	Ter-kor_1	717,6	337,5	**2,13**	95% koroze, 5% adheze
	Ter-kor_2	582,9	355	**1,64**	95% koroze, 5% adheze
	Ter-kor_3	603,8	362,5	**1,67**	100% koheze
	Ter-kor_4	521,3	362,5	**1,44**	100% koheze
	Ter-kor_5	507,7	355	**1,43**	100% koheze

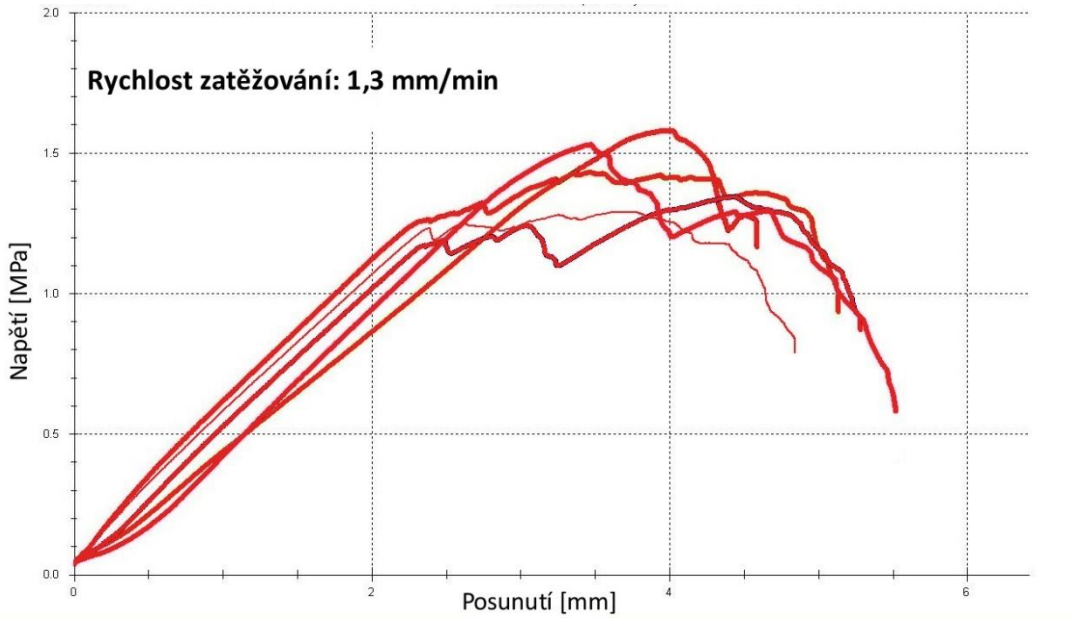
Tab.5: Výsledky statické pevnosti ve smyku tahem při různých rychlostech zatěžování + expozice v korozním prostředí.



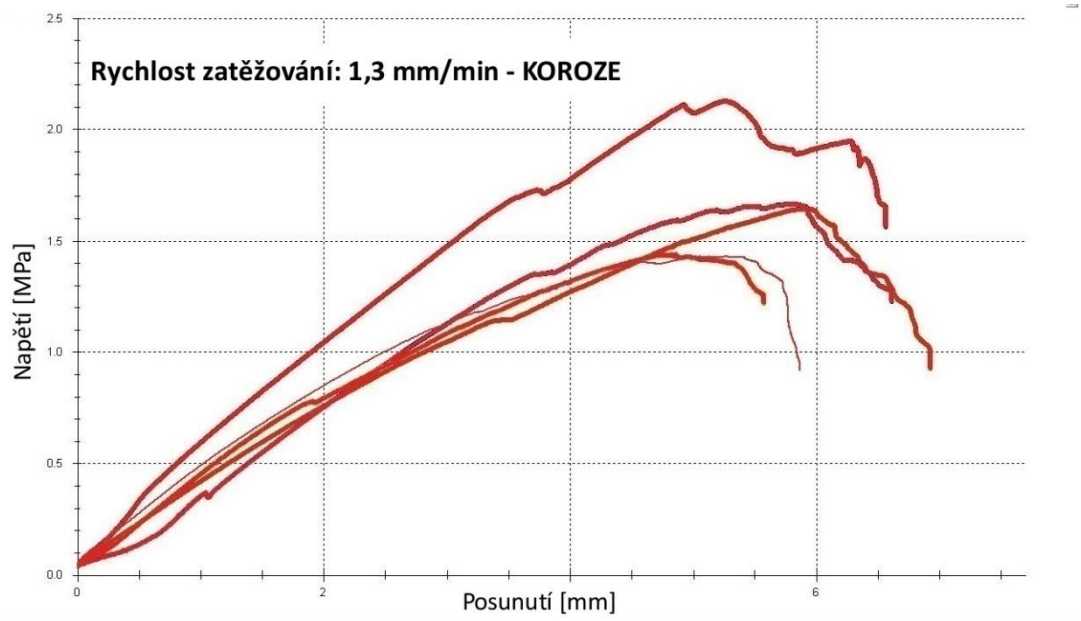
Graf 9: Tahové diagramy - lepidlo Teroson - 0,05 mm/min - (vzorky - Ter_1-5).



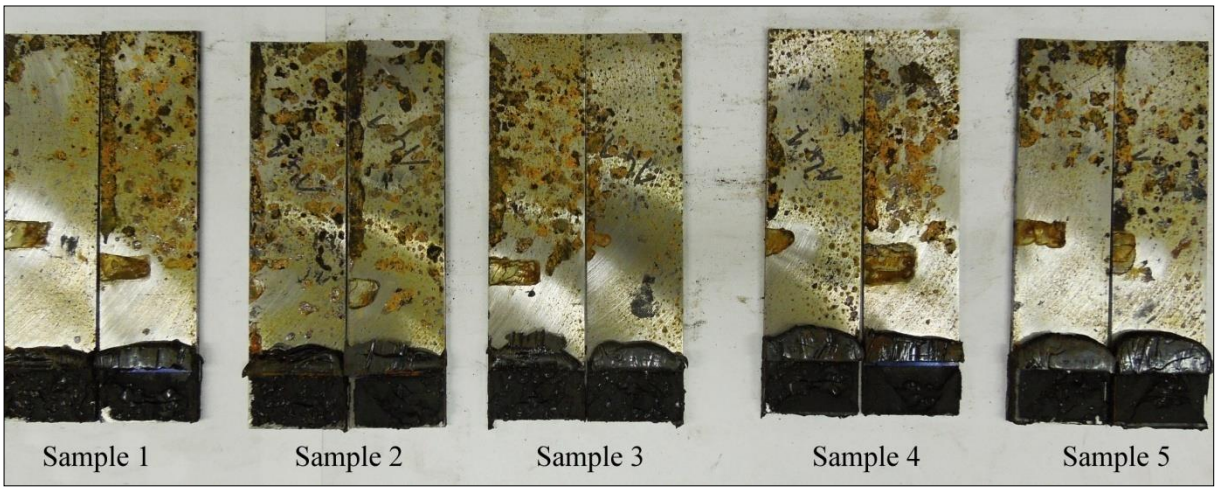
Graf 10: Tahové diagramy - lepidlo Teroson - 0,5 mm/min - (vzorky - Ter_6-10).



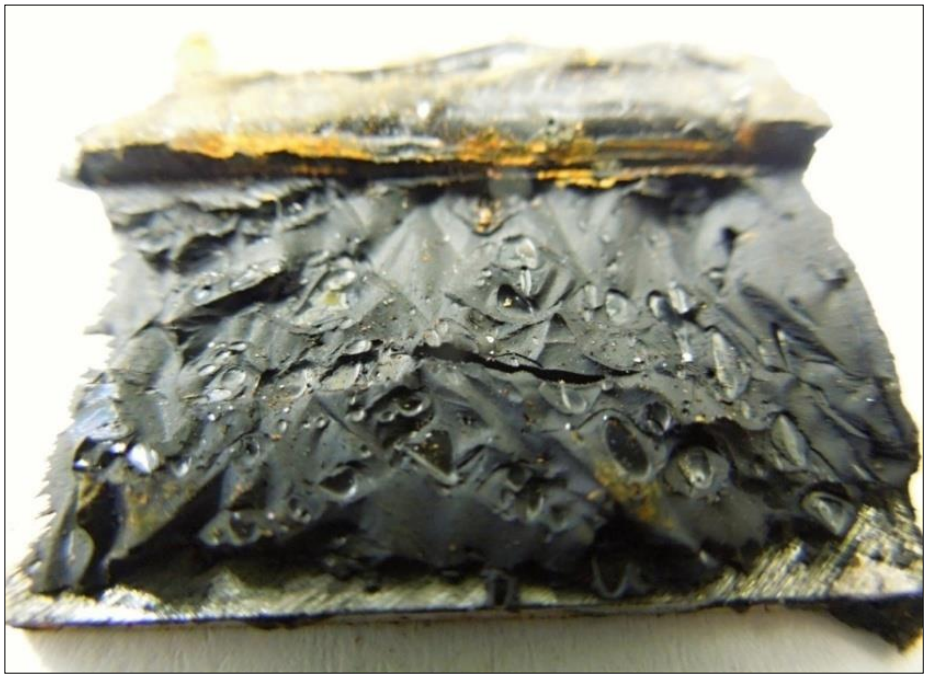
Graf 11: Tahové diagramy - lepidlo Teroson - 1,3 mm/min - (vzorky - Ter_11-15).



Graf 12: Tahové diagramy - lepidlo Teroson - 1,3 mm/min - (vzorky - Ter-kor_1-5) [expozice v korozním prostředí].



Obr.43: Lomové plochy přeplátovaných spojů po provedené statické tahové zkoušce ve smyku, které byly vystaveny 100% vlhkosti po dobu 48 hodin v korozní komoře.

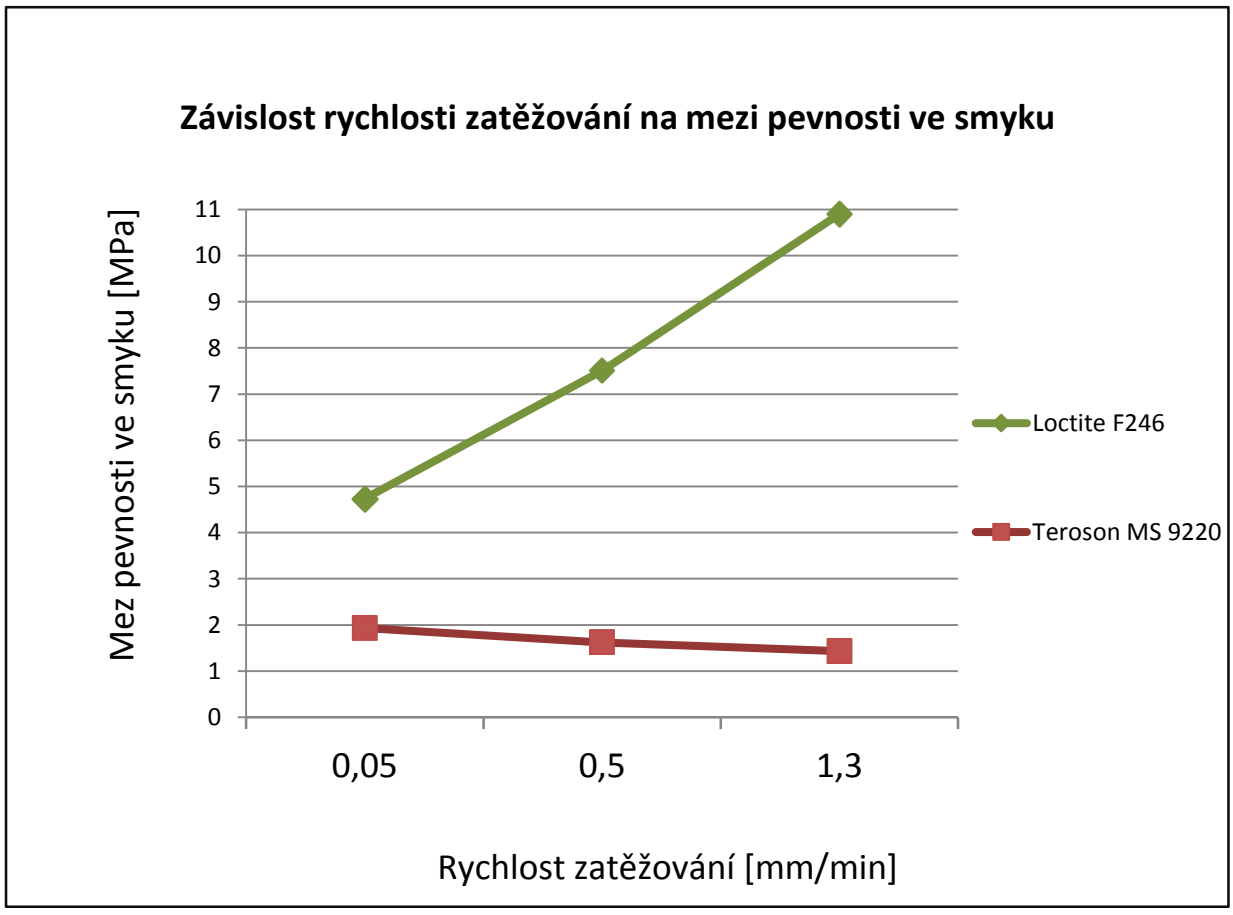


Obr.44: Detail lomové plochy lepeného spoje vystaveného korozi.

11.1.3. Souhrn výsledků standardních statických testů

Rychlost zatěžování (mm/min)	Loctite F246		Teroson MS 9220	
	Rm [MPa]	SD	Rm [MPa]	SD
0,05	4,74	1,84	1,93	0,06
0,5	7,51	2,58	1,62	0,14
1,3	10,90	3,37	1,43	0,12

Tab.6: Souhrnné výsledky standardních statických testů obou lepidel při různých rychlostech zatěžování[20].



Graf 13: Závislost rychlosti testování na výsledných hodnotách meze pevnosti obou lepidel.

[20] I přes důkladné dodržení shodného postupu přípravy povrchů vzorků a minimalizaci vnějších vlivů (teplota, vlhkost, rychlost nanesení lepidla a aktivátoru, časová prodleva spojení obou dílů) se u lepidla Loctite F246 nepodařilo dosáhnout akceptovatelné směrodatné odchylky.

Z grafu 13 vyplývá, že rychlost zatěžování při statických zkouškách má na výsledné hodnoty zcela zásadní vliv. Dle americké normy ASTM D1002 musí být rychlost posuvu příčníku 1,3 mm/min a to až do přetržení slepu [16]. Snižování této rychlosti se u lepidla Loctite F246 projevovalo snižováním meze pevnosti ve smyku. Z grafu je patrné, že pokud se rychlost snížila až na 0,05 mm/min, snížila se též mez pevnosti ve smyku z 10,9 MPa na 4,74 MPa.

Lepidlo Teroson MS 9220 zareagovalo na změnu rychlosti zcela opačně. Rychlost 0,05 mm/min měla o proti referenční rychlosti 1,3 mm/min za následek 35% nárůst meze pevnosti ve smyku.

Toto chování lze částečně vysvětlit odlišnou povahou obou lepidel ve vytvrzeném stavu. Zatímco akrylátové lepidlo je relativně tvrdé, křehké, citlivé na rázy a má výrazně vyšší Youngův modul pružnosti v tahu, lepidlo Teroson je velmi houževnaté, poddajné a na rázy necitlivé.

11.1.4. Výsledky statických testů, které byly vystaveny koroznímu prostředí

Rychlost zatěžování (mm/min)	Loctite F246		Teroson MS 9220	
	Rm [MPa]	SD	Rm [MPa]	SD
1,3 (Koroze)	**9,30**	1,93	**1,66**	0,28
1,3 (Běžné podmínky)	**10,90**	3,37	**1,43**	0,12

Tab.7: Souhrnné výsledky vzorků, jež byly vystaveny koroznímu prostředí (100% vlhkost, doba expozice 48 hodin, teplota 40 °C).

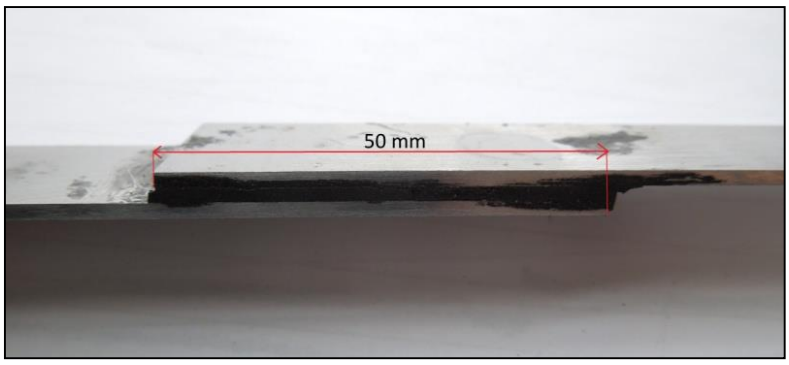
Z naměřených hodnot plyne, že dvoudenní expozice v daném korozním prostředí má u akrylátového lepidla Loctite F246 za následek pouze mírný pokles meze pevnosti ve smyku. Konkrétně z 10,9 MPa na 9,3 MPa.[21]

Lepidlo Teroson MS 9220 naopak na dvoudenní expoziční dobu ve 100% vlhkosti zareagovalo mírným zvýšením pevnosti ve smyku (z 1,43 MPa na 1,66 MPa). Tento mírný nárůst lze vysvětlit následovně. Lepidla na bázi MS polymeru se vytvrzují na základě vzdušné vlhkosti. 100% vlhkost a zvýšená teplota tak vedla k důkladnějšímu vytvrzení a to i ve středu spoje. Výrobcem daná doba prosychání je 3,5 mm/24 hodin. Při dané geometrii vzorku by měl být tedy slep bezpečně vytvrzen již po 96 hodinách. Avšak ani po 168 hodinách tomu tak u většiny vzorků nebylo. Pouze u vzorků vystavených koroznímu prostředí byly všechny lepené spoje v celém objemu dokonale vytvrzené.

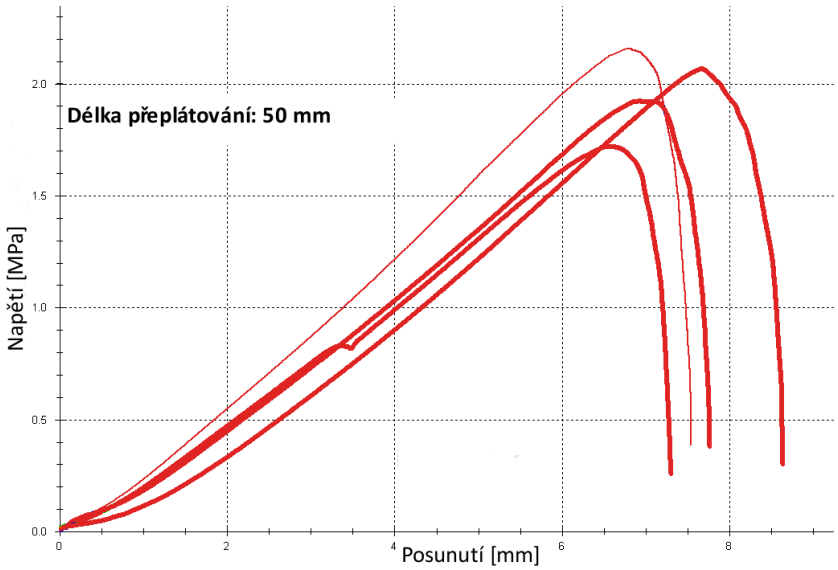
[21] Výsledky pevnosti ve smyku vzorků z korozního prostředí byly porovnány s klasickými tahovými zkouškami při stejné referenční rychlosti zatěžování a to 1,3 mm/min tak, jak ukládá platná norma ASTM D1002.

11.1.5. Vliv délky přeplátování na statickou pevnost ve smyku

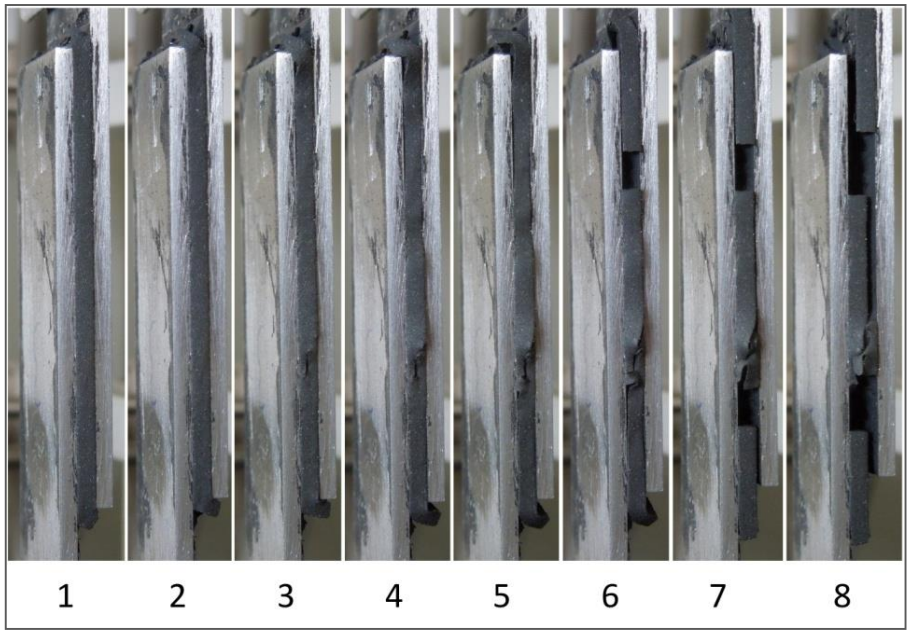
Účelem čtyřnásobného zvětšení délky přeplátování z 12,5 mm na 50 mm bylo ověřit, zda jsou naměřené pevnostní hodnoty závislé na délce přeplátování či nikoliv. Při standardní délce přeplátování 12,5 mm byla průměrná hodnota meze pevnosti ve smyku při rychlosti 1,3 mm/min 1,43 MPa. Průměrná výsledná mez pevnosti ve smyku při stejné rychlosti zatěžování a při 50 mm přeplátování byla 1,97 MPa. Tento cca 38% nárůst hodnoty meze pevnosti potvrzuje vzájemnou závislost délky přeplátování a pevnosti slepu. Tento fakt dále podporuje skutečnost, že průměrná délka prodloužení slepu (při délce přeplátování 12,5 mm) na mezi pevnosti byla kolem 5 mm. Při délce přeplátování 50 mm vzrostla tato hodnota na výsledných 7 mm. Dalším významným poznatkem bylo to, že se na grafech již neobjevovaly prokluzy a poskoky a to zejména v oblastech okolo meze pevnosti. Grafy byly vlivem čtyřnásobně větší délky přeplátování hladké, bez poskoků, a vždy po dosažení meze pevnosti ve smyku došlo k náhlému poklesu napětí ve spoji. To ovšem nelze prohlásit u spojů s délkou přeplátování 12,5 mm. Vliv délky přeplátování na statickou pevnost ve smyku je jednoznačný.



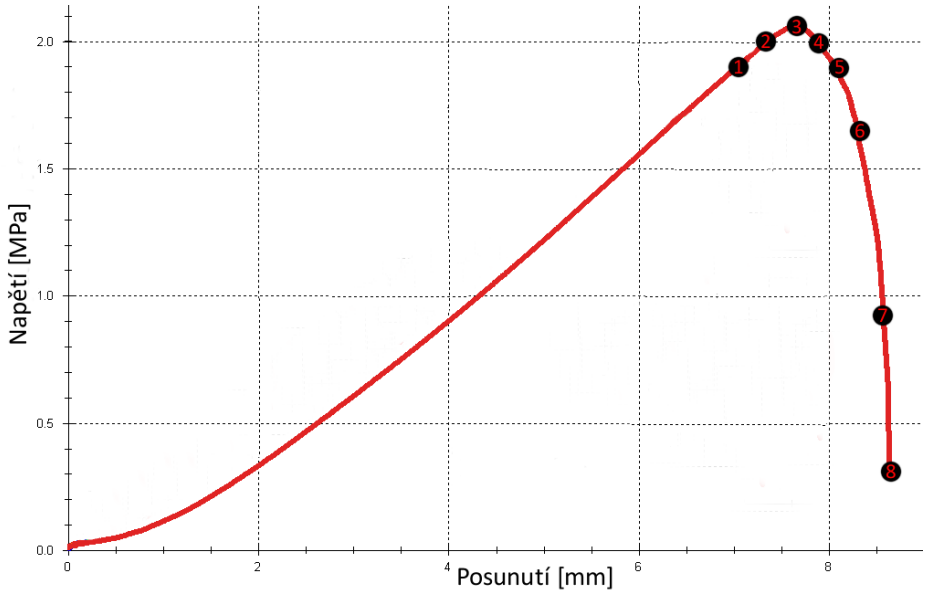
Obr.45: Lepený spoj s délkou přeplátování 50 mm (4 x 12,5 mm).



Graf 14: Tahové diagramy - lepidlo Teroson - 1,3 mm/min - délka přeplátování: 50 mm.



Obr.46: Fotografie pořízené sekvenčním zobrazením, znázorňující chování slepu na mezi pevnosti.



Graf 15: Tahový diagram s vyznačenými body, které spolu s obr. 46 charakterizují napěťově deformační stav lepeném spoji.

Obr.47: Detail lomových ploch s délkou přeplátování 50 mm a s patrnou nevytvrzenou středovou oblastí po 360 hodinách zasychání lepidla.

Rychlost zatěžování mm/min	Označení vzorku	F_{max} [N]	S [mm^2]	R_m [MPa]	Charakter lomu
1,3	Ter_50_1	2171,0	1262,2	**1,72**	100% koheze
	Ter_50_2	2427,7	1264,4	**1,92**	100% koheze
	Ter_50_3	2586,2	1255,4	**2,06**	100% koheze
	Ter_50_4	2717,6	1,258,1	**2,16**	100% koheze

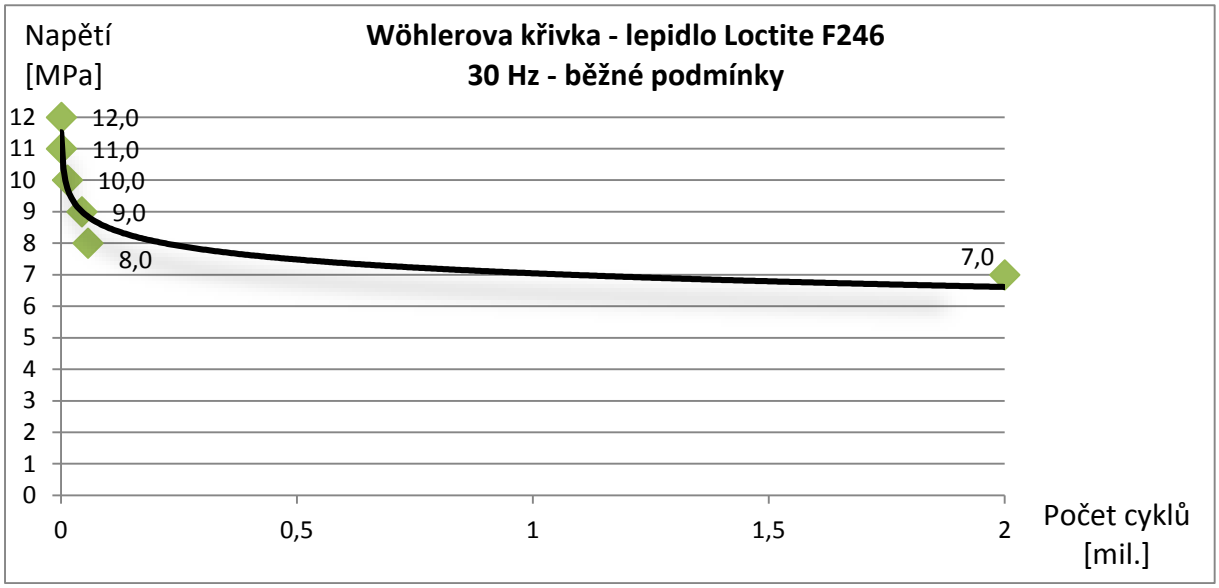
Tab.8: Výsledky statické zkoušky ve smyku tahem naměřené se čtyřnásobnou délkou přeplátování (měřená plocha nebyla korigována o plochu nevytvrzeného středu).

11.2. Dynamické testy

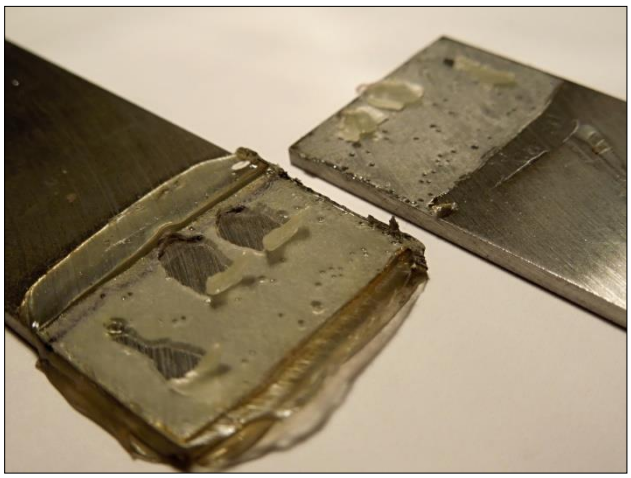
11.2.1. Loctite F246

V kapitole 10.2. byl popsán postup pro stanovení koeficientu nesouměrnosti cyklu R = 0,1. Frekvence byla zvolena 30 Hz. Protože testování probíhalo v režimu síly, bylo nutné pro reprezentativní vytvoření Wöhlerovy křivky vhodně volit hodnoty hladin napětí, na kterých zatěžování probíhalo. Hodnoty byly voleny v rozsahu 6 až 12 MPa.

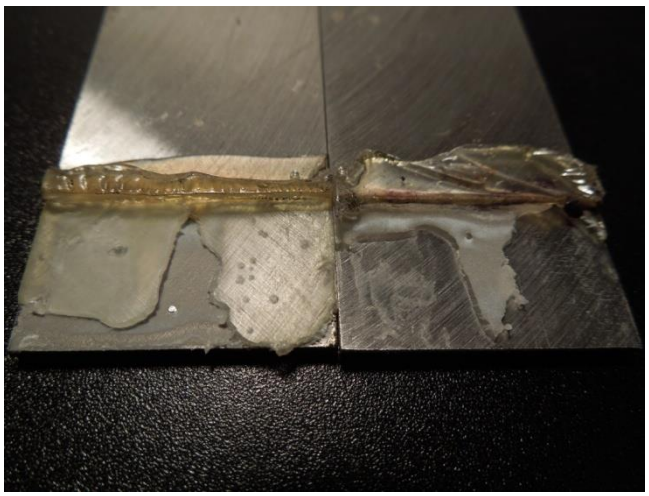
11.2.1.1. Wöhlerova křivka tvořená korozním prostředím neovlivněnými vzorky



Graf 16: Wöhlerova křivka vytvořena ze vzorků testovaných za běžných podmínek.



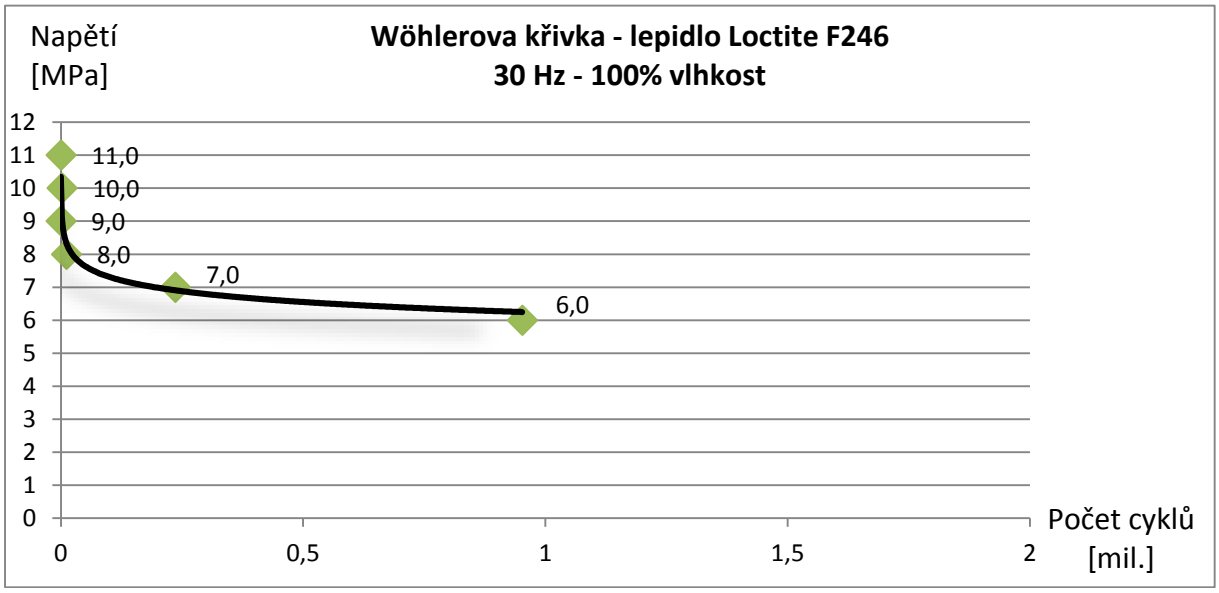
Obr.48: Typická únavová lomová plocha adhezivně-kohezivního porušení s větším podílem kohezního typu porušení.



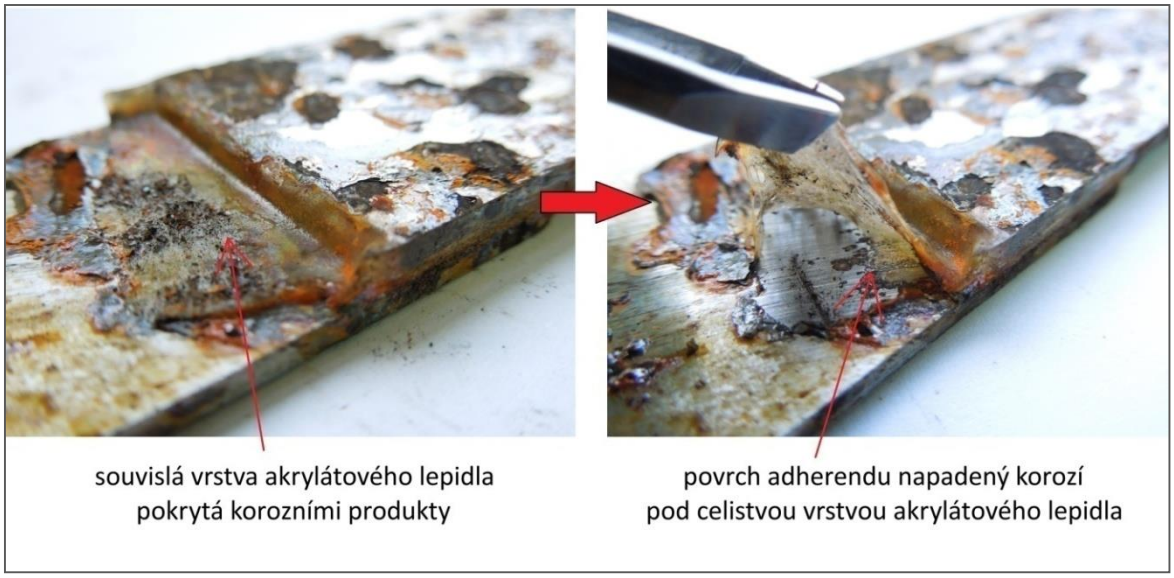
Obr.49: Lomová plocha cyklicky zatěžovaného vzorku (max. napětí 12 MPa, počet cyklů = 801).

11.2.1.2. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v prvním korozním prostředí

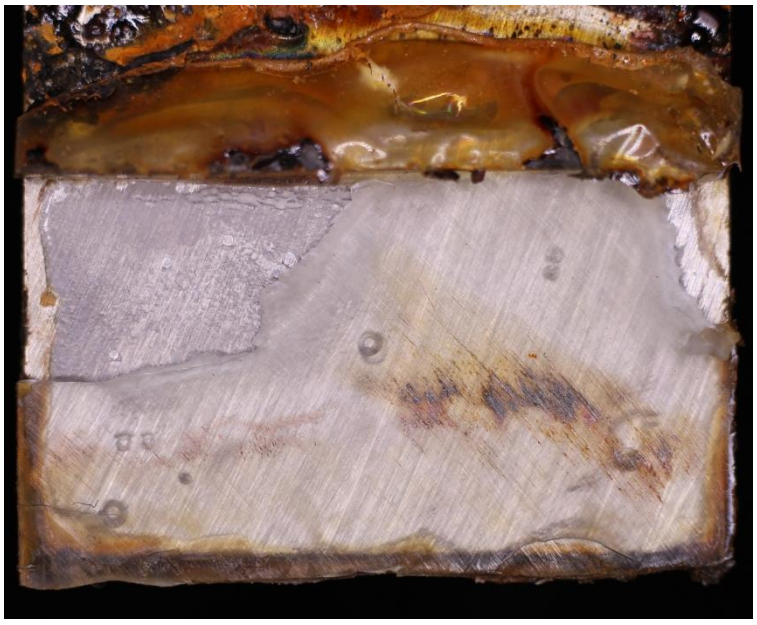
Wöhlerova křivka získaná z naměřených hodnot vzorků vystavených prvnímu koroznímu prostředí měla výrazně nižší průběh než křivka vytvořená ze vzorků testovaných při běžných podmínkách. Z níže popsaných důvodů tomu tak bylo u všech vzorků na všech testovacích hladinách.



Graf 17: Wöhlerova křivka sestavená pro první korozní prostředí.



Obr.50: Důkaz o pronikání vlhkosti akrylátovým lepidlem.

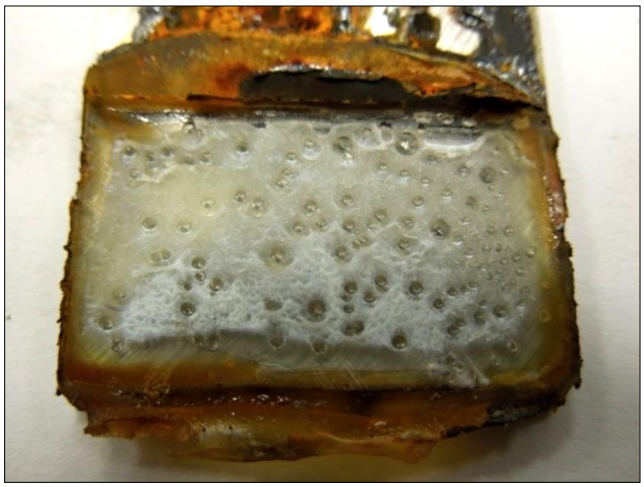


Obr.51: Jasně zřetelná, prvním korozním prostředím ovlivněná, obvodová ale i středová oblast spoje (cca 80% adhezní lom).

Na obr. 51 je vyobrazena lomová plocha lepeného spoje, ze které je patrné, že korozní produkty vnikly mezifázovým rozhraním až do středu lepené plochy. Tento jev se vyskytoval jen u spojů ovlivněných prvním korozním prostředím. Charakteristickým rysem porušení lepeného spoje dále bylo, že 100 % testovaných vzorků z tohoto prostředí mělo porušenou celou obvodovou část slepu. To bylo jednoznačně způsobeno pronikáním vody do mezifázové oblasti lepidla a adherendu. V důsledku tohoto degradačního pochodu došlo k porušení vazeb a k výraznému snížení adhezní schopnosti lepidla po celém obvodu, ale i ve středu slepu. Takto ovlivněná plocha nepřenášela během únavového testování složku smykového zatížení. V důsledku snížení účinné plochy slepu byl spoj vystaven vyšším napětím, což vedlo

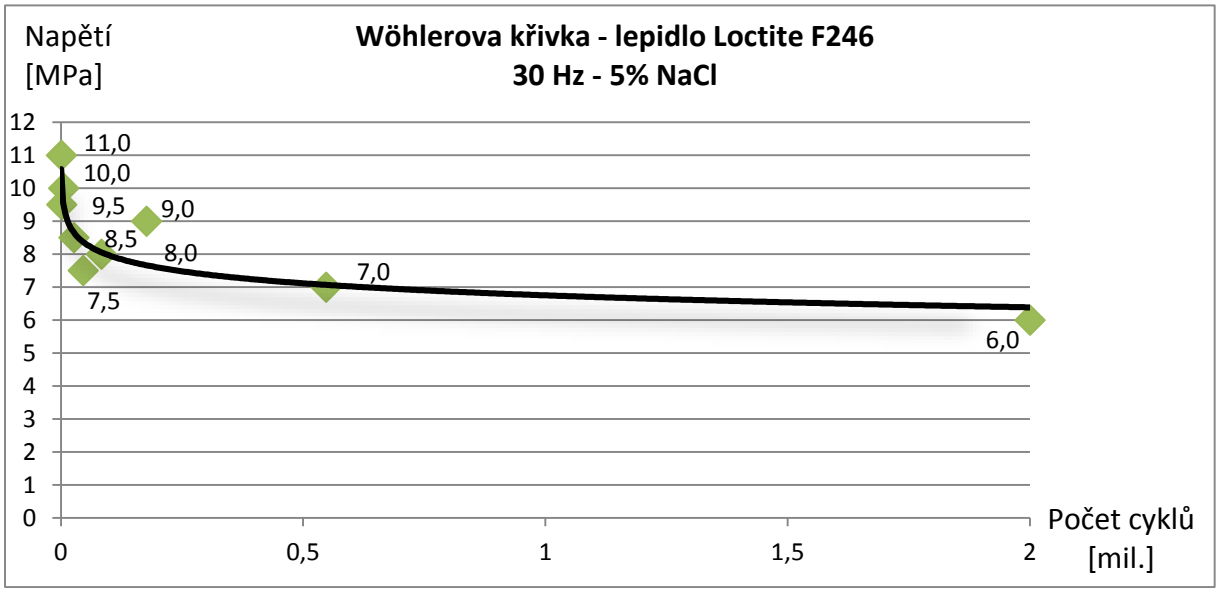
k rychlejšímu porušení lepeného spoje při dané hladině napětí. To byl důvod, proč výsledné hodnoty a z nich sestavená Wöhlerova křivka dosahovali nejnižších hodnot.

Dále docházelo k difúznímu pronikání vody do vrstvy lepidla, což zcela určitě způsobovalo změnu mechanických vlastností daného lepidla. Nelze ovšem s jistotou říci, zda tato změna měla negativní účinek na kohezní pevnost lepidla či nikoliv. Tato změna však byla zanedbatelná oproti působení vody v mezifázovém prostoru. Tento jev je patrný z obr. 52 viz níže, kde je vrstva lepidla po obvodě slepu zbarvena do hnědo oranžové barvy korozních produktů.

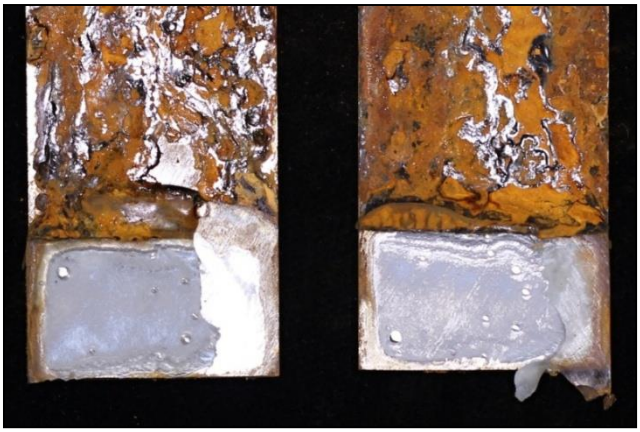


Obr.52: 100% kohezní lom (při zanedbání degradačního jevu po obvodu slepu).

11.2.1.3. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v druhém korozním prostředí

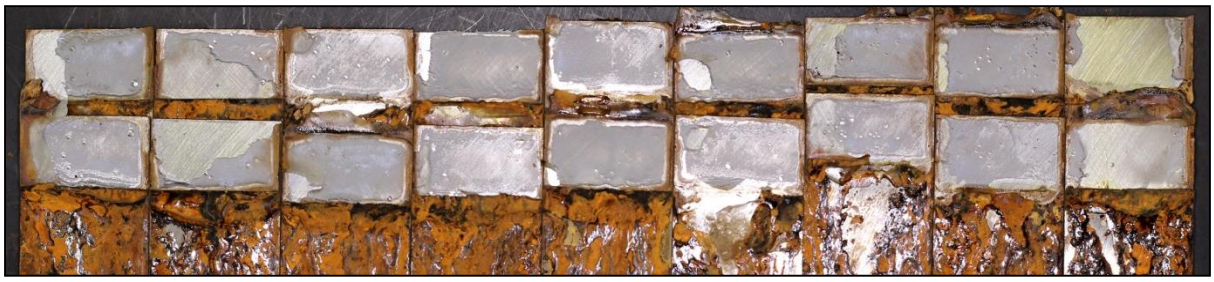


Graf 18: Wöhlerova křivka sestavená pro druhé korozní prostředí.

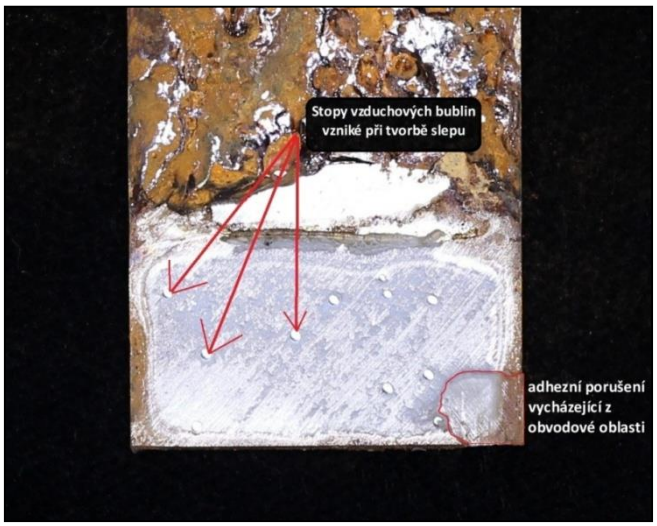


Obr.53: Typická lomová plocha vzorků exponovaných 240 hodin v NSS.

Charakter lomových ploch byl shodný jako u předchozího korozního prostředí. I zde u všech testovaných vzorků byla ovlivněna obvodová část slepu. V žádném případě ale nebyla ovlivněna středová část spoje. To byl důvod, proč únavová životnost těchto spojů byla vyšší než v prostředí 100% vlhkosti. Charakter porušení souboru vzorků byl z 80 % kohezní. Oblasti adhezního porušení se objevily na všech vzorcích a vždy vycházely z ovlivněné obvodové oblasti slepu viz obr. 54.



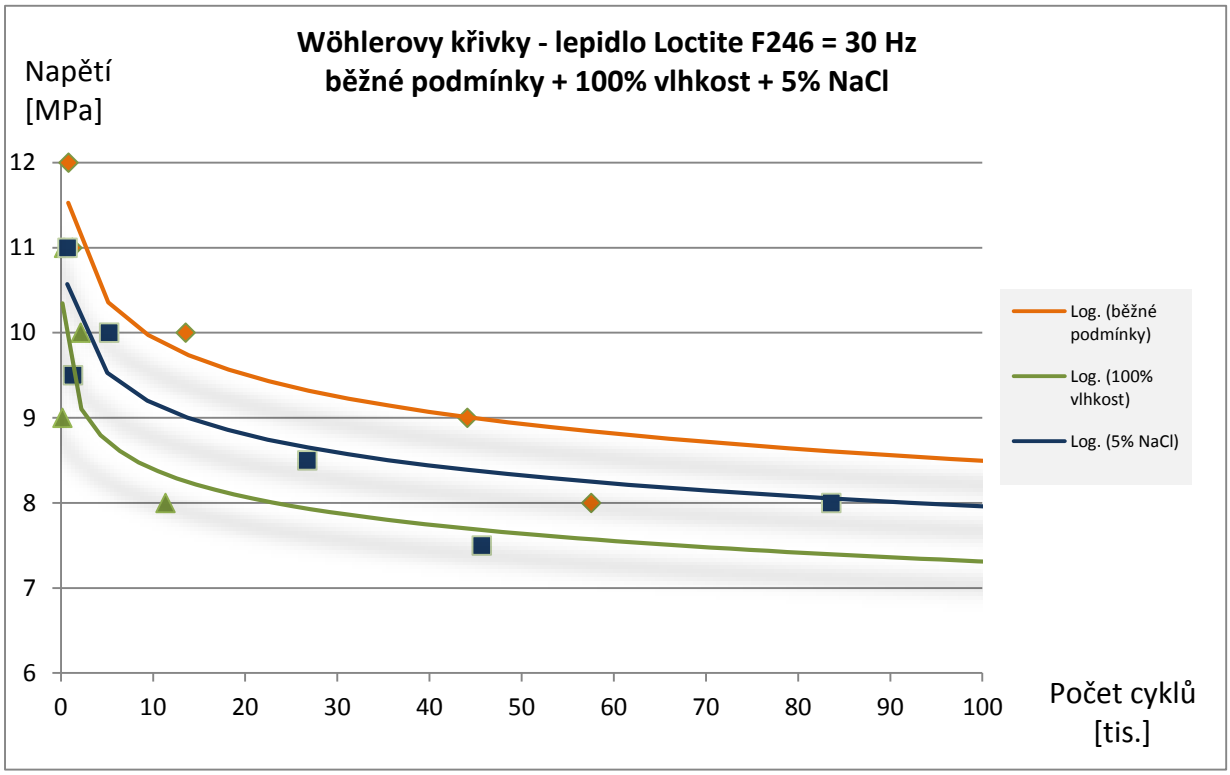
Obr.54: Vzhled lomových ploch lepidla Loctite F246 po dynamických zkouškách (NSS).



Obr.55: Detail kohezního typu porušení s nepatrnou částí adhezního typu porušení.

Koheze neboli soudržnost představuje vlastí pevnost vrstvy lepidla. Velikost koheze charakterizuje tzv. kohezní energie. Tato energie je definována jako velikost energie potřebná k odtržení jedné částice od druhé. Pokud se lepený spoj roztrhne ve vrstvě lepidla, znamená to, že adheze i pevnost lepeného materiálu je vyšší než koheze. Lomové plochy lepidla Loctite F246 byly většinou kohezního charakteru, ovšem vždy došlo k porušení v těsné blízkosti adherendu. Tento jev byl pravděpodobně způsoben použitím aktivátoru naneseného na jeden z adherendů. Aktivátor snižuje čas dosažení manipulační pevnosti a znatelně urychluje celkové vytvrzení spoje. Nevýhodou použití aktivátoru je to, že lepidlo dosahuje nižší soudržnosti.

11.2.1.4. Sumarizace výsledků z únavových zkoušek pro lepidlo Loctite F246



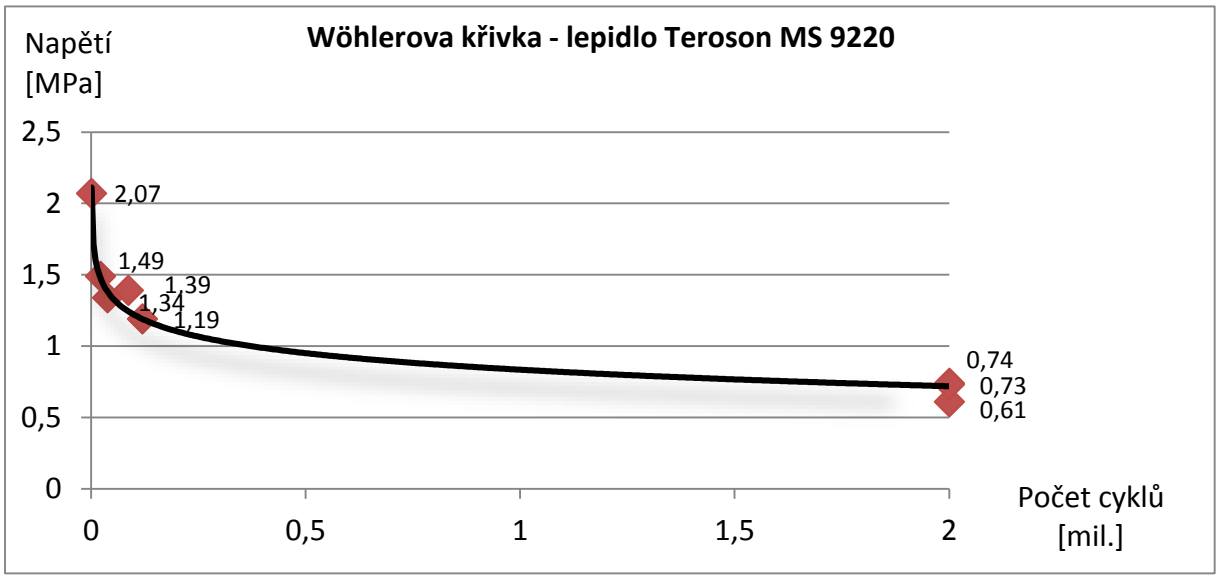
Graf 19: Průnik Wöhlerových křivek v oblasti nízkocyklové únavy.

11.2.2. Teroson MS 9220

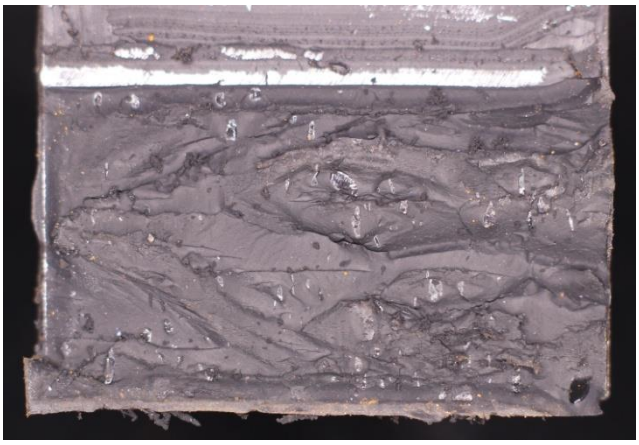
Lepidlo Teroson MS 9220 vykazovalo vysokou závislost na frekvenci. Při frekvenci 20 Hz a vyšší, docházelo k vytváření tzv. mechanických zámků. Z tohoto důvodu bylo nemožné určit okamžik porušení spoje. Frekvence proto byla snížena na 10 Hz. Při této frekvenci již k tomuto jevu nedocházelo.

Lomové plochy lepených spojů vzniklých v běžných podmínkách byly ve všech případech čistě kohezního charakteru. Desetidenní expozice v prvním korozním prostředí způsobila, že se u malého procenta spojů již vyskytovaly oblasti adhezních poruch. Prostředí solné mlhy pak zcela změnilo typ porušení spojů. U všech vzorků exponovaných v NSS byl charakter ploch z 50 až 100 % adhezivního charakteru. Tento jev pak koresponduje s naměřenými výsledky (viz grafy 20 - 23).

11.2.2.1. Wöhlerova křivka tvořená korozním prostředím neovlivněnými vzorky

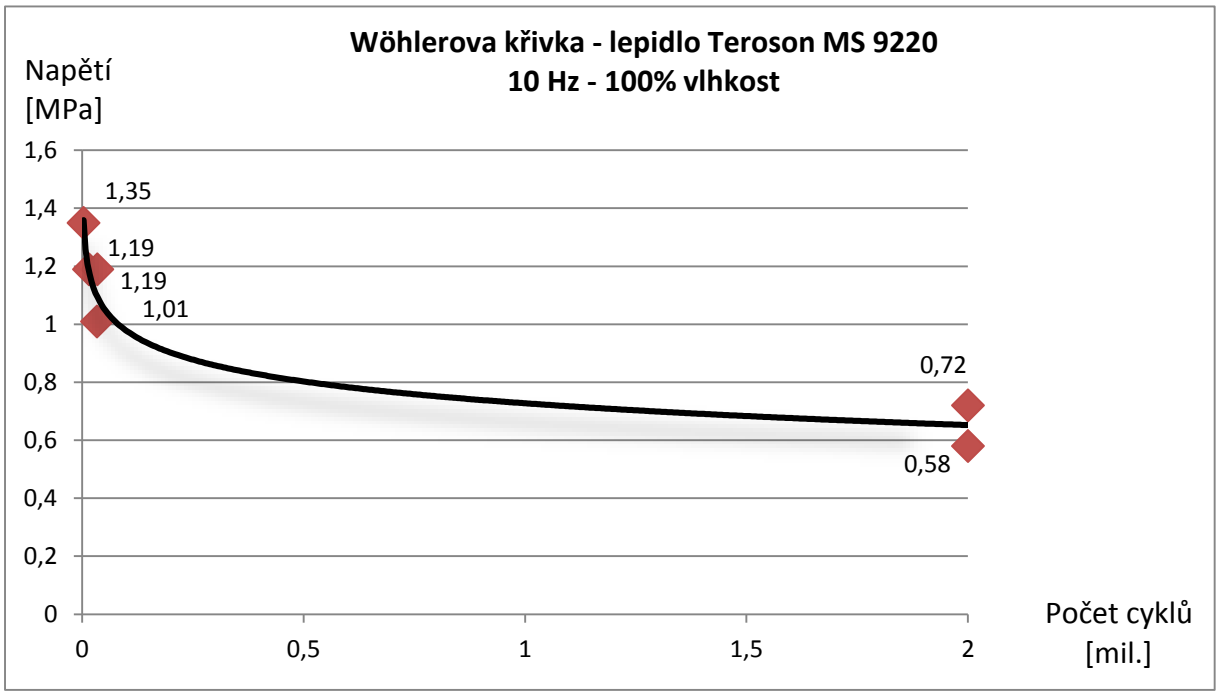


Graf 20: Wöhlerova křivka vytvořena ze vzorků testovaných za běžných podmínek.

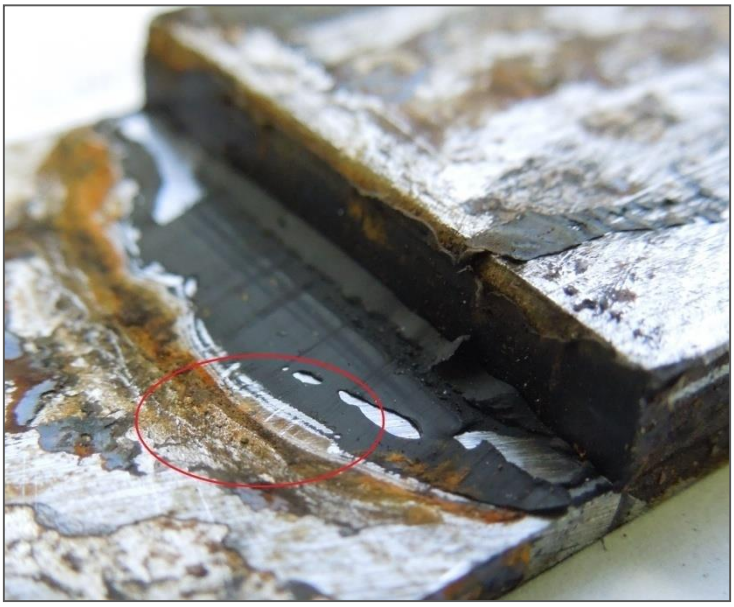


Obr.56: Typická únavová plocha lepidla Teroson MS 9220 (100% koheze).

11.2.2.2. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v prvním korozním prostředí



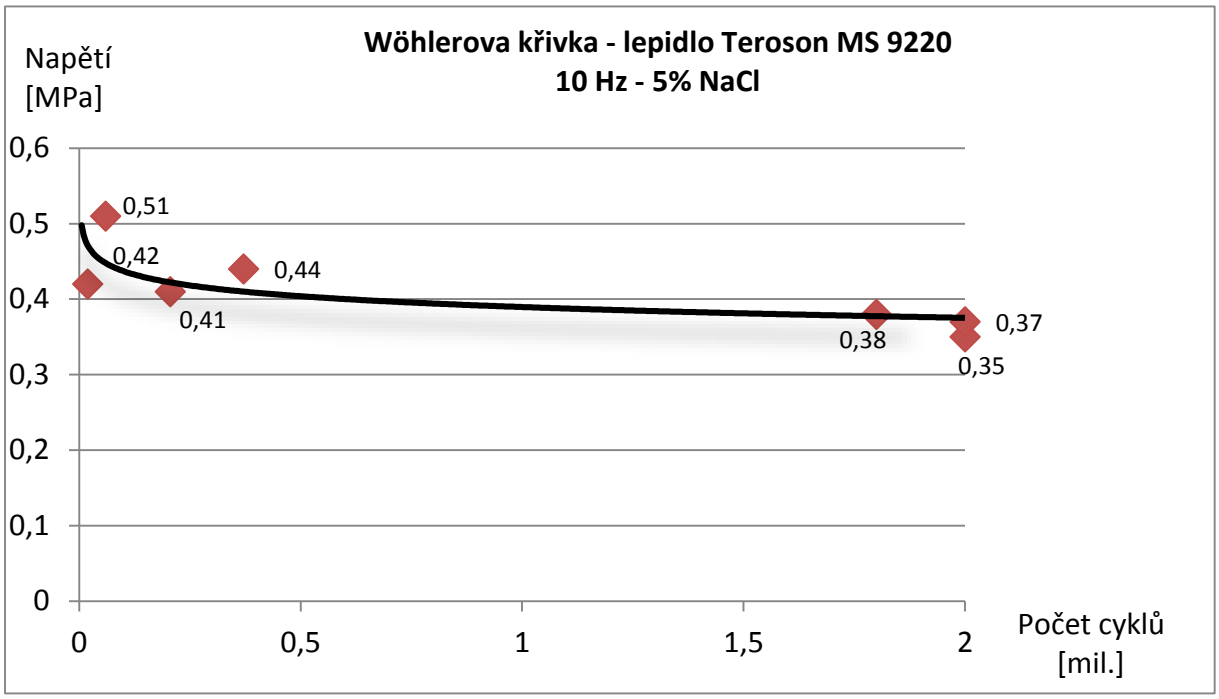
Graf 21: Wöhlerova křivka sestavená pro první korozní prostředí.



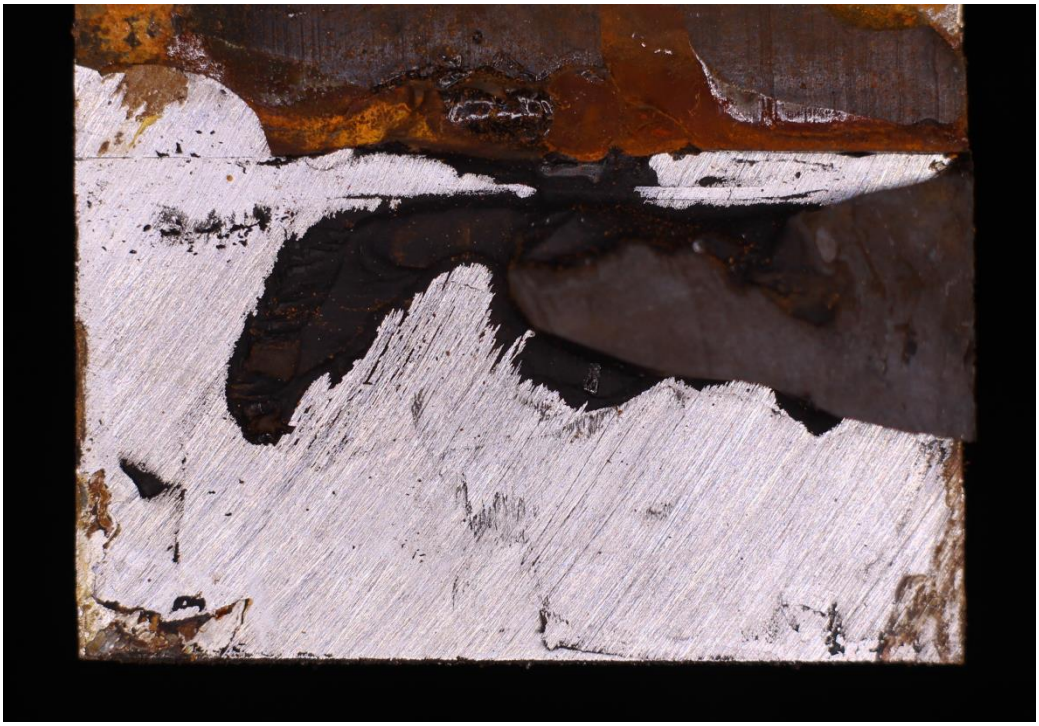
Obr.57: Detail obnažené hrany slepu.

Z obr. 57 je patrné, že během desetidenní expozice v prvním korozním prostředí vzniklé korozní produkty nepronikly do výrazné hloubky mezifázového rozhraní lepidla Teroson MS 9220 a daného adherendu a nenarušily tak zásadním způsobem adhezní pevnost lepeného spoje.

11.2.2.3. Wöhlerova křivka tvořená vzorky exponovaných v druhém korozním prostředí



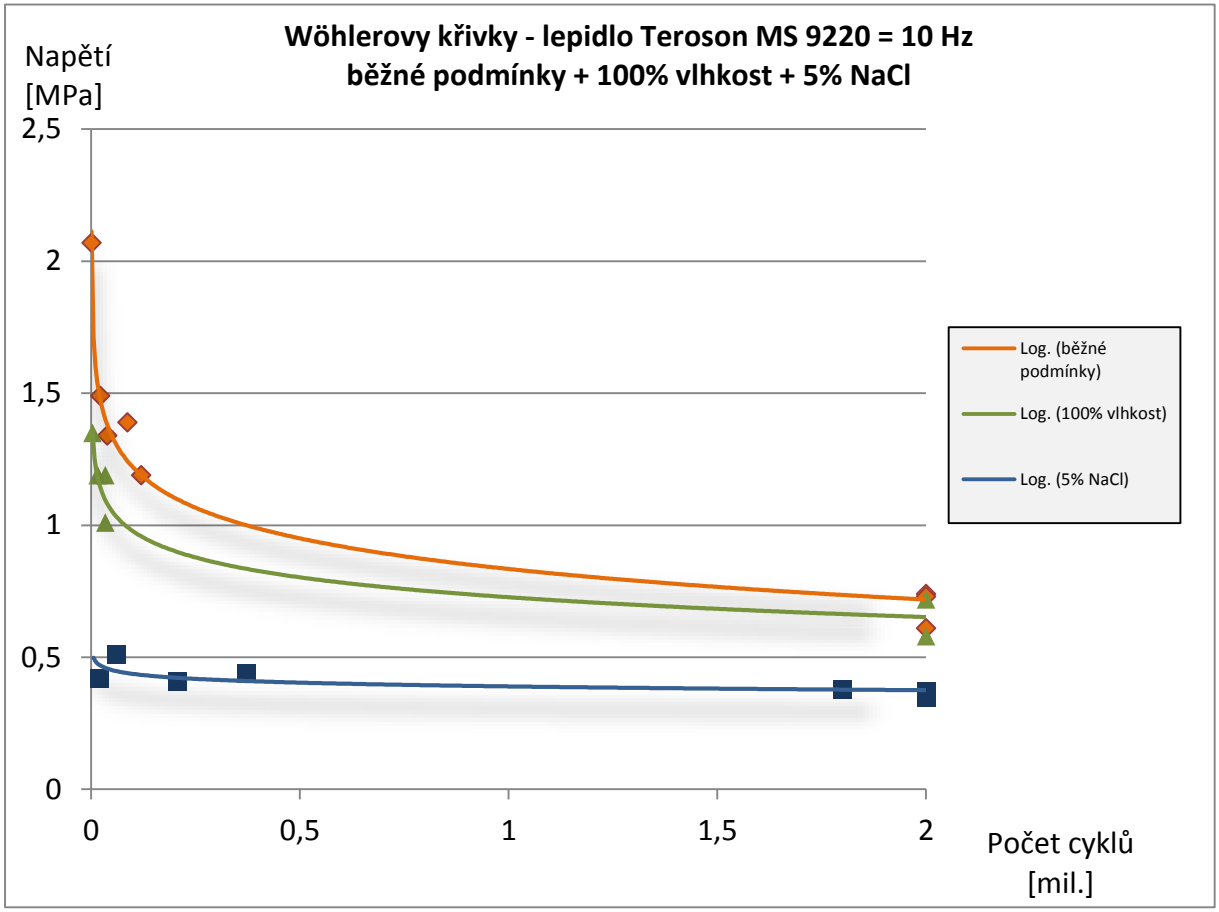
Graf 22: Wöhlerova křivka sestavená pro druhé korozní prostředí.



Obr. 58: Typická únavová lomová plocha vzorku slepeného lepidlem Teroson MS 9220 vystaveného 240 hodin v NSS (cca 85% adheze).

Z obr. 58. je již patrné jednoznačné poškození obvodových částí lepeného spoje. Typické pro toto prostředí bylo, že se vlivem působení 5% NaCl zcela změnil charakter porušení z 100% kohezního typu porušení na téměř zcela adhezní způsob. Výrazný pokles únosnosti těchto spojů je patný z grafu 23.

11.2.2.4. Sumarizace výsledků z únavových zkoušek pro lepidlo Teroson MS 9220



Graf 23: Průnik Wöhlerových křivek - lepidlo Teroson MS 9220.

12. Diskuse výsledků

12.1. Diskuse výsledků - lepidlo Loctite F246

Statickými tahovými zkouškami ve smyku byla sekundárně prokázána silná závislost tohoto lepidla na rychlosti zatěžování. Zvýšením testovací rychlosti (z 0,05 mm/min na normou udávaných 1,3 mm/min) se mez pevnosti ve smyku zvýšila ze 4,7 MPa na 10,9 MPa.

Po expozici ve vlhkém prostředí a zvýšené teplotě došlo k mírnému poklesu meze pevnosti ve smyku (z 10,9 MPa na 9,3 MPa). Únavovými testy byla zjištěna míra ovlivnění životnosti lepených přeplátovaných spojů v důsledku jejich expozice v korozním prostředí.

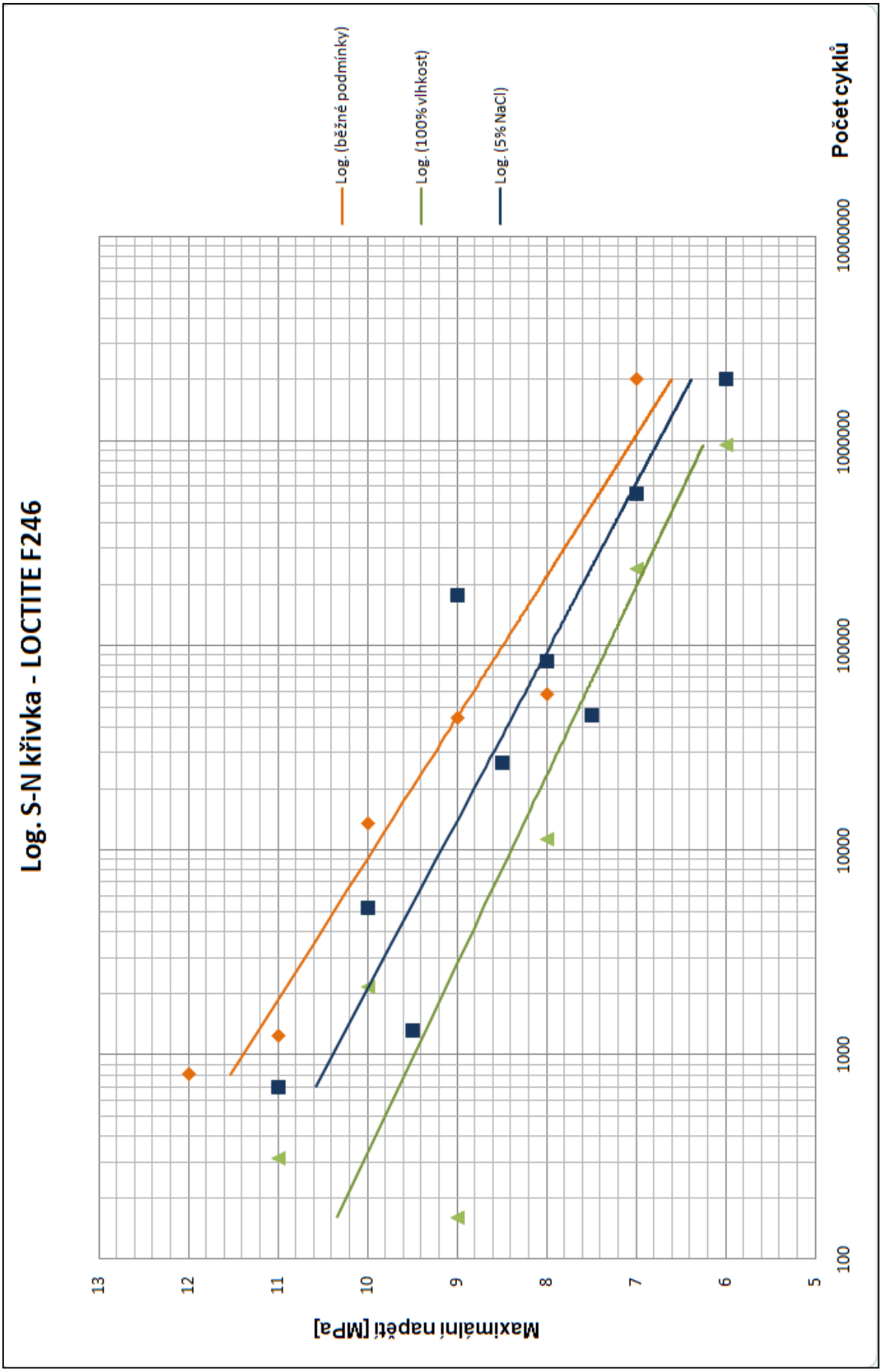
Nejvyšší únavové životnosti bylo dle očekávání dosaženo u neexponovaných lepených spojů. Nejnižších hodnot únavové životnosti bylo dosaženo u lepených spojů exponovaných v prostředí 100% vlhkosti. U lepených spojů exponovaných v NSS byly hodnoty únavové životnosti mírně vyšší, nežli v případě expozice pouze v prostředí 100% vlhkosti.

Přesný důvod tohoto anomálního chování není znám, neboť pro objasnění tohoto jevu by bylo potřeba podrobnějších chemických analýz, což překračuje rámec této diplomové práce. Faktem ale zůstává, že pouze se vzorky exponovaných ve 100% vlhkosti byly korozní produkty nalezeny i ve středových oblastech spojů.

U obou korozních prostředí (100% vlhkost, NSS) byl pokles únavové životnosti zapříčiněn výraznou degradací obvodových oblastí lepeného spoje (viz obr. 51, 52, 53 a 55). Příčinu tohoto jevu lze spatřovat v mechanismu působení vlhkosti a NaCl na lepený spoj, kdy je obvodová část lepeného spoje napadána prvotně. Lze předpokládat, že se zvyšující se délkou expozice by docházelo ke zvětšování zdegradované plochy mající za následek snížení nejen únavové pevnosti lepeného spoje.

Z hlediska přípravy lepeného spoje bylo zjištěno, že i přes dodržení výrobcem doporučeného procesu lepení nebylo možné vytvořit spoj bez přítomnosti bublin - pórů. Existence pórů patrně ovlivňuje výsledné pevnostní hodnoty.

U statické zkoušky ve smyku byl registrován vysoký rozptyl hodnot. Tento jev byl pozorován pouze u statických tahových zkoušek ve smyku. U únavových zkoušek k vysokému rozptylu nedocházelo. Přesná příčina není známa. Rozptyl mohl být způsoben použitím aktivátoru. Určitý podíl na vysokém rozptylu může mít také ruční příprava lepených spojů. Z tohoto důvodu nelze toto lepidlo doporučit pro vytváření spojů, silově namáhaných na mezi pevnosti (nelze zajistit stabilní hodnotu pevnosti).



Graf 24: Výsledné S/N křivky lepidla Loctite F246 vyjádřené v lognormálních souřadnicích.

12.2. Diskuse výsledků - lepidlo Teroson MS 9220

Závislost rychlosti zatěžování na statické mezi pevnosti ve smyku zde měla opačný průběh než u lepidla Loctite F246. Zvýšení testovací rychlosti vedlo ke snížení meze pevnosti ve smyku o cca 35%.

Expozice ve 100% vlhkosti znamenala pro tento typ spojů nárůst meze pevnosti ve smyku (z 1,43 MPa na hodnotu 1,66 MPa), což souvisí především se způsobem vytvrzování lepidel na bázi silikonu.

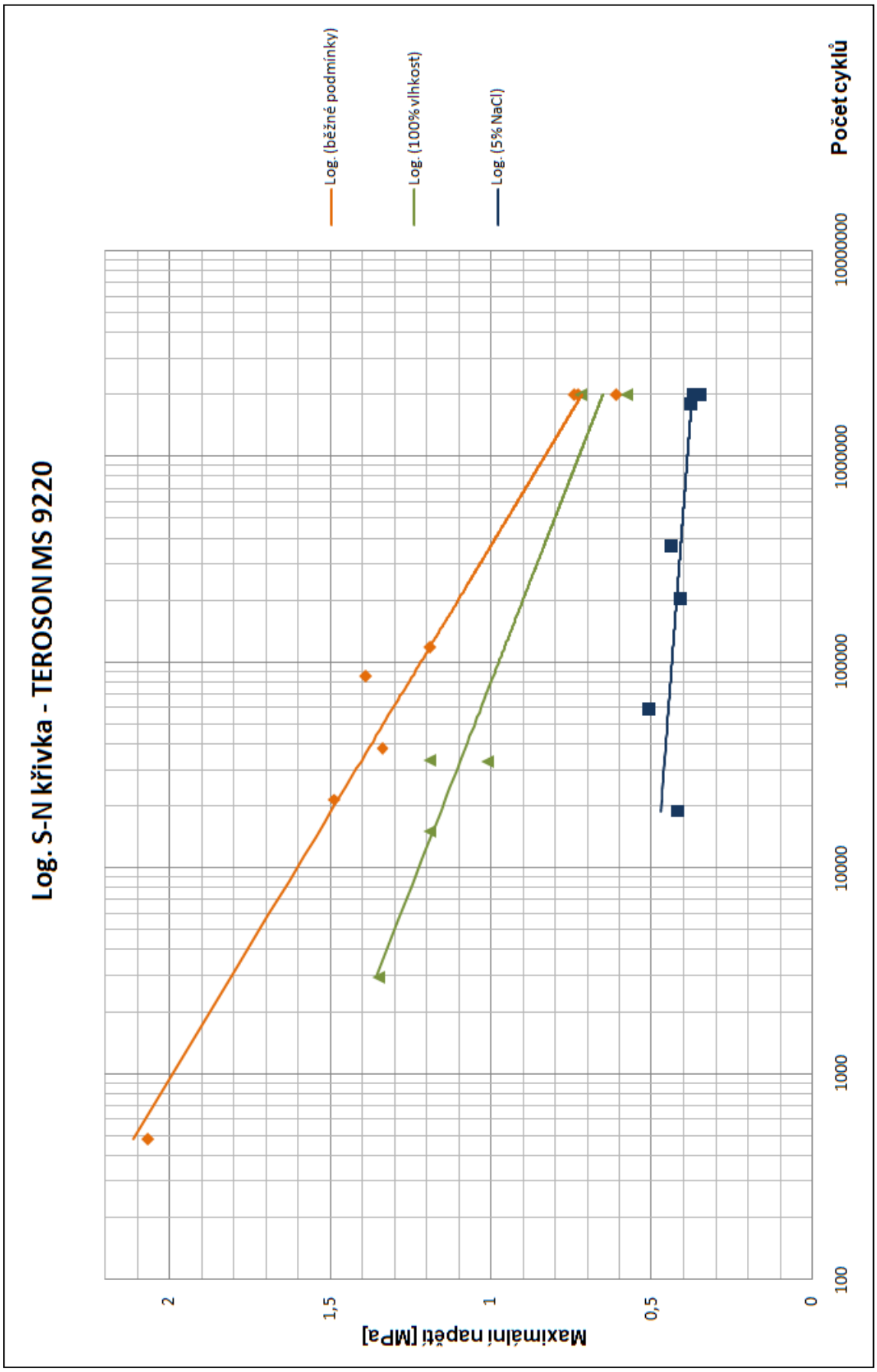
Vliv délky přeplátování byl zjišťován pouze informativně a jen u tohoto lepidla. Čtyřnásobné zvětšení lepené plochy znamenalo mírné zvýšení meze pevnosti ve smyku (z 1,43 MPa na 1,97 MPa). Z tohoto zjištění vyplývá, že pro toto lepidlo je výhodné vytvářet co možná největší plochy spojů. Naproti tomu nevýhodou tvorby větších délek přeplátování je obtížná, či zcela nemožná polymerizace vnitřních oblastí lepeného spoje, neboť lepidlo Teroson MS 9220 je schopno vytvrzení pouze určitého objemu lepeného spoje. Tuto informaci výrobce lepidla neuvádí. Výrobcem je uváděna pouze rychlost vytvrzování a to 3,5 mm/hod. Tato rychlost ovšem platí pouze v těsné blízkosti od povrchu, kde dochází k interakci lepidla se vzdušnou vlhkostí. Hloubka 12,4 mm byla vytvrzena za 360 hodin. Reálně dosažená rychlost vytvrzování tedy byla 0,034 mm/hod.

Dynamické testy a z nich vytvořené Wöhlerovy křivky prokázaly, že lepidlo Teroson MS 9220 je velmi nevhodné pro aplikace do vysoce agresivních prostředí, a to zvláště v případě, pokud je jako adherendu použito materiálu s nízkou korozní odolností jako je materiál ČSN 11 321. Desetidenní expozice v NSS vedla k oslabení adhezních sil mezi adherendem a lepidlem takovým způsobem, že ve všech případech došlo k porušení spojů v korozně napadeném fázovém rozhraní. Tento druh poškozování spoje má za následek velmi nízkou únavovou pevnost lepených spojů exponovaných v solném prostředí.

Z průběhu Wöhlerovy křivky pro lepený spoj vystavený solným podmínkám jasně vyplývá, že lepené spoje vytvořené s lepidlem Teroson MS 9220 a adherendem s nízkou korozní odolností nelze používat v prostředích obsahujících NaCl.

Únavová životnost lepeného spoje v podmínkách silného korozního prostředí může ale být ovlivňována kvalitou povrchu adherendu, zvláště jeho drsností. Viz Veselý, J. Bakalářská práce: *Vliv stavu povrchu na únavovou a statickou pevnost lepeného spoje*. Plzeň: ZČU, 2013. Zjišťování velikosti ovlivnění tímto parametrem ale přesahuje rámec této diplomové práce.

Na rozdíl od akrylátového lepidla vykazovaly tyto lepené spoje malý rozptyl hodnot a to jak u statických tak únavových zkoušek. Toto zjištění je pro praktické použití velmi důležité.



Graf 25: Výsledné S/N křivky lepidla Teroson MS 9220 v lognormálních souřadnicích.

13. Závěr

V rámci této diplomové práce byly zjišťovány hodnoty statické pevnosti ve smyku lepených přeplátovaných sestav. Dále byly vytvořeny Wöhlerovy křivky pro dva druhy lepených systémů exponovaných v různých korozních atmosférách. Byla nalezena závislost mezi typem korozního prostředí a únavovou a statickou smykovou pevností lepených spojů.

Vzhledem k povaze chování lepených spojů vytvořených lepidlem Teroson MS 9220 byla vytvořena metodika pro stanovení únavové pevnosti pro toto lepidlo.

Dále bylo zjištěno, že lepené spoje vytvořené lepidlem Teroson MS 9220 nelze použít v korozních prostředích obsahující NaCl. Solná mlha zdegradovala spoje do takové míry, že únosnost spojů byla naprosto nedostačující. Naopak u lepených spojů vytvořených pomocí akrylátového lepidla Loctite F246 nemá solné korozní prostředí významný vliv na snížení únavové pevnosti ve smyku.

V rámci této práce byly objasněny některé důležité aspekty únavového chování lepených spojů vytvořených dvěma typy běžně používaných konstrukčních lepidel.

Vliv obou korozních prostředí na únavu lepených spojů je tedy jednoznačný.

Citovaná literatura

[1] Brockmann, W., Geiβ, P. L., Klingen, J., Schröder, B.: *Adhesive bonding - Materials, Applications and Technology*, Wiley - VCH Verlag GmnH & Co, KgaA, 2005, ISBN: 978-3-527-31898-8

[2] PALMER, Dave. *Understanding Fatigue Failures*. 2012. Dostupné z: http://www.designnews.com/author.asp?section_id=1365&doc_id=241687&page_number=2&dfpPParams=aid_241687&dfpLayout=blog

[3] Téma: *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálů*, přednáška pana doc. RNDr. Josefa Kasla, CSc., ZČU Plzeň, 9.10.2013.

[4] KLESNIL, Mirko; LUKÁŠ, Petr. *Únava kovových materiálů při mechanickém*

namáhání. 1. vyd. Praha : ČAV, 1975. 222 s.

[5] RŮLIČKA, Milan. *Cyklická deformační křivka* [online]. [cit. 7.12.2014]. Dostupné z: http://mechanika2.fs.cvut.cz/sources_old/pzk/3_3.html.

[6] PLUHAŘ, Jaroslav, PUŠKÁR, Anton, MACEK, Karel. *Fyzikální metalurgie a mezní*

stavy materiálu. 1. vyd. Praha : SNTL, 1987. 420 s.

[7] ČSN EN ISO 9664. Lepidla - Zkušební metody na únavu konstrukčních lepidel zatěžovaných ve smyku tahem. Pardubice: SYNPO, 1997.

[8] VESELÝ, J. *Bakalářská práce: Vliv stavu povrchu na únavovou a statickou pevnost lepeného spoje*. Plzeň: ZČU, 2013.

[9] VLK, Miloš. *Mezní stavy a spolehlivost*. Brno: VUT, 2007.

[10] OSTEN, Miloš. *Práce s lepidly a tmely*. 3. vyd. Praha1: SNTL, 1986. 285 s.

[11] Richard D. Adams: *Adhesive bonding: Science, technology and applications*. Woodhead Publishing Limited, 2005, ISBN 1-85573-741-8

[12] JONES, Denny A. *Principles and prevention of corrosion*. 2nd ed. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall, c1996, xvi, 572 p. ISBN 01-335-9993-0.

[13] *Únavový stroj*. [online]. [cit. 7.12.2014]. Dostupné z: http://www.instron.com/wa/product/8801-Floor-Model-Fatigue-Systems.aspx

[14] *Loctite F246: Product Information* [online]. [cit. 2014-15-11]. Dostupné z: http://www.farnell.com/datasheets/1648146.pdf

[15] *Teroson MS 9220: Product Information* [online]. [cit. 2014-15-11]. Dostupné z: http://tds.henkel.com/tds5/docs/TEROSON%20MS%209220-CS.PDF

[16] ASTM D1002 - 10. Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal).

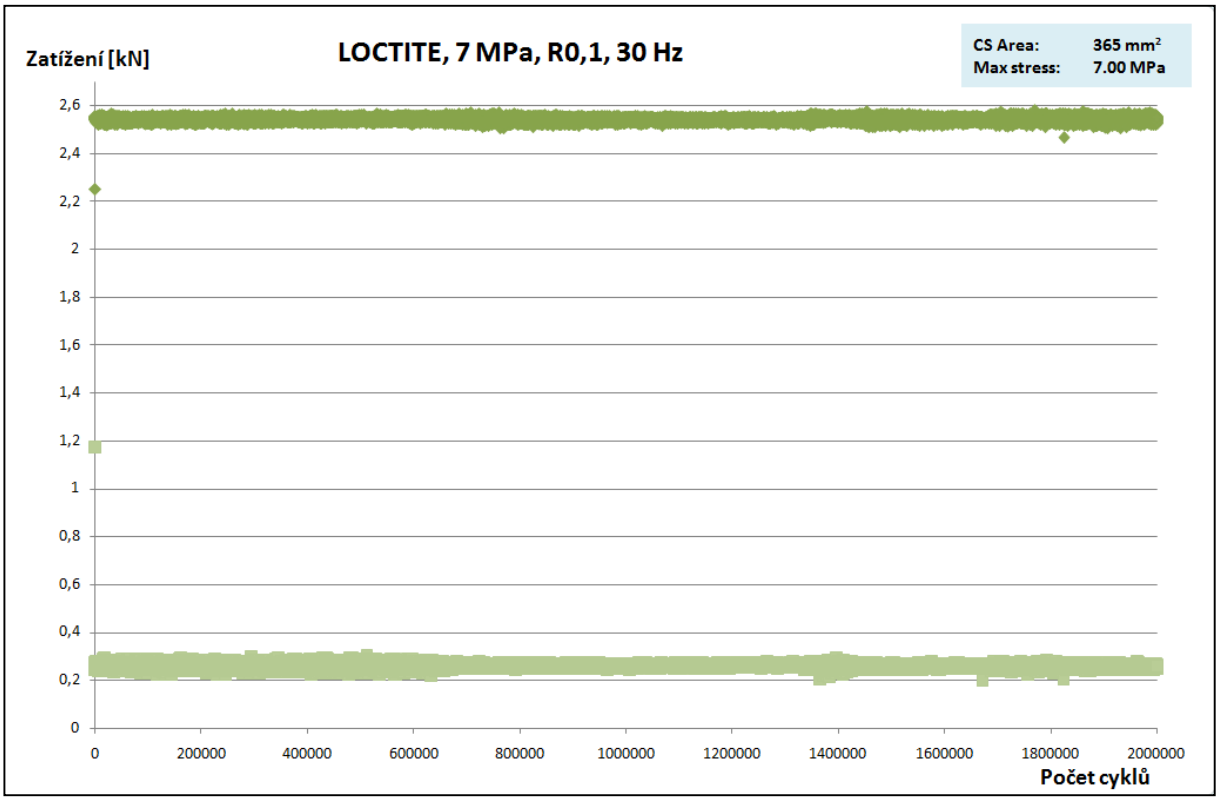
[17] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 1. vyd. Praha: VŠCHT, 1995, 381 s. ISBN 80-7080-241-3.

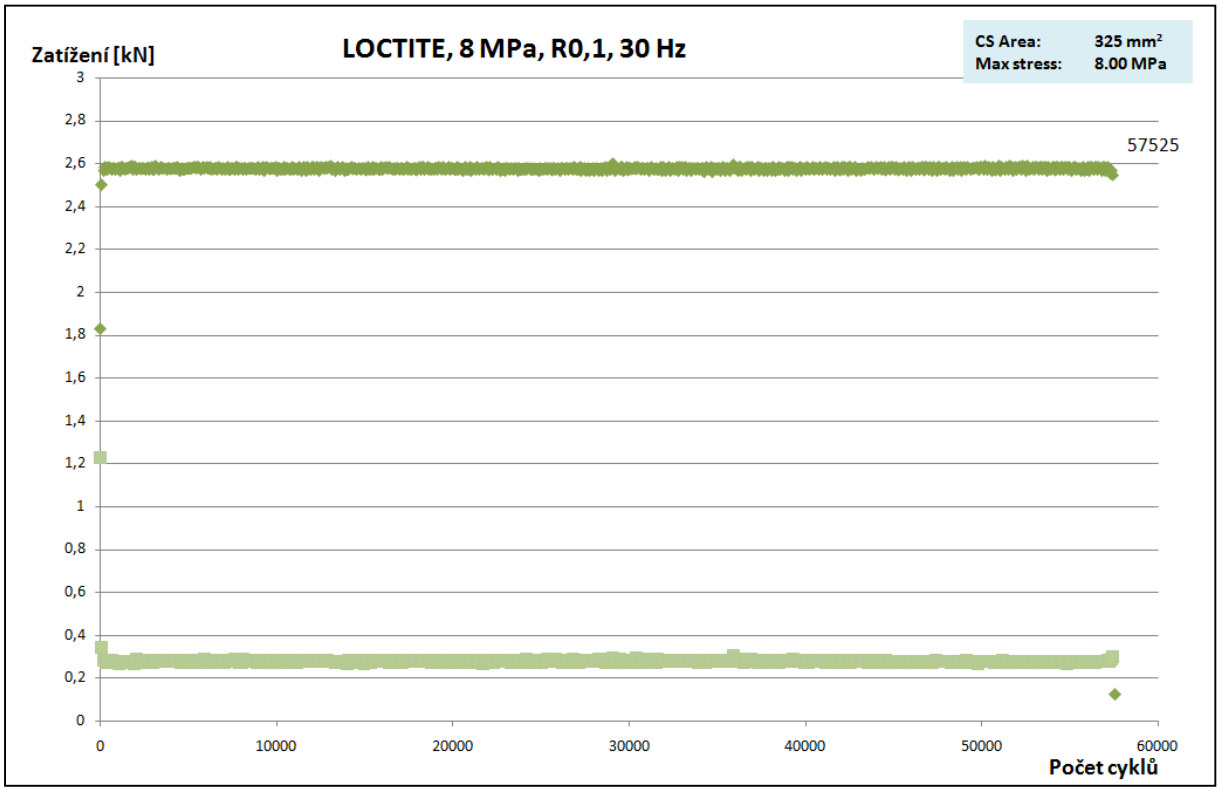
[18] *Korozní komora Q-FOG*: [online]. [cit. 2015-16-4]. Dostupné z: http://www.q-lab.com/products/q-fog-cyclic-corrosion-chamber/q-fog-ssp-cct

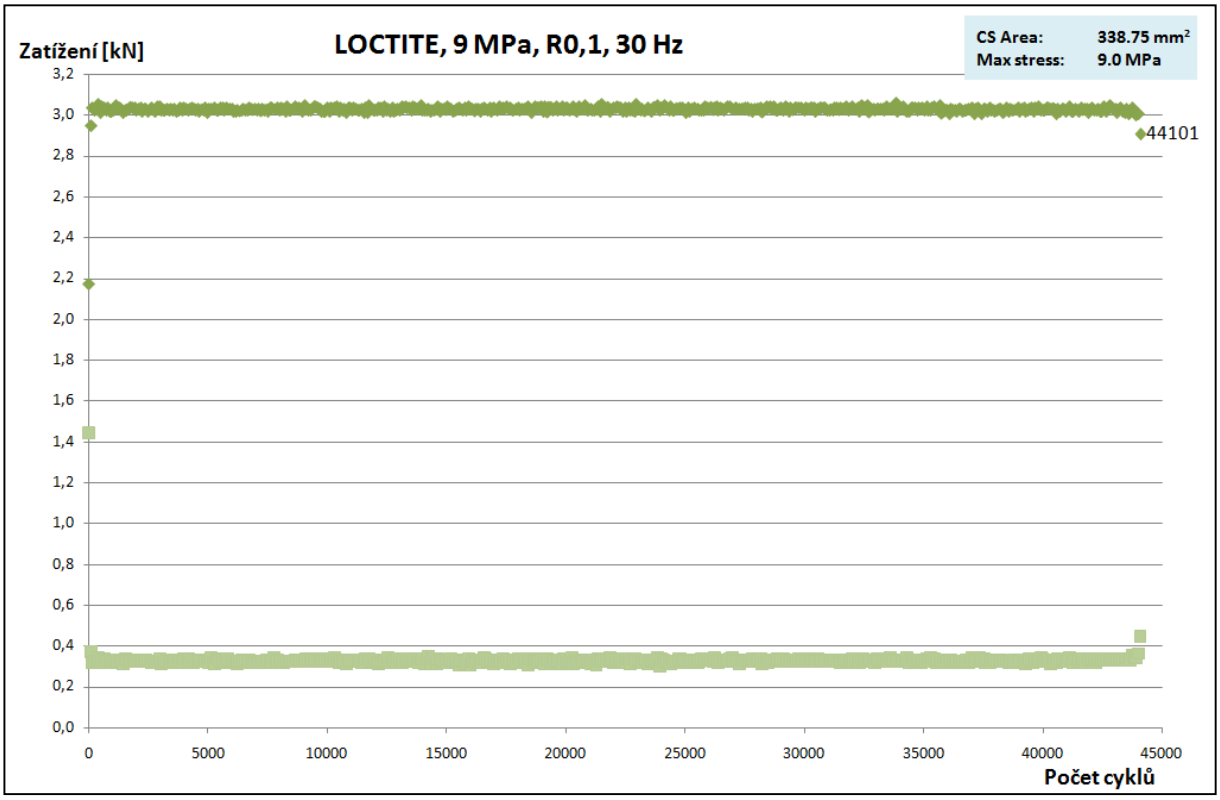
[19] ČSN EN ISO 9227. Korozní zkoušky v umělých atmosférách - Zkoušky solnou mlhou. SVÚOM s.r.o., 2012.

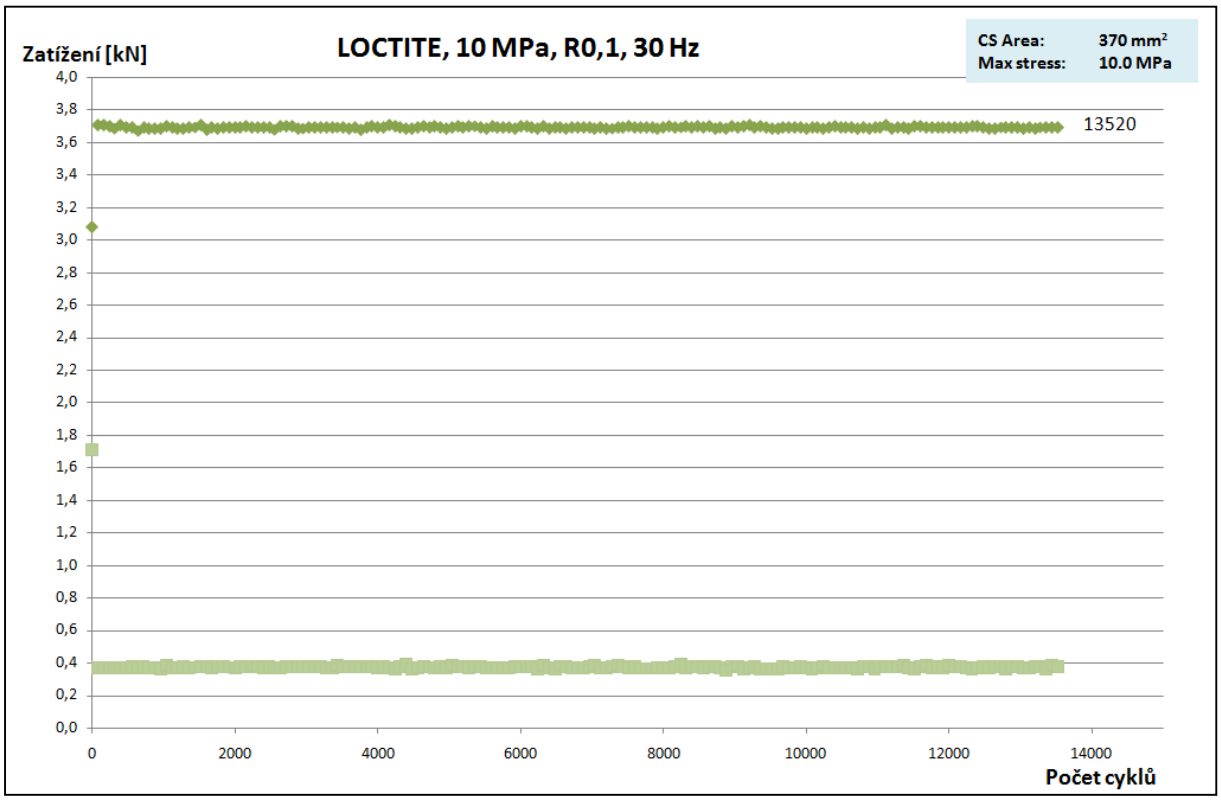
Seznam příloh

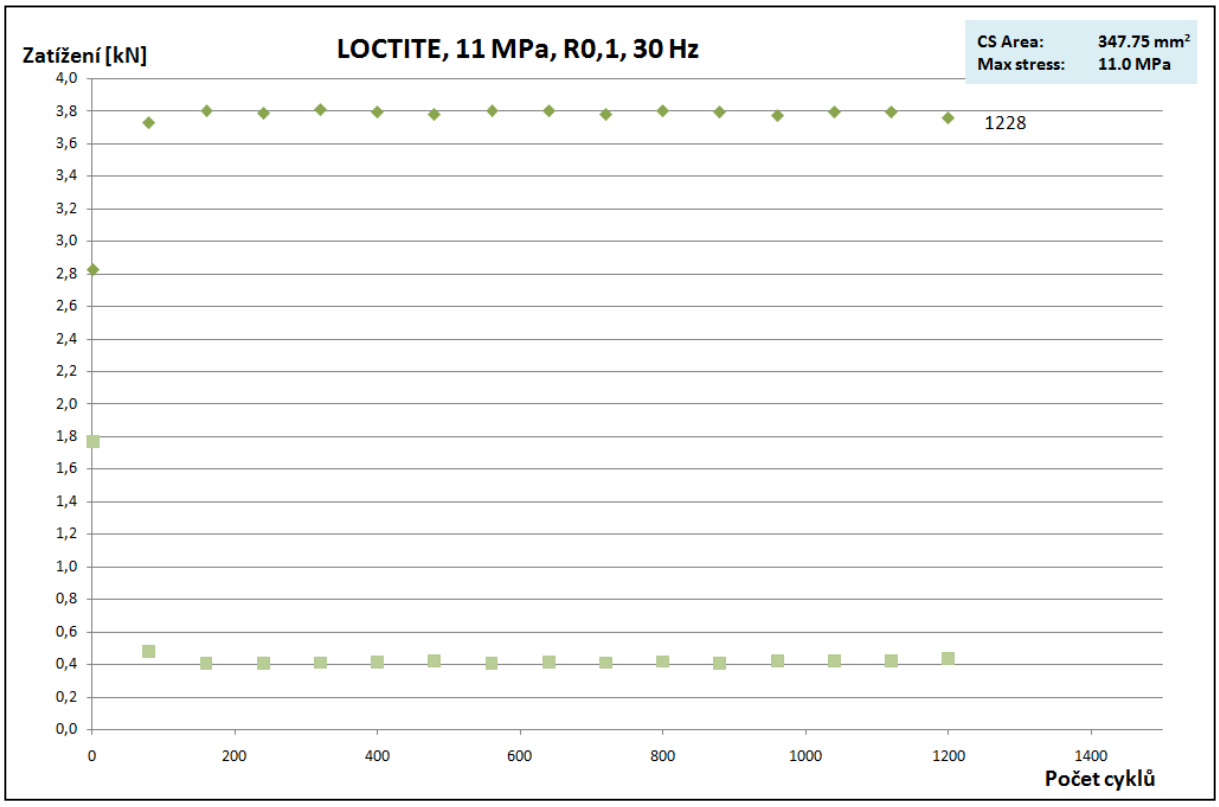
Příloha 1. Loctite F246 - běžné podmínky

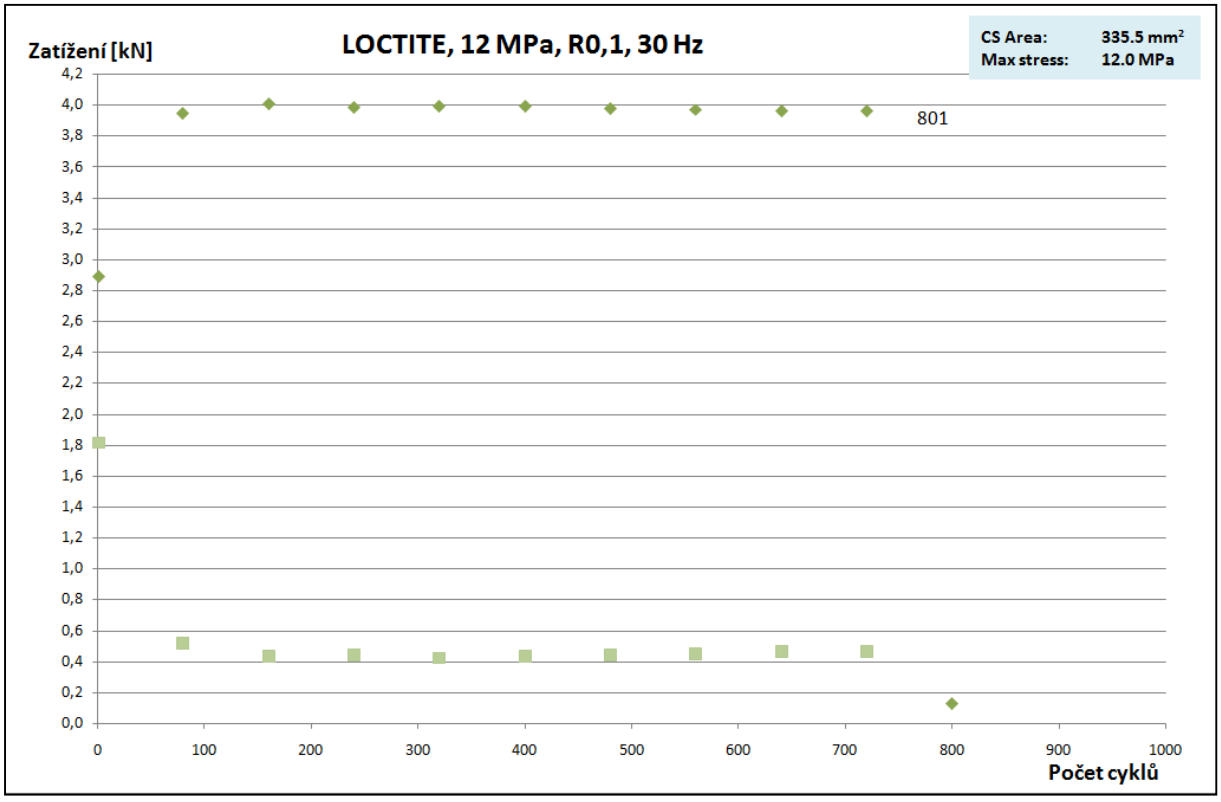




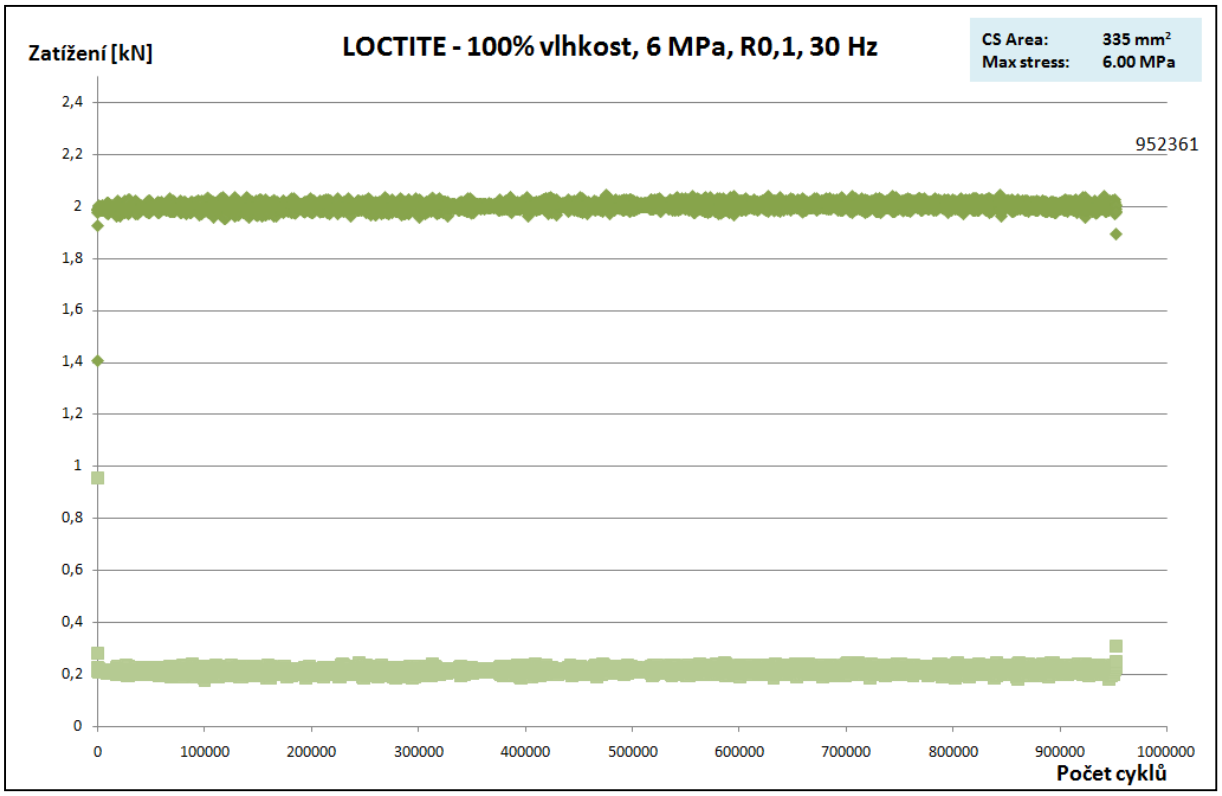

LOCTITE, 9 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 338.75 mm²
Max stress: 9.0 MPa
44101
3,2
3,0
2,8
2,6
2,4
2,2
2,0
1,8
1,6
1,4
1,2
1,0
0,8
0,6
0,4
0,2
0,0
0
5000
10000
15000
20000
25000
30000
35000
40000
45000
Počet cyklů

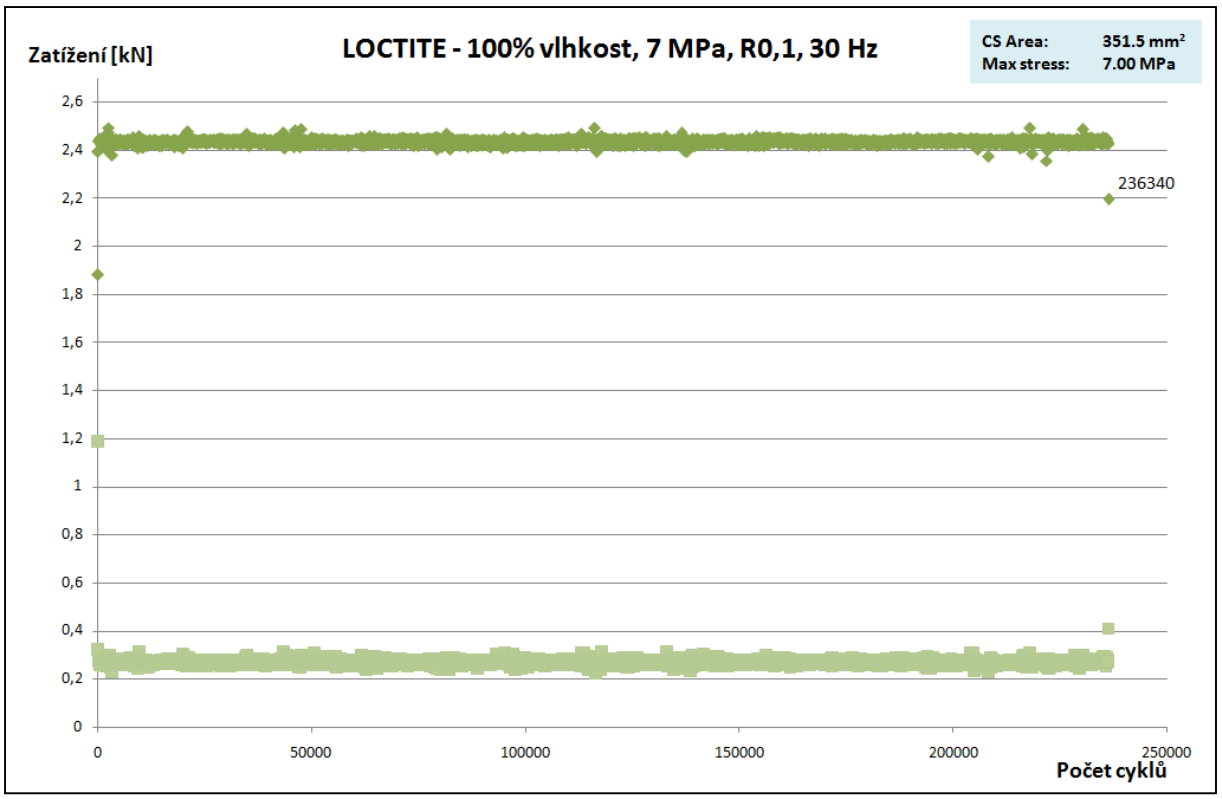

LOCTITE, 10 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 370 mm²
Max stress: 10.0 MPa
13520
4,0
3,8
3,6
3,4
3,2
3,0
2,8
2,6
2,4
2,2
2,0
1,8
1,6
1,4
1,2
1,0
0,8
0,6
0,4
0,2
0,0
0
2000
4000
6000
8000
10000
12000
14000
Počet cyklů

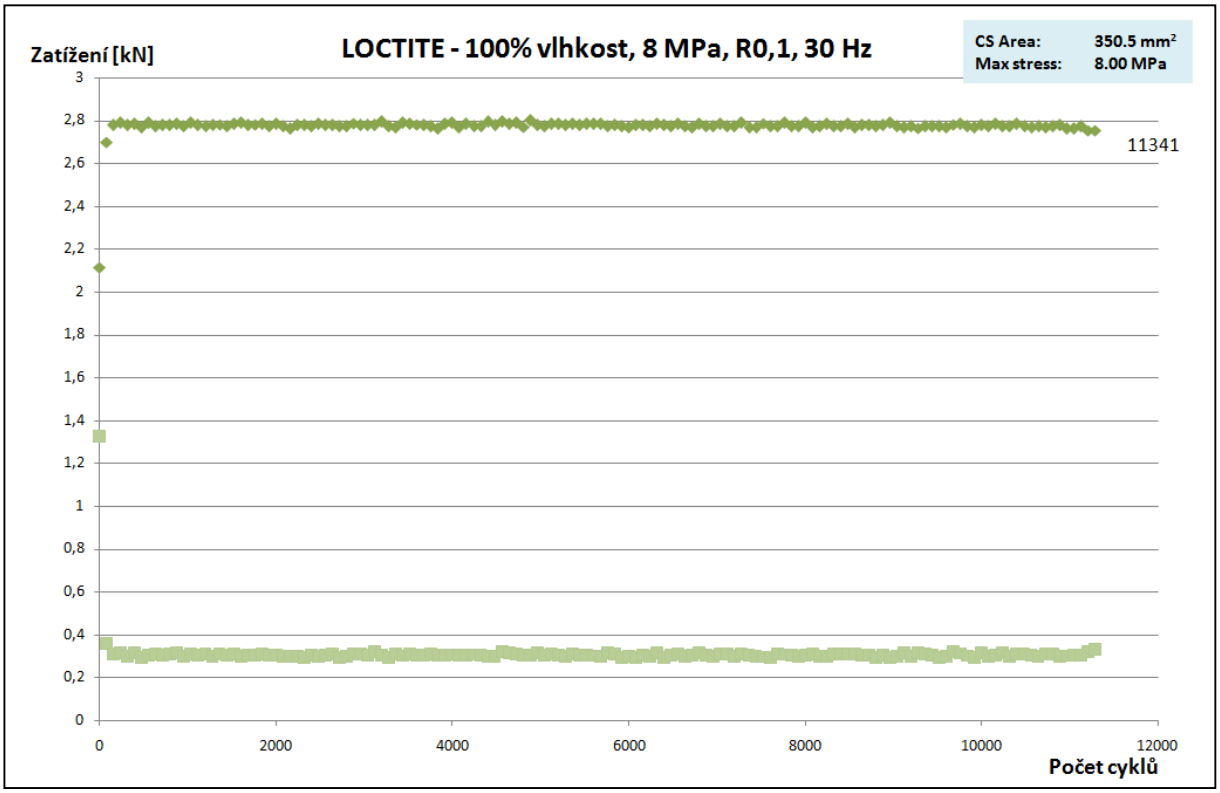

LOCTITE, 11 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 347.75 mm²
Max stress: 11.0 MPa
1228
Počet cyklů

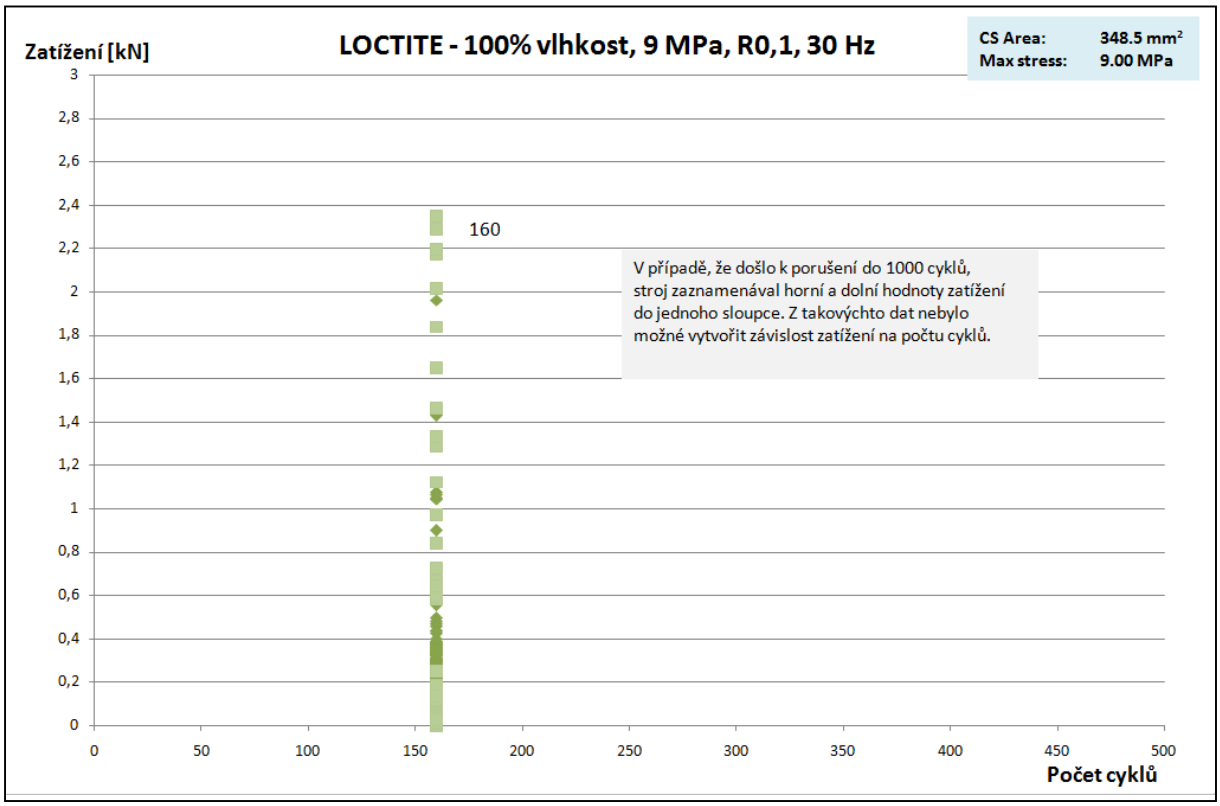

LOCTITE, 12 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 335.5 mm²
Max stress: 12.0 MPa
801
Počet cyklů

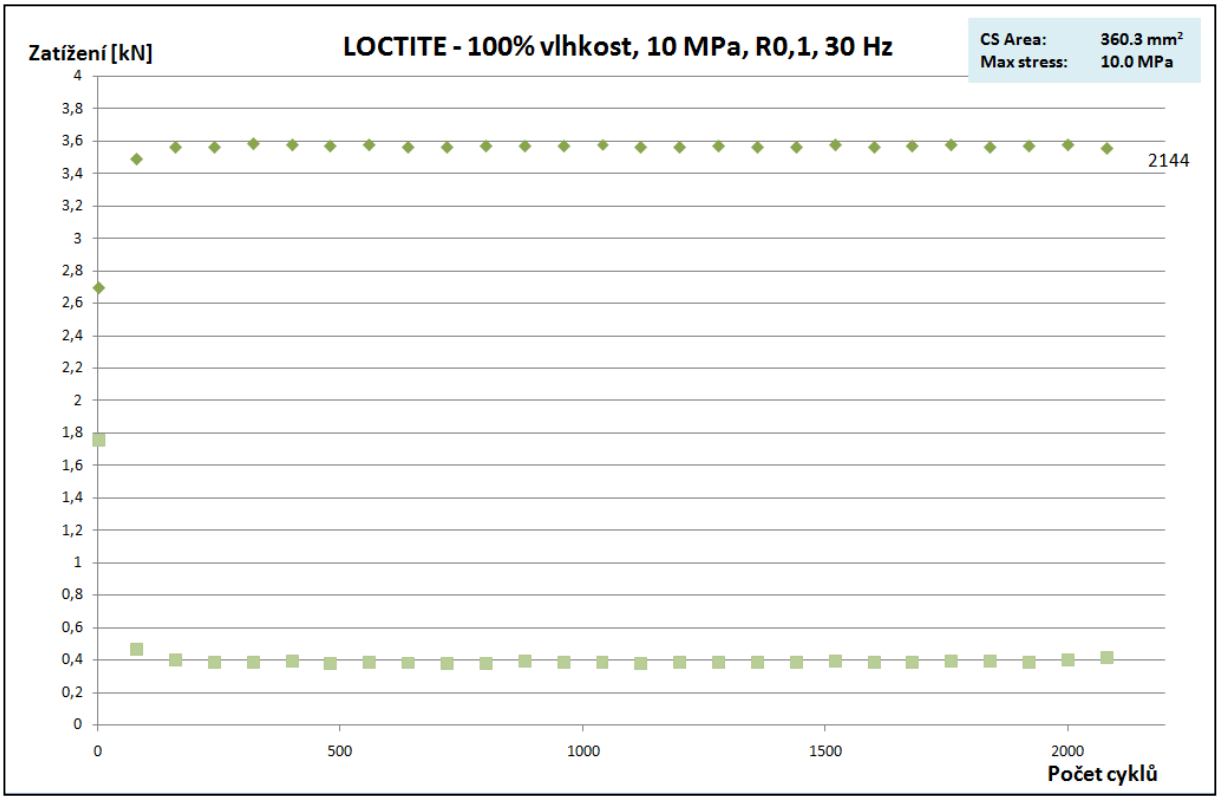
Příloha 2. Loctite F246 - 100% vlhkost

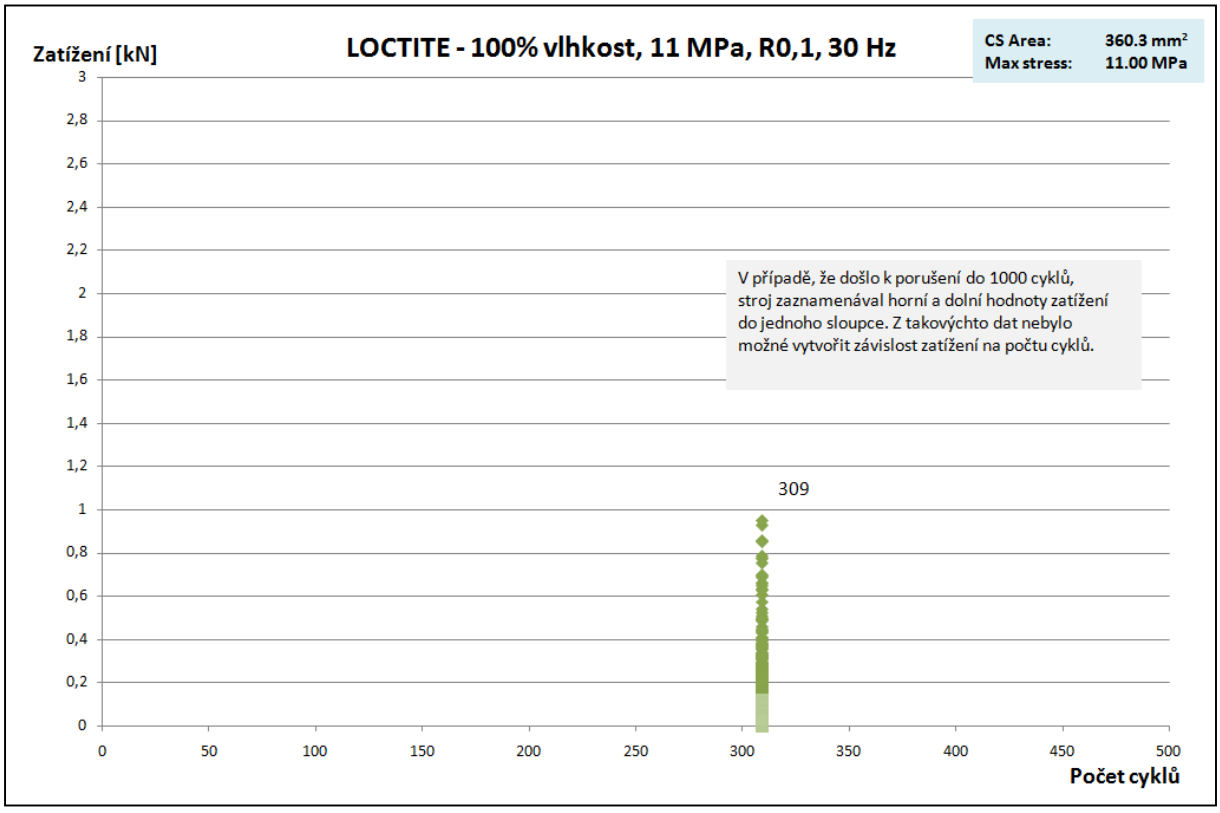




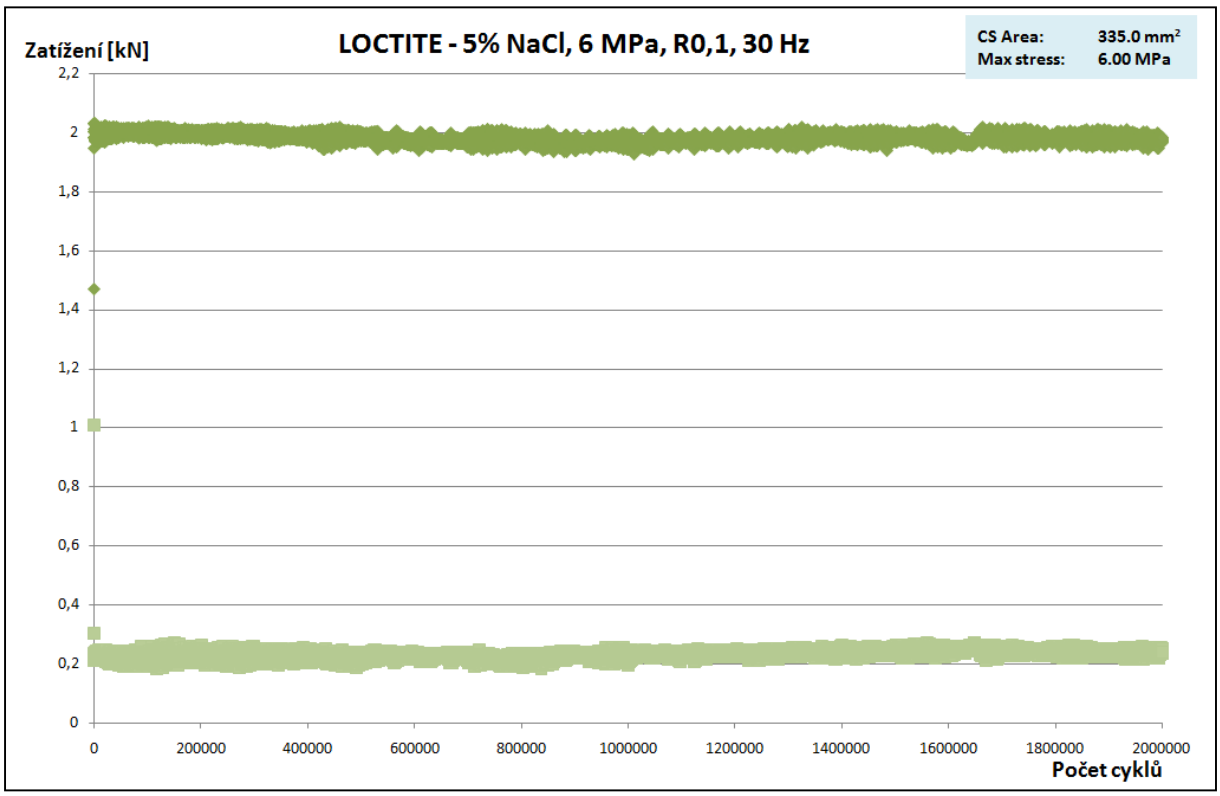

Zatížení [kN]
LOCTITE - 100% vlhkost, 8 MPa, R0,1, 30 Hz
CS Area: 350.5 mm²
Max stress: 8.00 MPa
11341
Počet cyklů

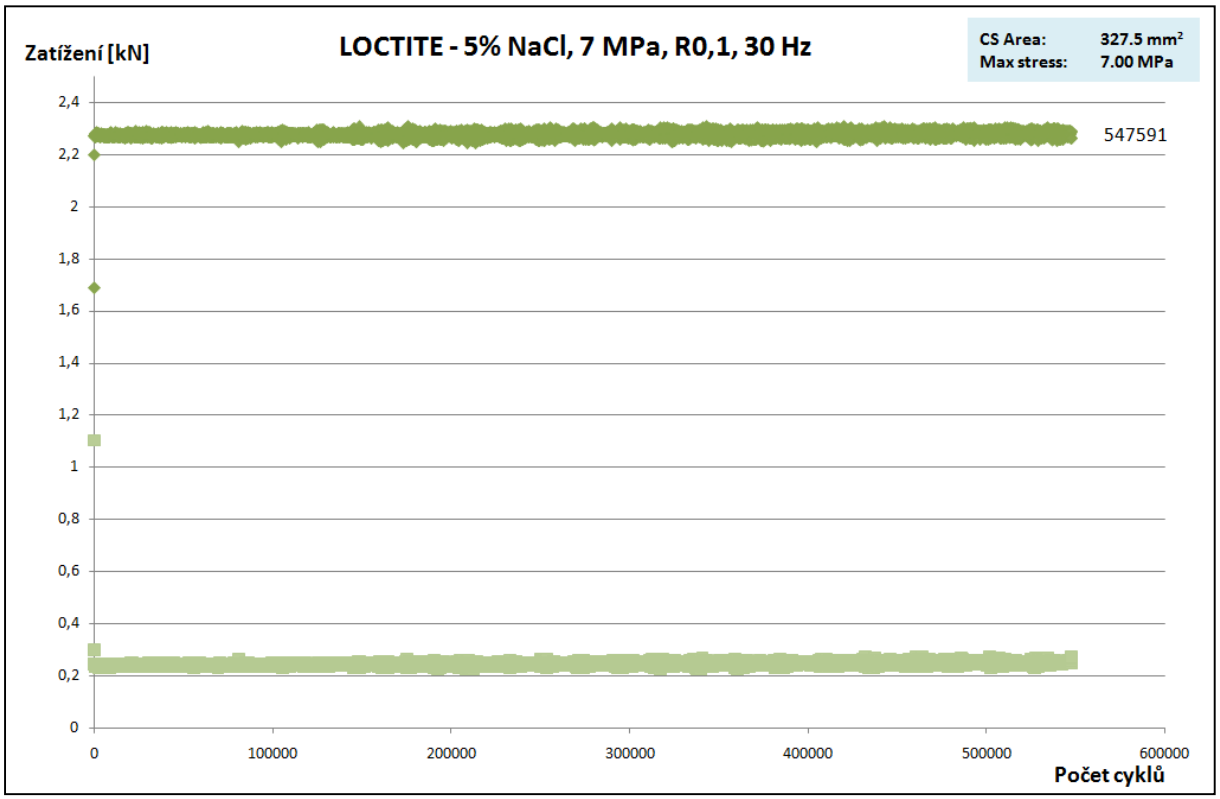

Zatížení [kN]
LOCTITE - 100% vlhkost, 9 MPa, R0,1, 30 Hz
CS Area: 348.5 mm²
Max stress: 9.00 MPa
160
V případě, že došlo k porušení do 1000 cyklů, stroj zaznamenával horní a dolní hodnoty zatížení do jednoho sloupce. Z takovýchto dat nebylo možné vytvořit závislost zatížení na počtu cyklů.
Počet cyklů

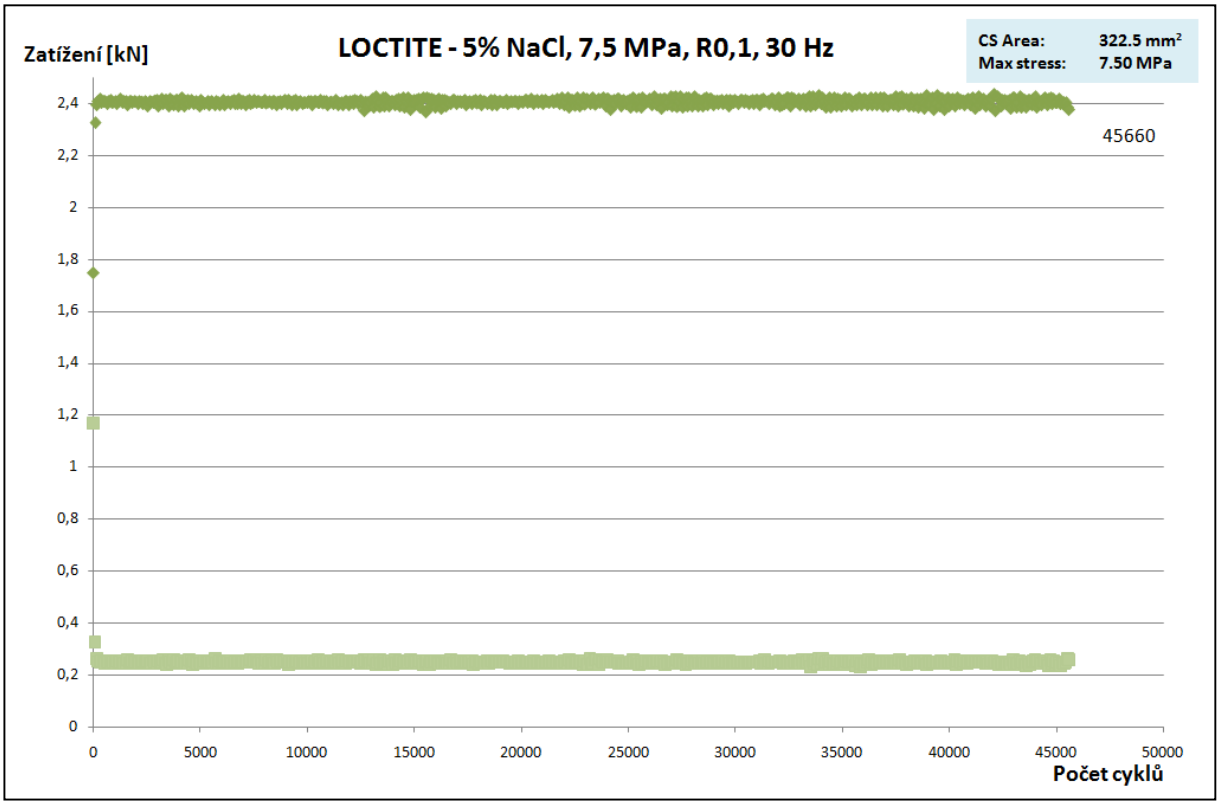

LOCTITE - 100% vlhkost, 10 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 360.3 mm²
Max stress: 10.0 MPa
2144
Počet cyklů

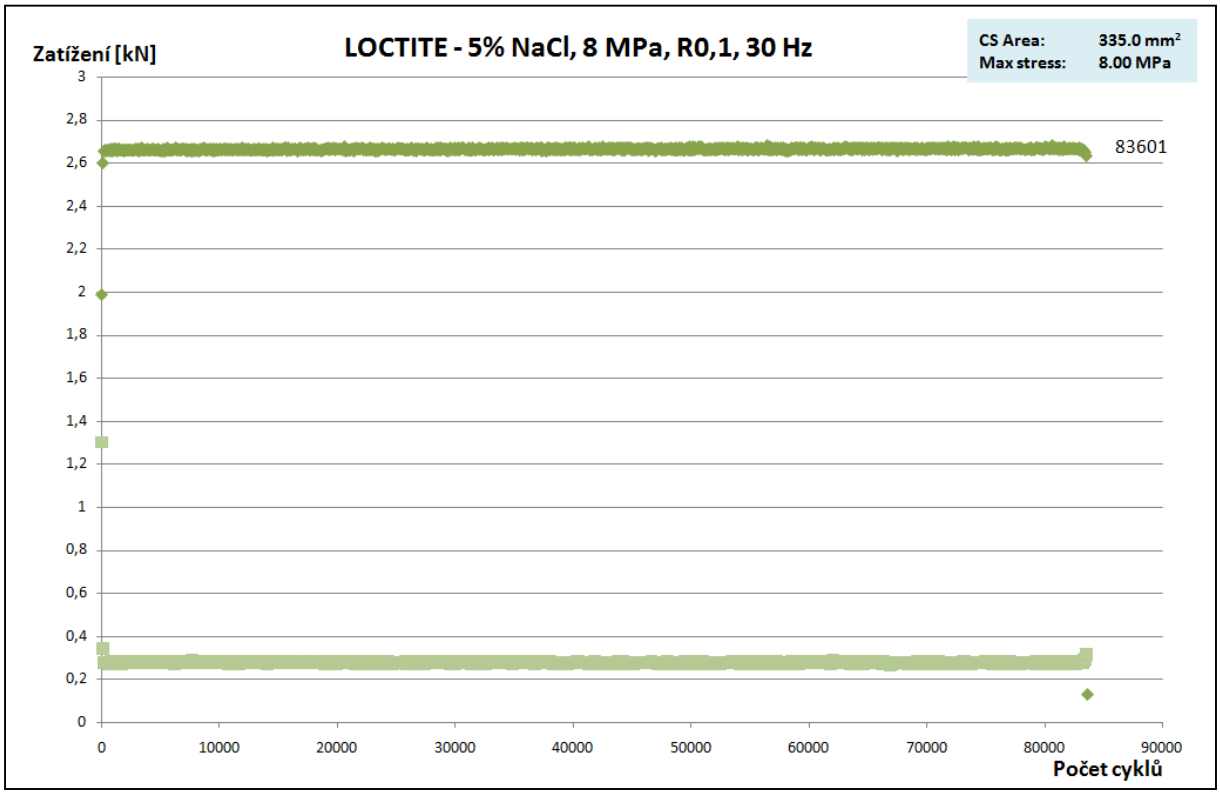

LOCTITE - 100% vlhkost, 11 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 360.3 mm²
Max stress: 11.00 MPa
V případě, že došlo k porušení do 1000 cyklů, stroj zaznamenával horní a dolní hodnoty zatížení do jednoho sloupce. Z takovýchto dat nebylo možné vytvořit závislost zatížení na počtu cyklů.
309
Počet cyklů

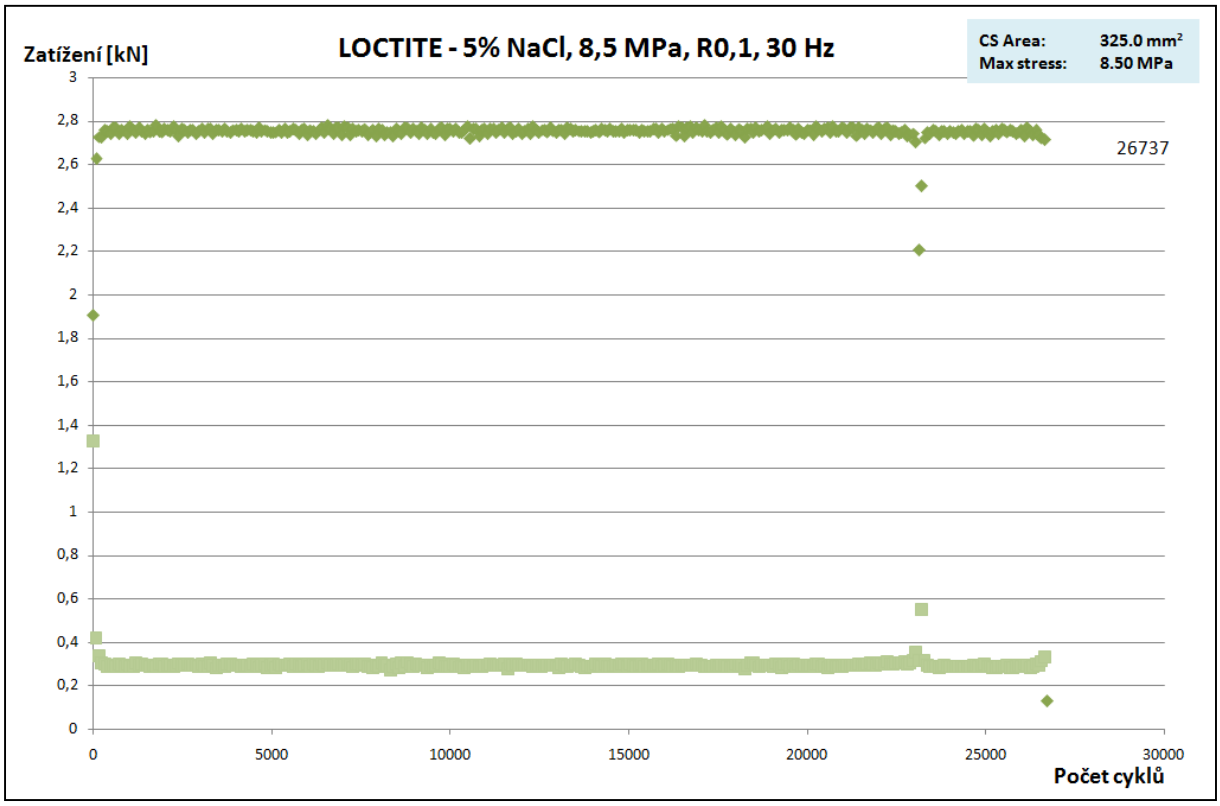
Příloha 3. Loctite F246 - 5% NaCl

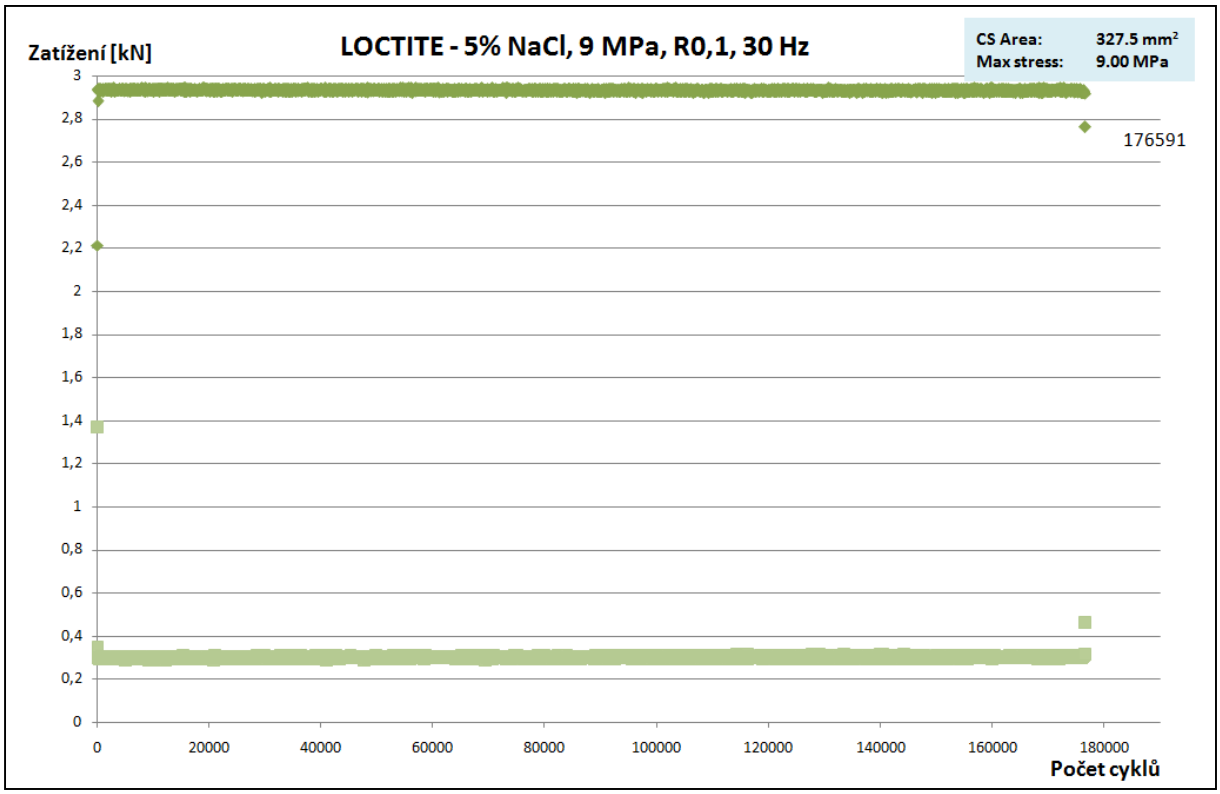


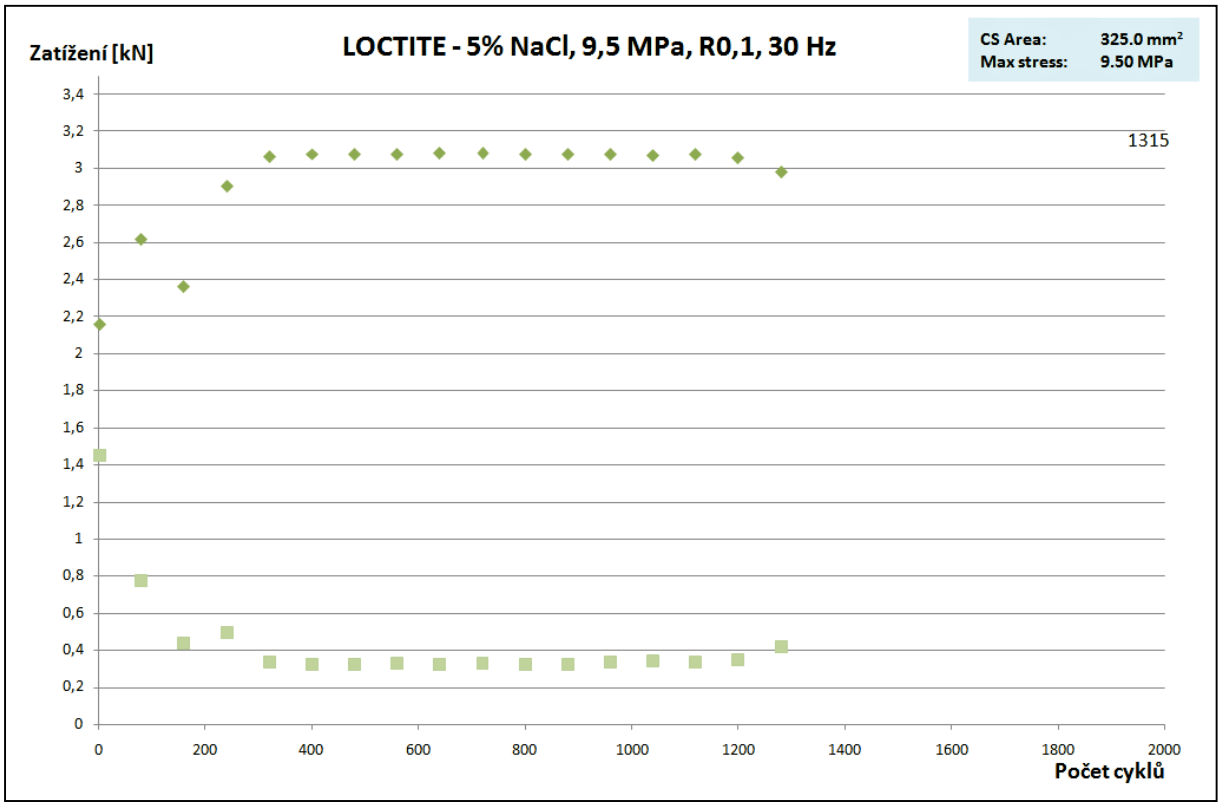


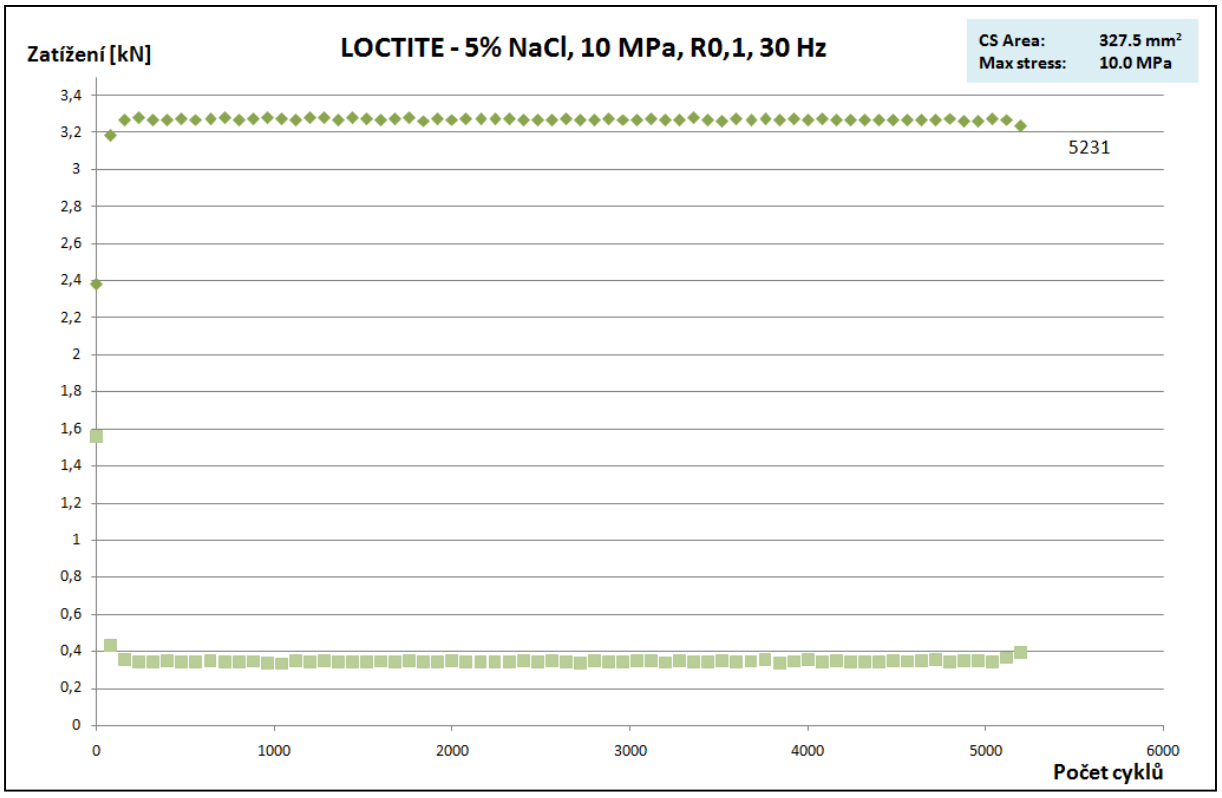

LOCTITE - 5% NaCl, 7,5 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 322.5 mm²
Max stress: 7.50 MPa
45660
Počet cyklů

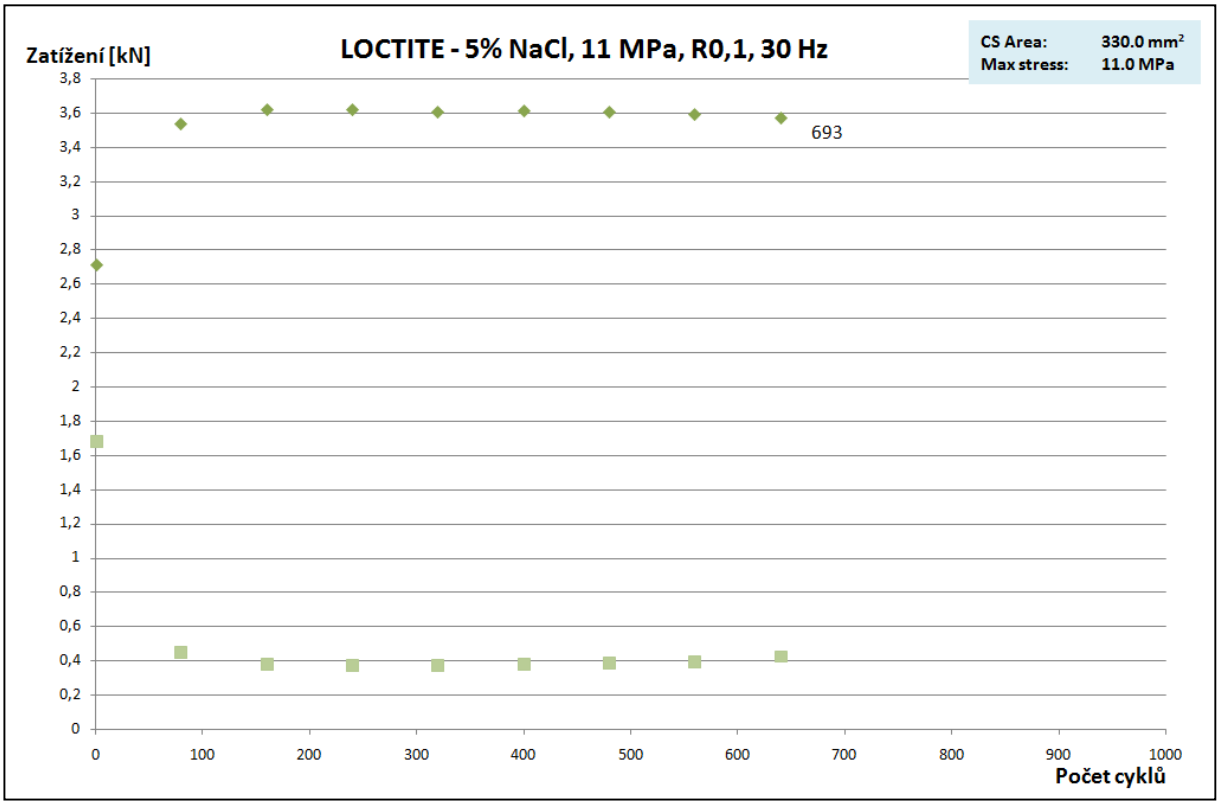

LOCTITE - 5% NaCl, 8 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 335.0 mm²
Max stress: 8.00 MPa
83601
Počet cyklů


LOCTITE - 5% NaCl, 8,5 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 325.0 mm²
Max stress: 8.50 MPa
26737
Počet cyklů

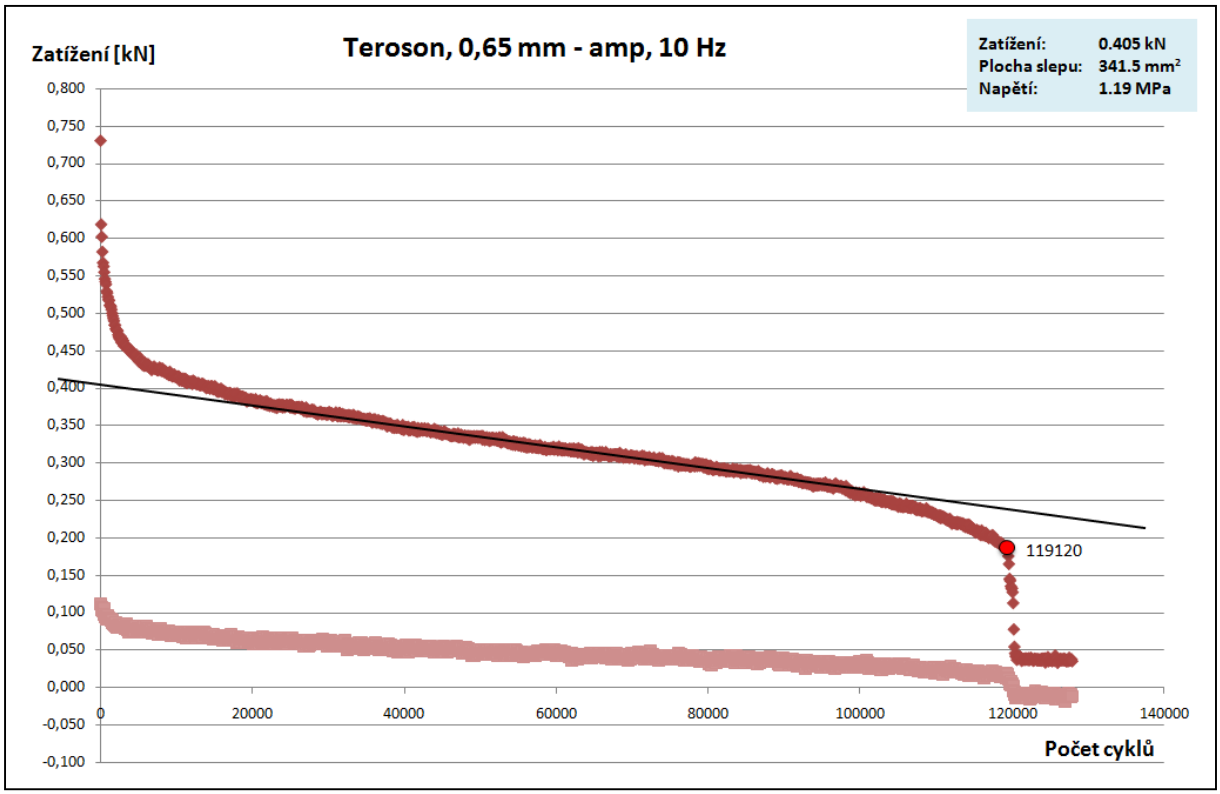

LOCTITE - 5% NaCl, 9 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 327.5 mm²
Max stress: 9.00 MPa
176591
Počet cyklů

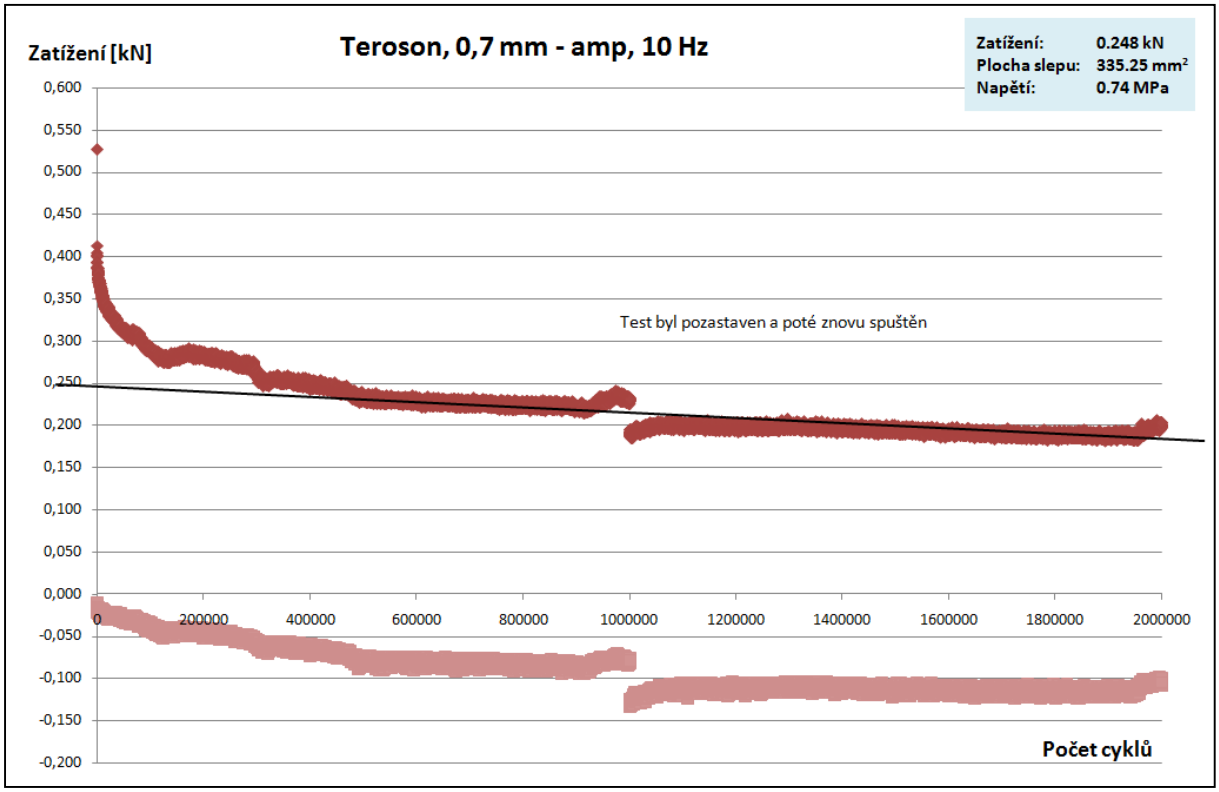

LOCTITE - 5% NaCl, 9,5 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 325.0 mm²
Max stress: 9.50 MPa
1315
Počet cyklů

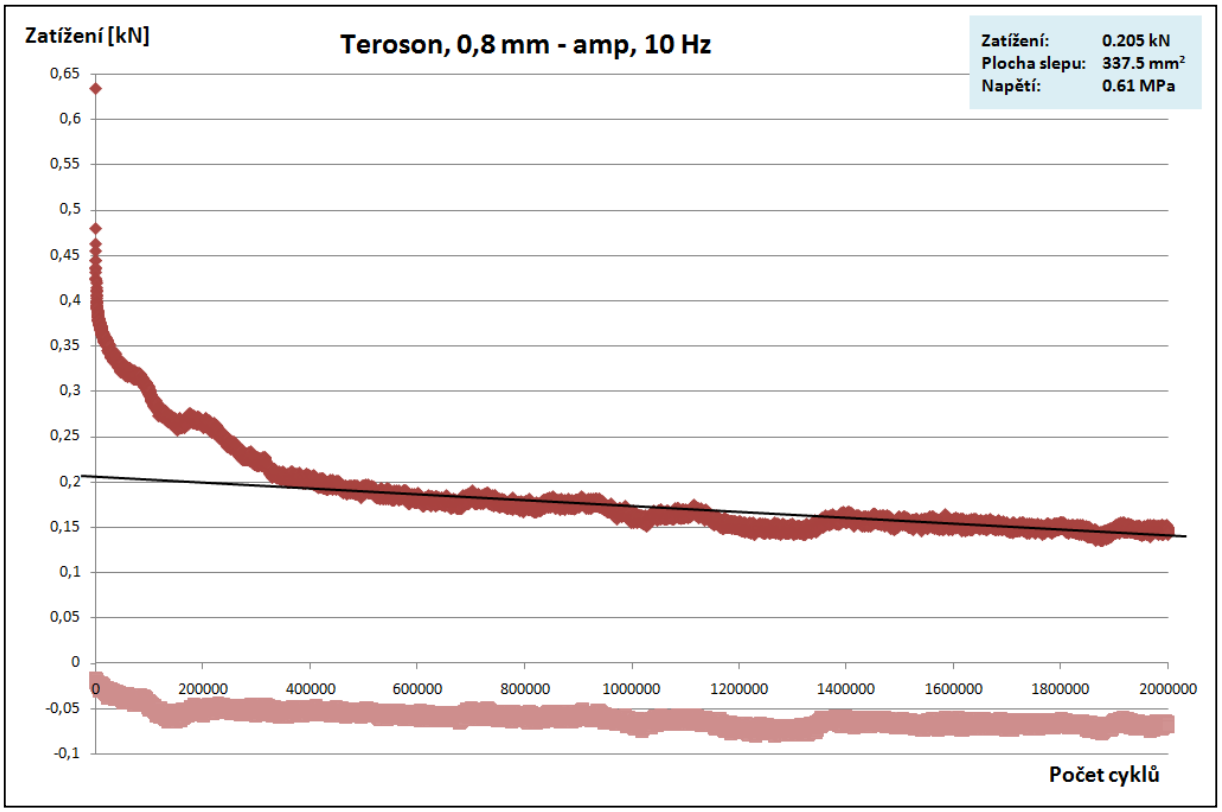

LOCTITE - 5% NaCl, 10 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 327.5 mm²
Max stress: 10.0 MPa
5231
Počet cyklů

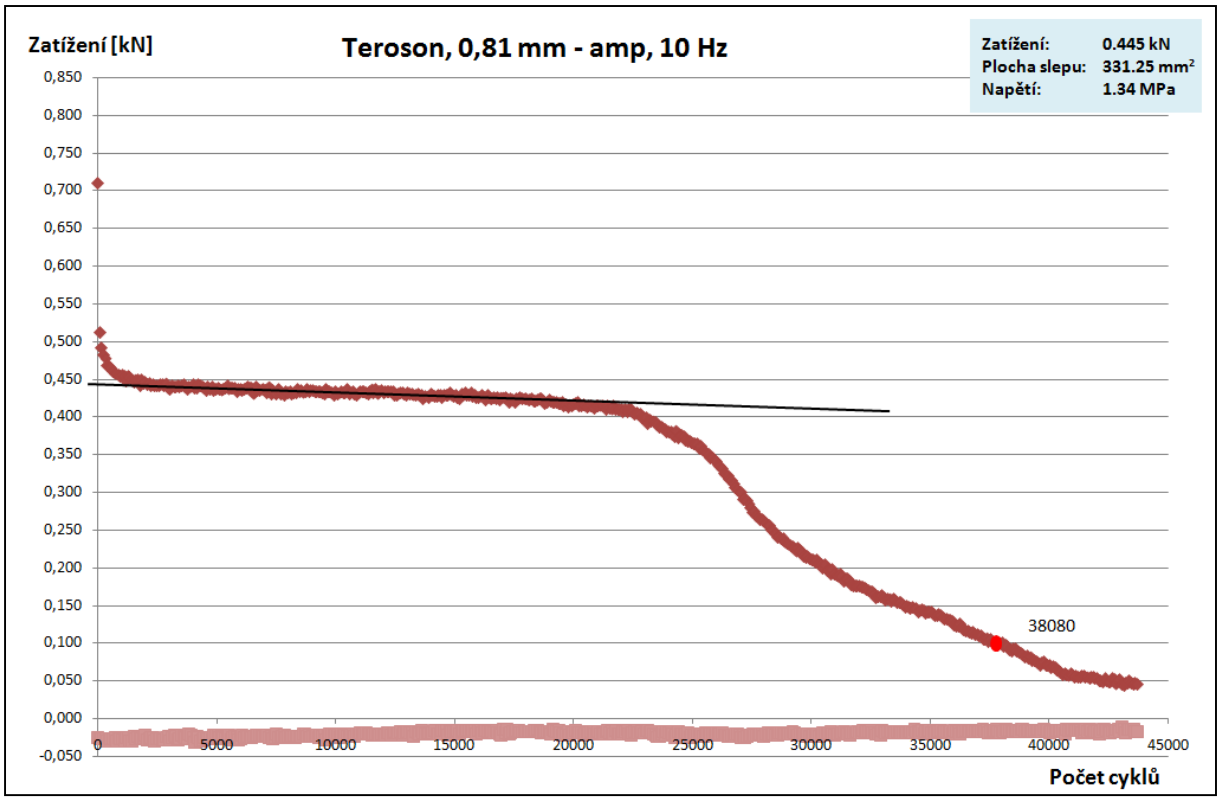

LOCTITE - 5% NaCl, 11 MPa, R0,1, 30 Hz
Zatížení [kN]
CS Area: 330.0 mm²
Max stress: 11.0 MPa
693
Počet cyklů

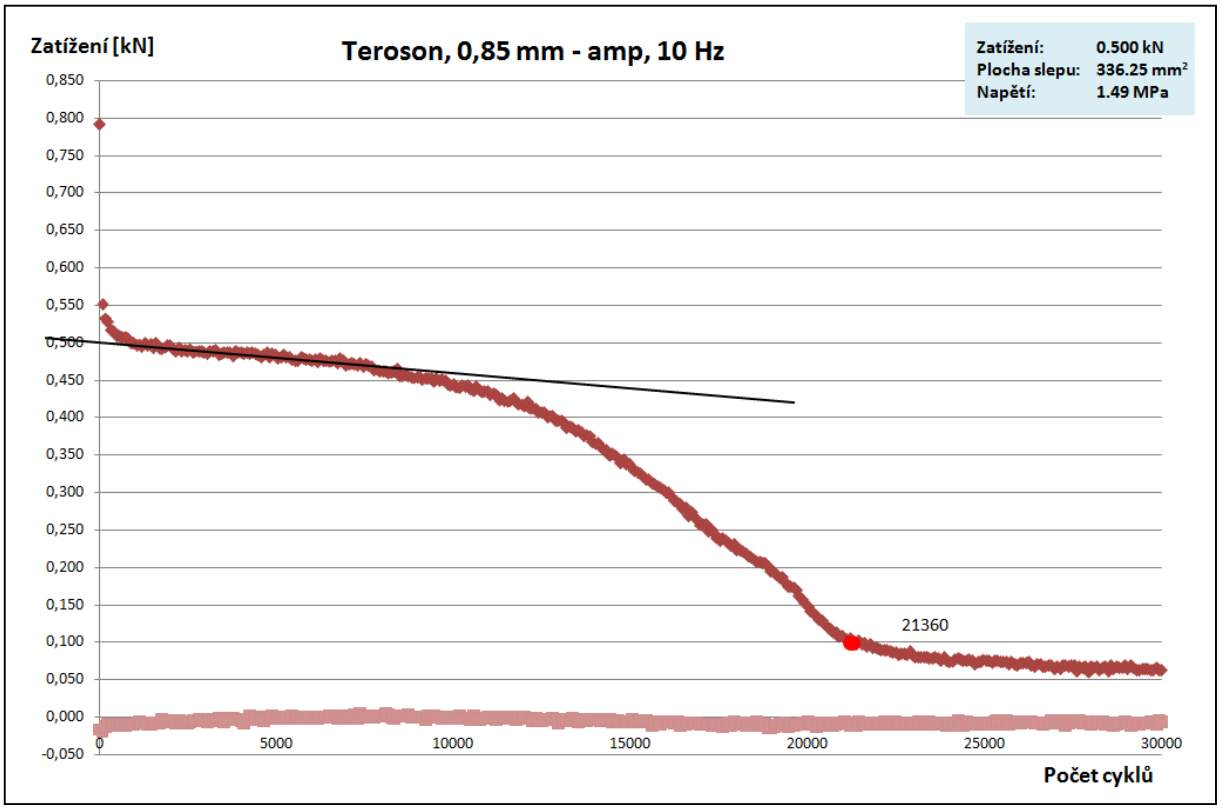
Příloha 4. Teroson MS 9220 - běžné podmínky

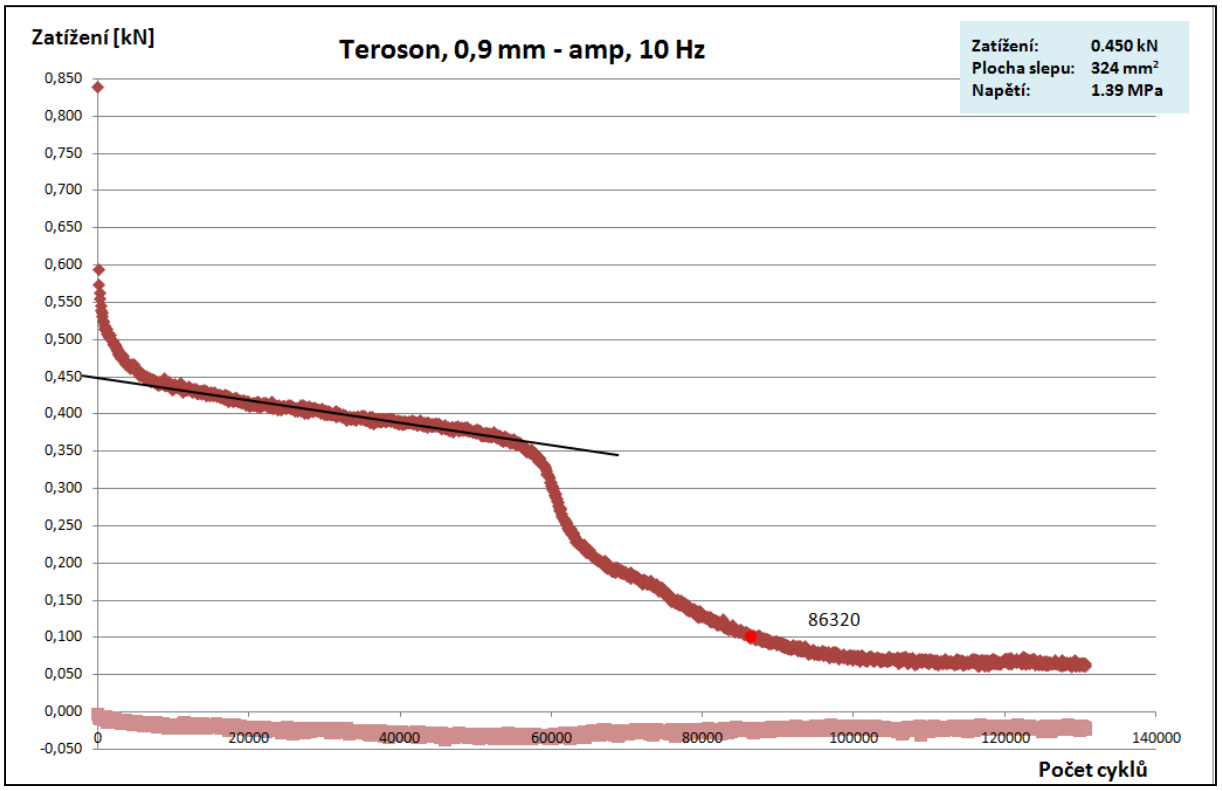


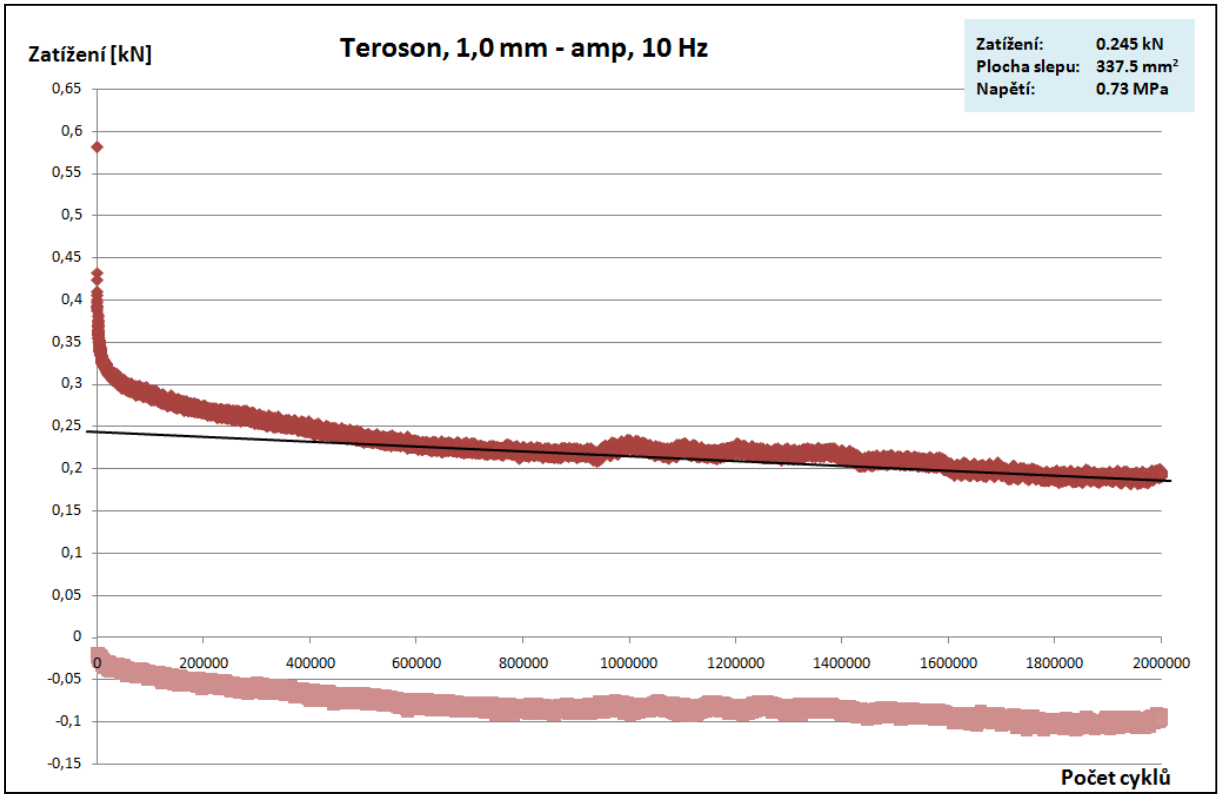


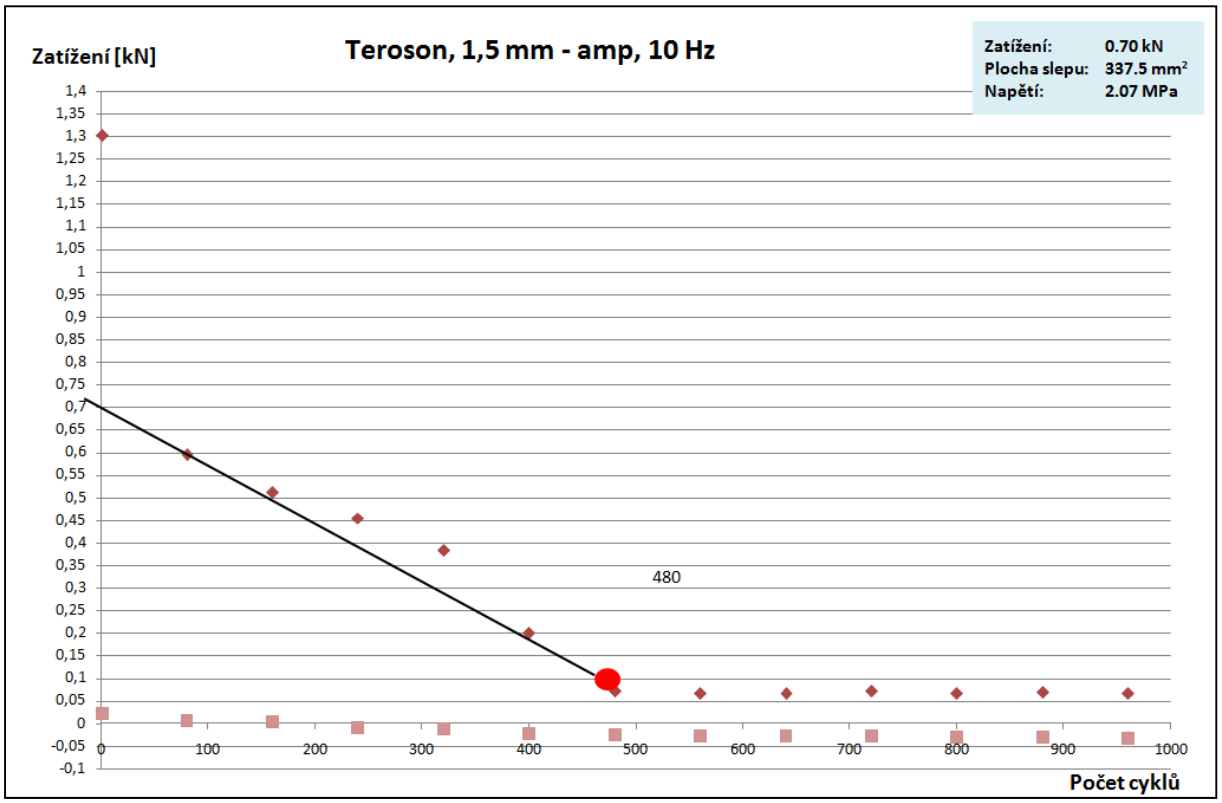

Zatížení [kN]
Teroson, 0,8 mm - amp, 10 Hz
Zatížení: 0.205 kN
Plocha slepu: 337.5 mm²
Napětí: 0.61 MPa
0,65
0,6
0,55
0,5
0,45
0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
-0,05
-0,1
0
200000
400000
600000
800000
1000000
1200000
1400000
1600000
1800000
2000000
Počet cyklů


Zatížení [kN]
Teroson, 0,81 mm - amp, 10 Hz
Zatížení: 0.445 kN
Plocha slepu: 331.25 mm²
Napětí: 1.34 MPa
0,850
0,800
0,750
0,700
0,650
0,600
0,550
0,500
0,450
0,400
0,350
0,300
0,250
0,200
0,150
0,100
0,050
0,000
-0,050
38080
0
5000
10000
15000
20000
25000
30000
35000
40000
45000
Počet cyklů

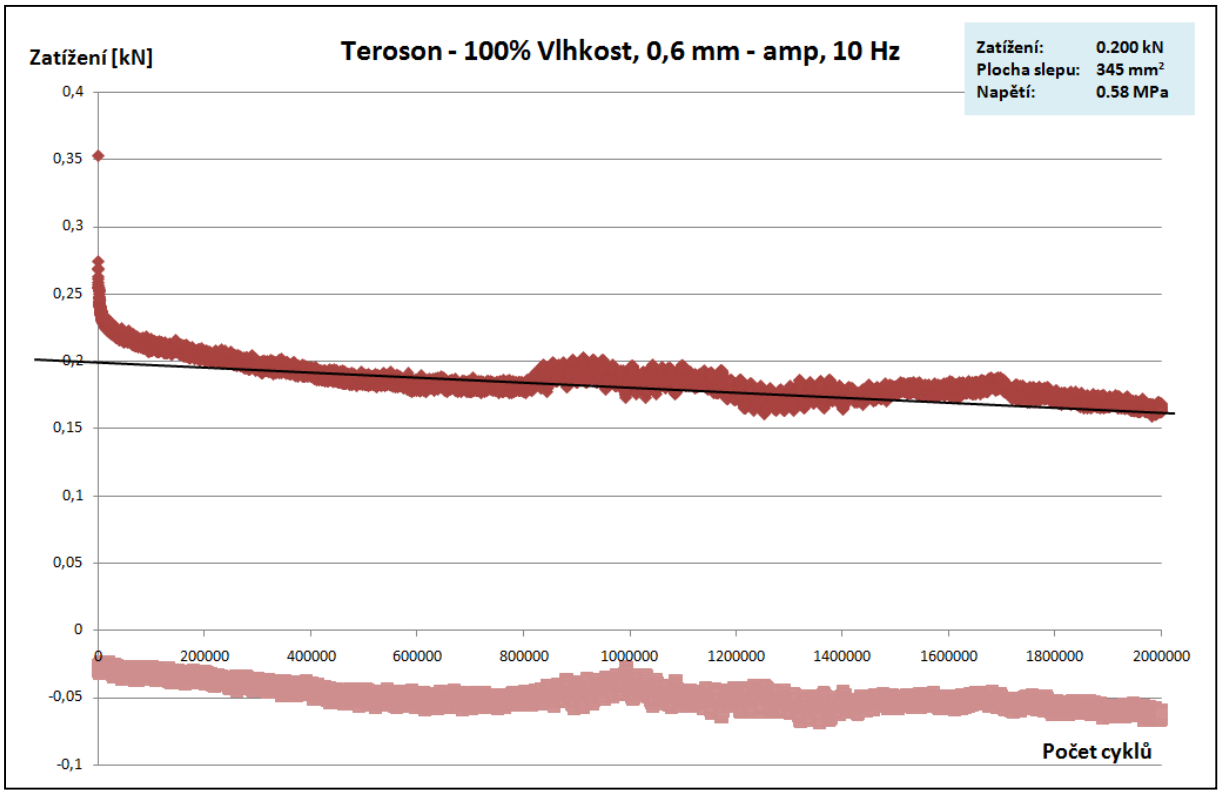

Zatížení [kN]
Teroson, 0,85 mm - amp, 10 Hz
Zatížení: 0.500 kN
Plocha slepu: 336.25 mm²
Napětí: 1.49 MPa
0,850
0,800
0,750
0,700
0,650
0,600
0,550
0,500
0,450
0,400
0,350
0,300
0,250
0,200
0,150
0,100
0,050
0,000
-0,050
0
5000
10000
15000
20000
25000
30000
21360
Počet cyklů

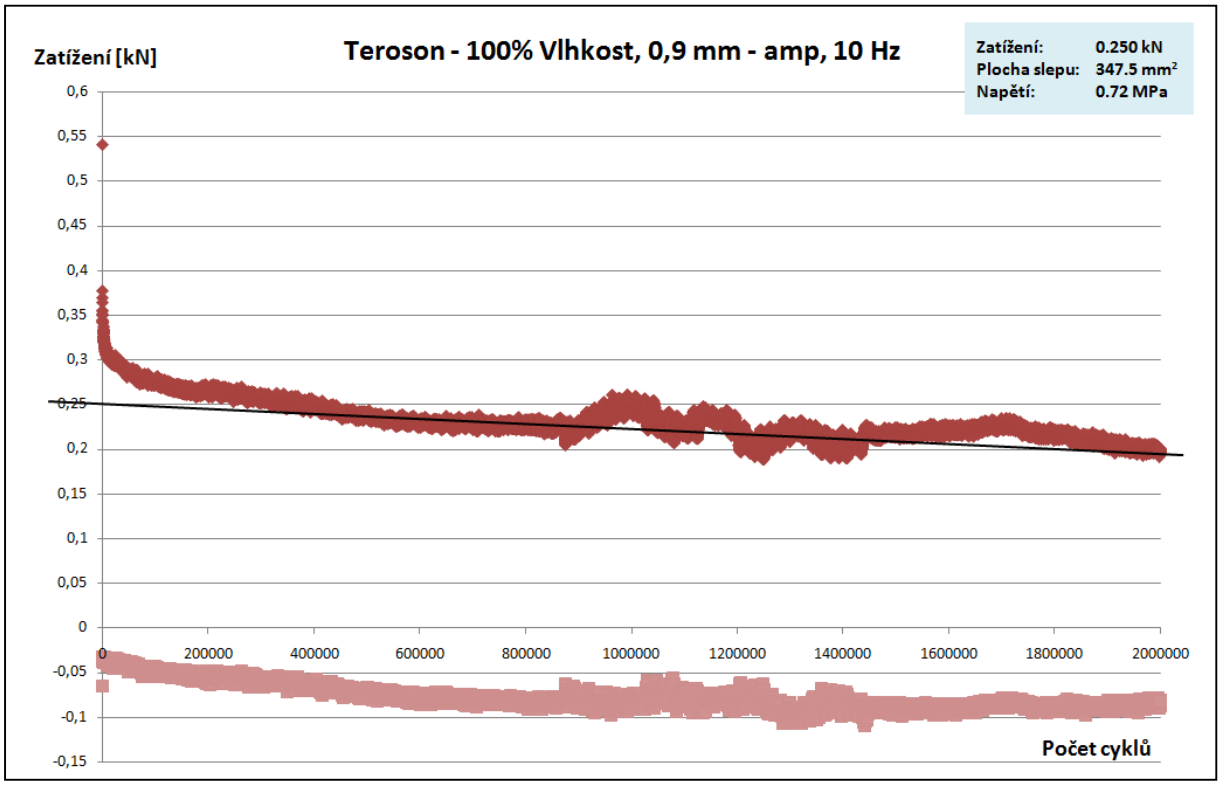

Zatížení [kN]
Teroson, 0,9 mm - amp, 10 Hz
Zatížení: 0.450 kN
Plocha slepu: 324 mm²
Napětí: 1.39 MPa
0,850
0,800
0,750
0,700
0,650
0,600
0,550
0,500
0,450
0,400
0,350
0,300
0,250
0,200
0,150
0,100
0,050
0,000
-0,050
0
20000
40000
60000
80000
100000
120000
140000
86320
Počet cyklů

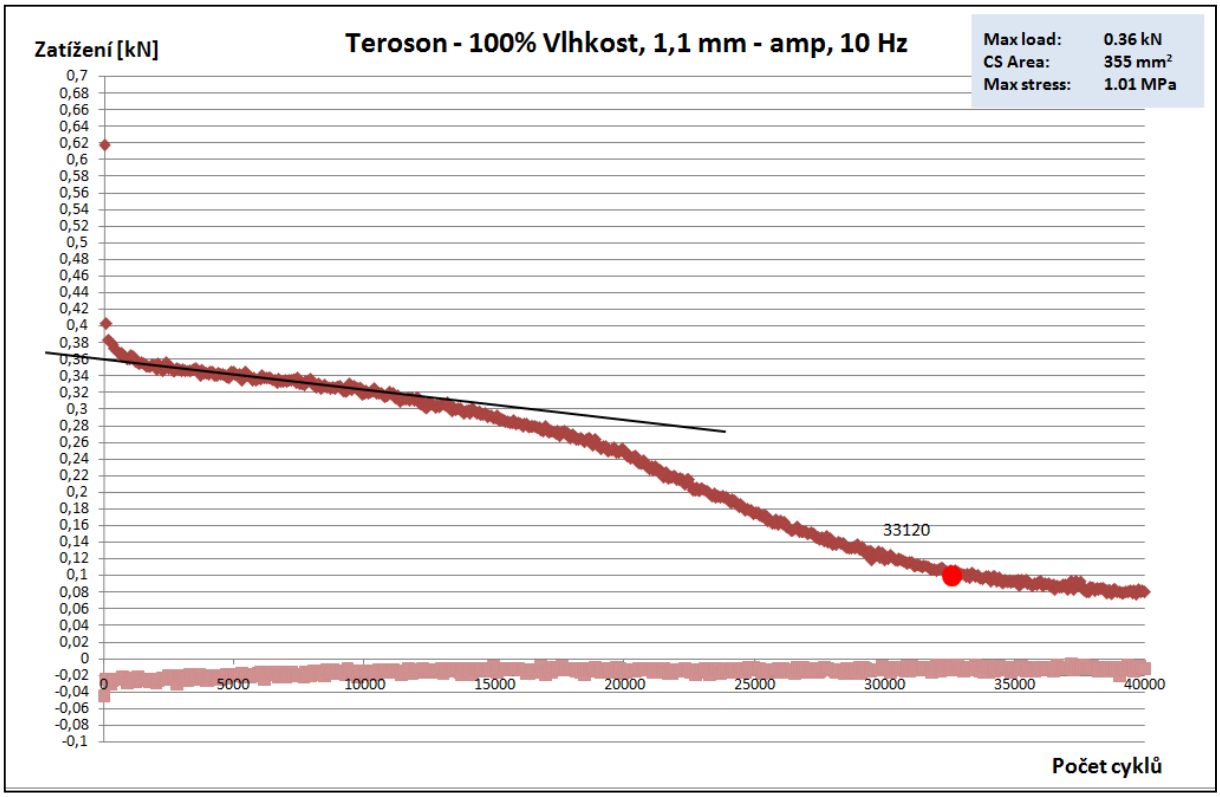

Teroson, 1,0 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Zatížení: 0.245 kN
Plocha slepu: 337.5 mm²
Napětí: 0.73 MPa
0,65
0,6
0,55
0,5
0,45
0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
-0,05
-0,1
-0,15
0
200000
400000
600000
800000
1000000
1200000
1400000
1600000
1800000
2000000
Počet cyklů

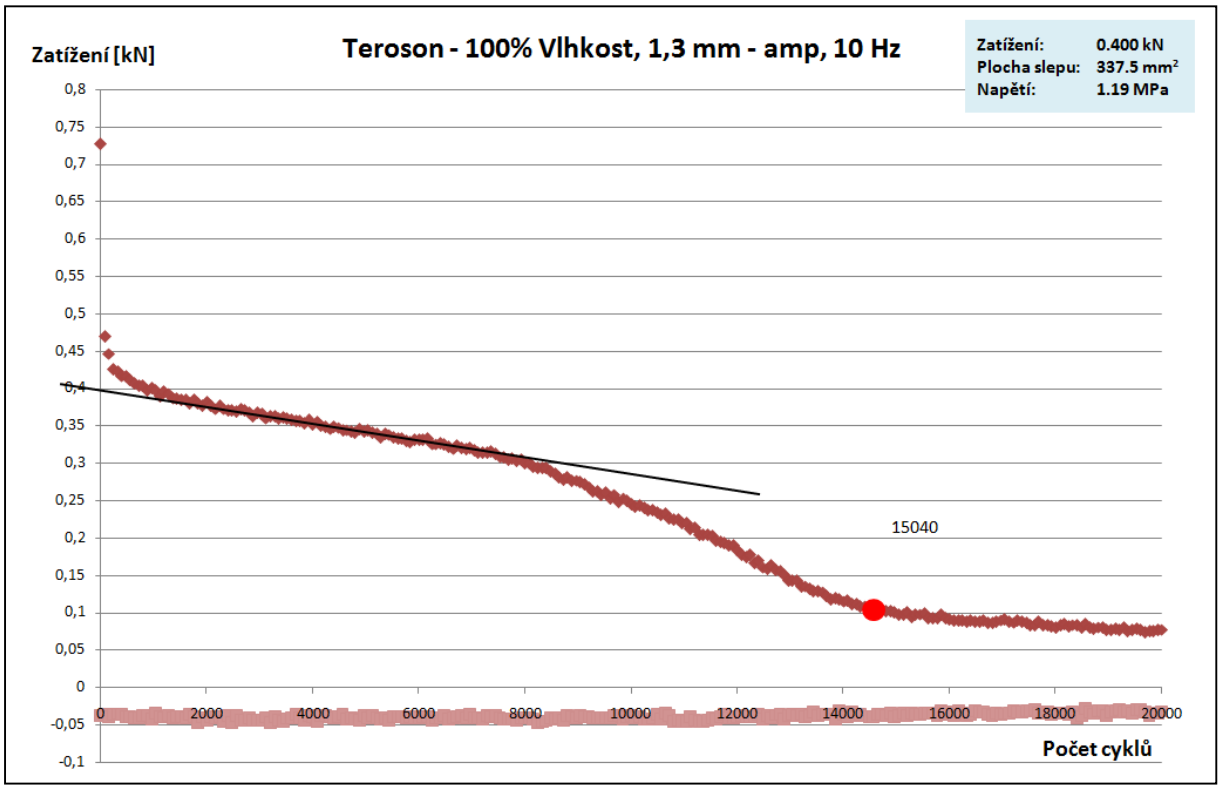

Teroson, 1,5 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Zatížení: 0.70 kN
Plocha slepu: 337.5 mm²
Napětí: 2.07 MPa
1,4
1,35
1,3
1,25
1,2
1,15
1,1
1,05
1
0,95
0,9
0,85
0,8
0,75
0,7
0,65
0,6
0,55
0,5
0,45
0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
-0,05
-0,1
480
0
100
200
300
400
500
600
700
800
900
1000
Počet cyklů

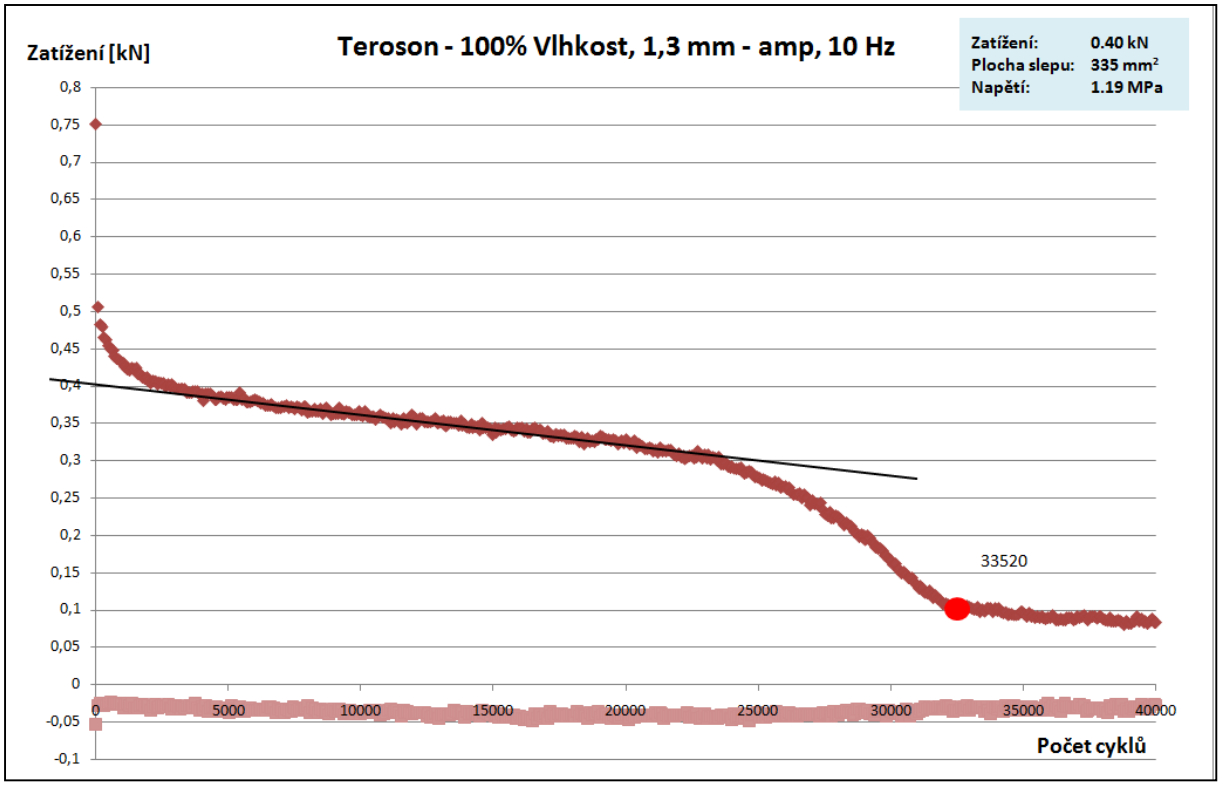
Příloha 5. Teroson MS 9220 - 100% vlhkost

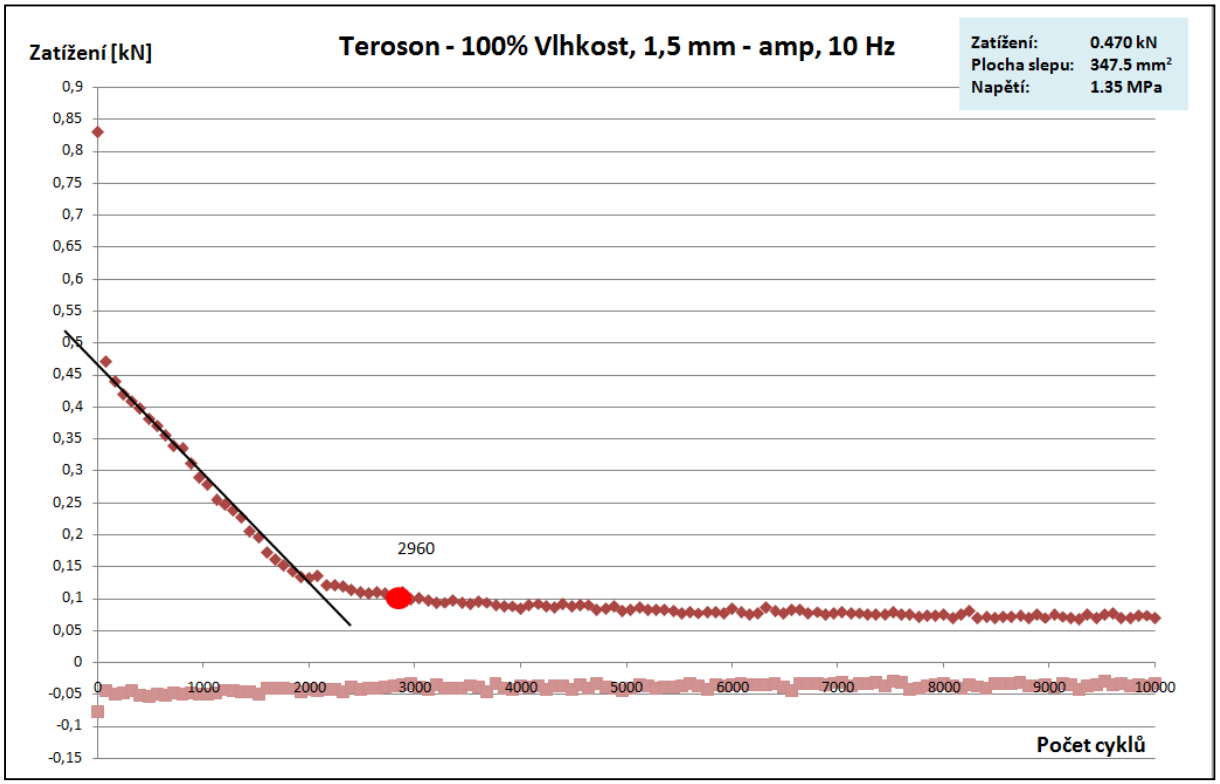




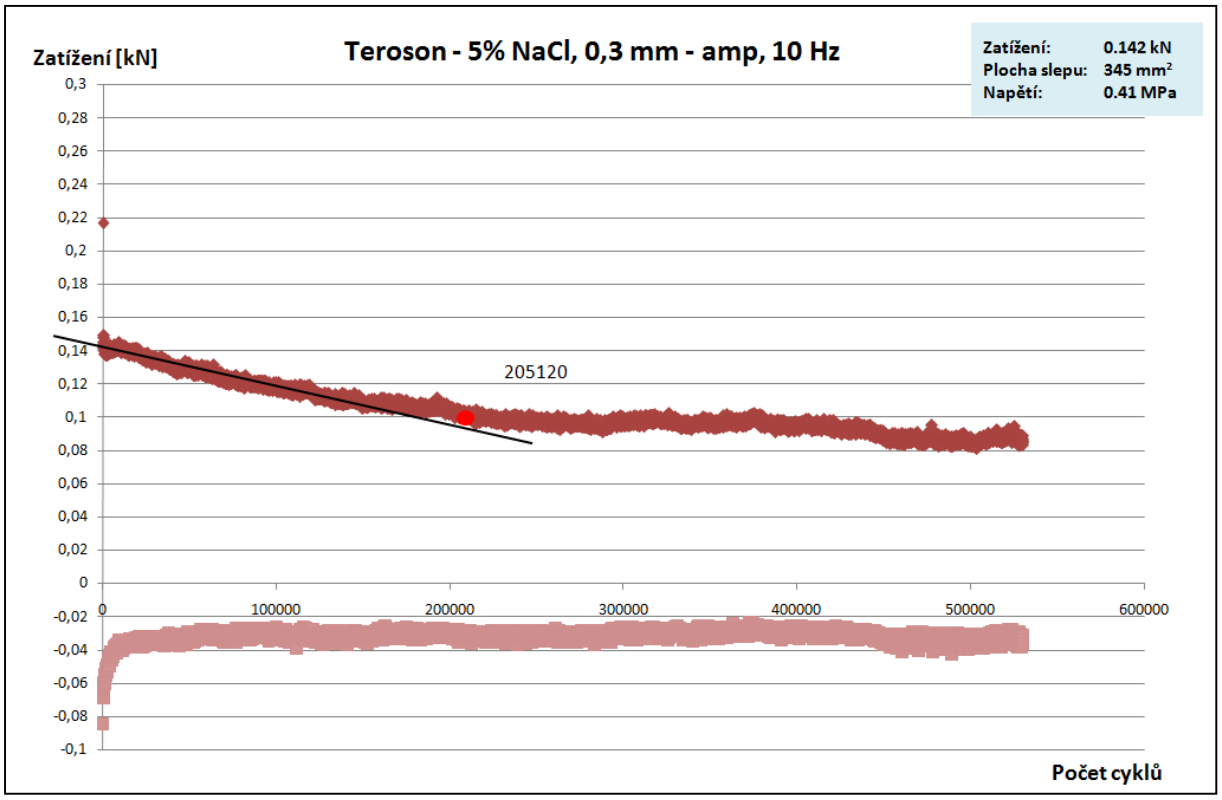

Teroson - 100% Vlhkost, 1,1 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Max load: 0.36 kN
CS Area: 355 mm²
Max stress: 1.01 MPa
33120
Počet cyklů

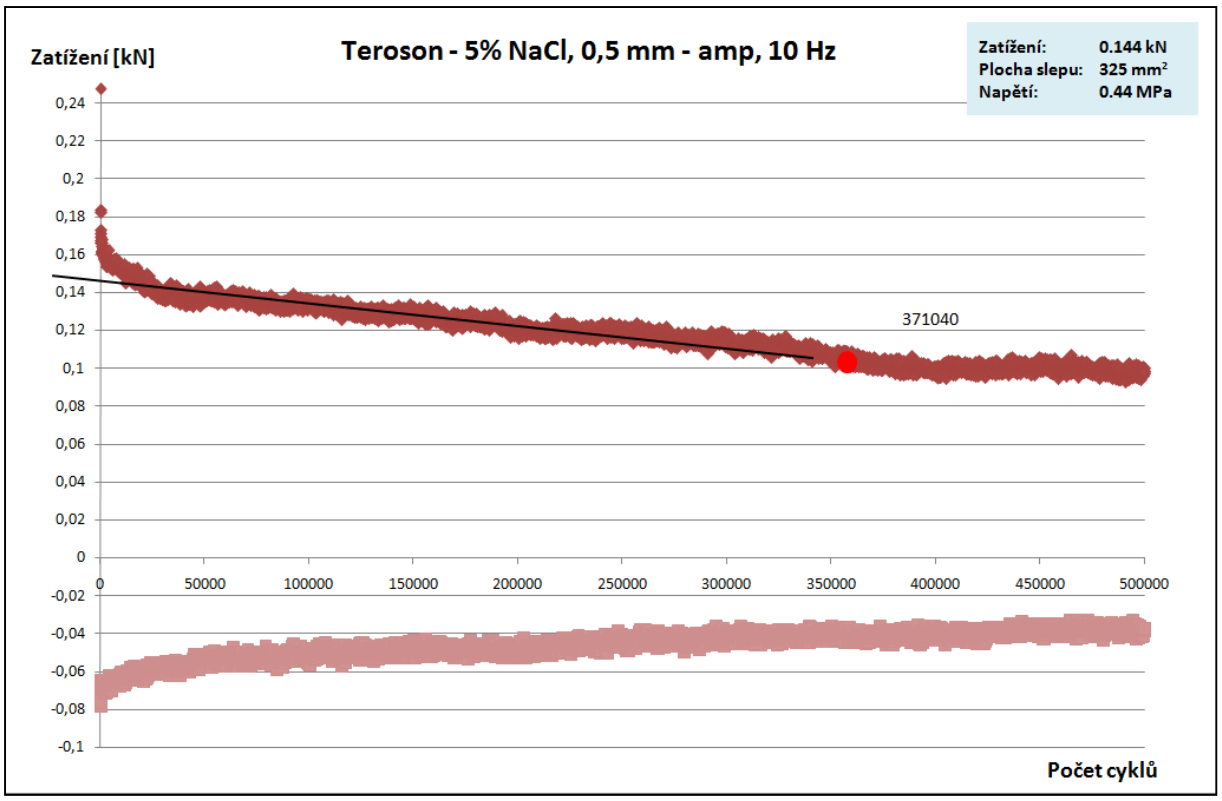

Teroson - 100% Vlhkost, 1,3 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Zatížení: 0.400 kN
Plocha slepu: 337.5 mm²
Napětí: 1.19 MPa
15040
Počet cyklů

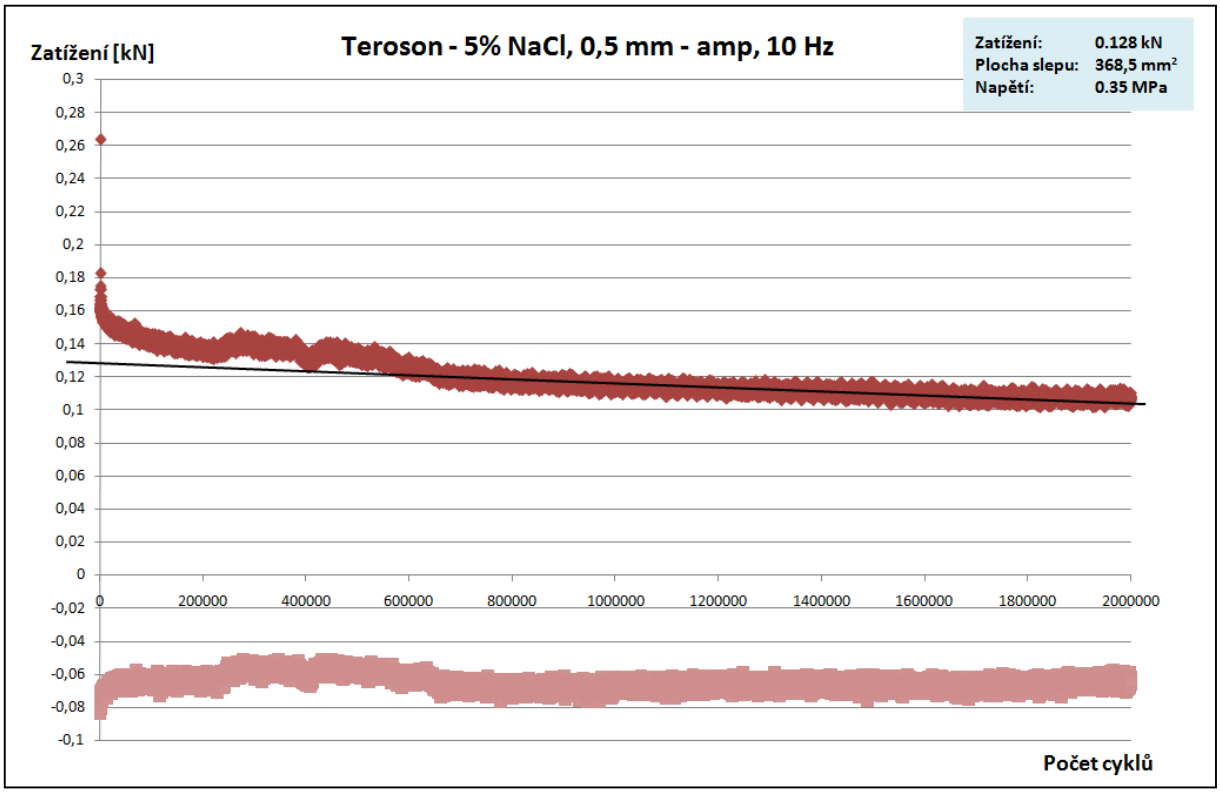

Zatížení [kN]
Teroson - 100% Vlhkost, 1,3 mm - amp, 10 Hz
Zatížení: 0.40 kN
Plocha slepu: 335 mm²
Napětí: 1.19 MPa
33520
Počet cyklů

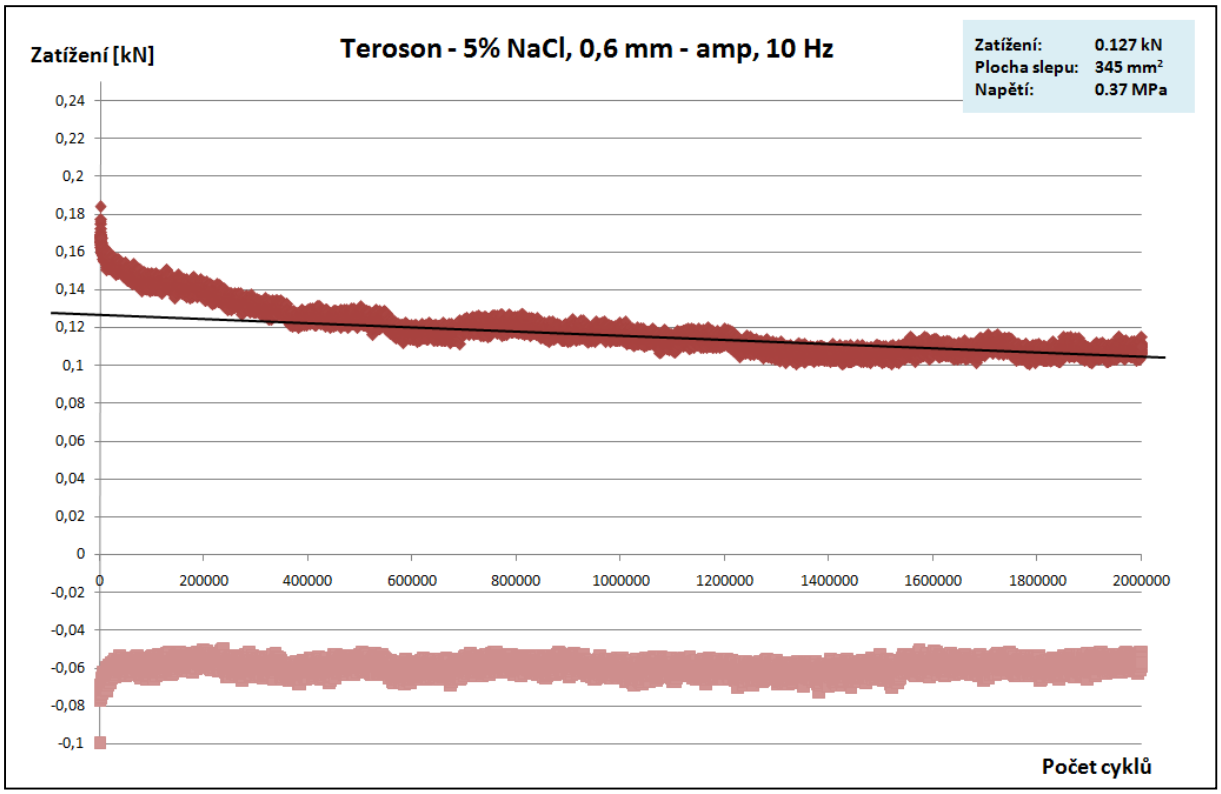

Zatížení [kN]
Teroson - 100% Vlhkost, 1,5 mm - amp, 10 Hz
Zatížení: 0.470 kN
Plocha slepu: 347.5 mm²
Napětí: 1.35 MPa
2960
Počet cyklů

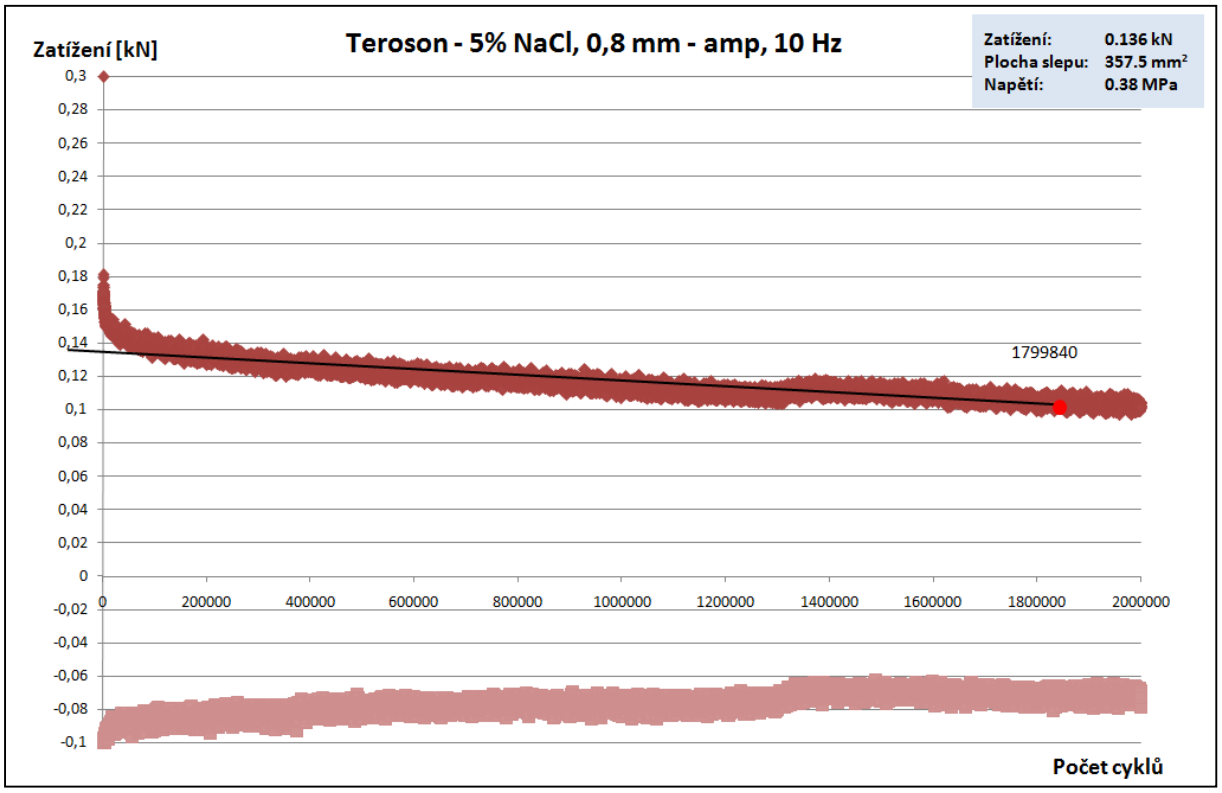
Příloha 6. Teroson MS 9220 - 5% NaCl

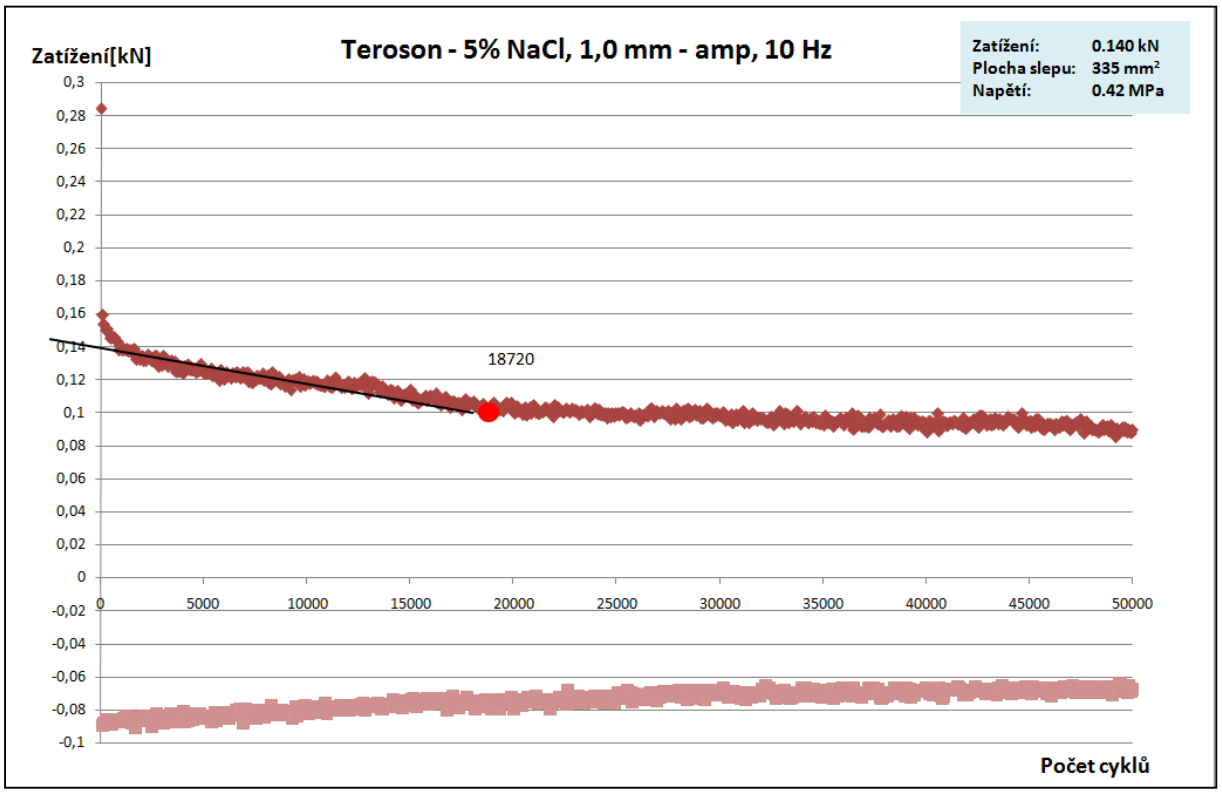


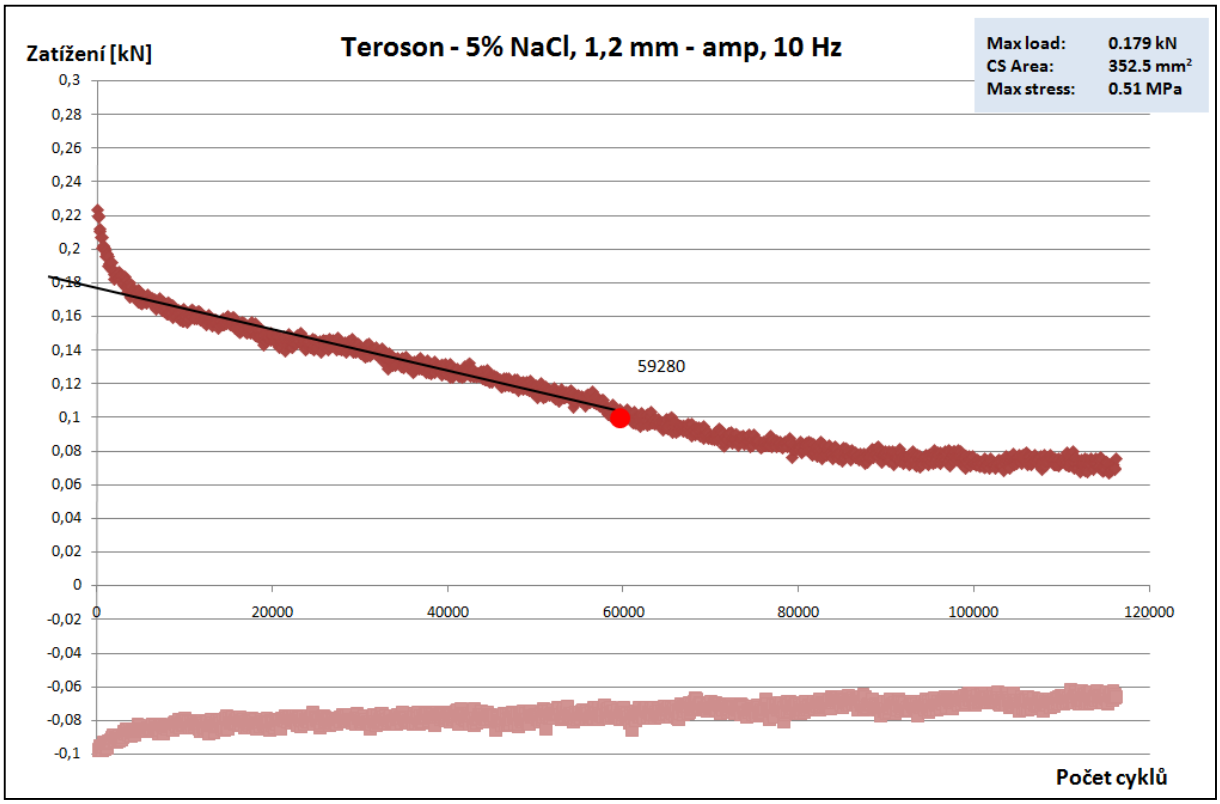



Teroson - 5% NaCl, 0,5 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Zatížení: 0.128 kN
Plocha slepu: 368,5 mm²
Napětí: 0.35 MPa
0,3
0,28
0,26
0,24
0,22
0,2
0,18
0,16
0,14
0,12
0,1
0,08
0,06
0,04
0,02
0
-0,02
-0,04
-0,06
-0,08
-0,1
0
200000
400000
600000
800000
1000000
1200000
1400000
1600000
1800000
2000000
Počet cyklů


Teroson - 5% NaCl, 0,6 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Zatížení: 0.127 kN
Plocha slepu: 345 mm²
Napětí: 0.37 MPa
0,24
0,22
0,2
0,18
0,16
0,14
0,12
0,1
0,08
0,06
0,04
0,02
0
-0,02
-0,04
-0,06
-0,08
-0,1
0
200000
400000
600000
800000
1000000
1200000
1400000
1600000
1800000
2000000
Počet cyklů


Teroson - 5% NaCl, 0,8 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Zatížení: 0.136 kN
Plocha slepu: 357.5 mm²
Napětí: 0.38 MPa
1799840
Počet cyklů


Teroson - 5% NaCl, 1,0 mm - amp, 10 Hz
Zatížení[kN]
Zatížení: 0.140 kN
Plocha slepu: 335 mm²
Napětí: 0.42 MPa
18720
Počet cyklů


Teroson - 5% NaCl, 1,2 mm - amp, 10 Hz
Zatížení [kN]
Max load: 0.179 kN
CS Area: 352.5 mm²
Max stress: 0.51 MPa
59280
Počet cyklů
0,3
0,28
0,26
0,24
0,22
0,2
0,18
0,16
0,14
0,12
0,1
0,08
0,06
0,04
0,02
0
-0,02
-0,04
-0,06
-0,08
-0,1
0
20000
40000
60000
80000
100000
120000