

Istraživanje tehnoloških i mehaničkih osobina reaktivnih poliuretanskih taljivih ljepila

RESEARCH ON PRODUCTION AND MECHANICAL PROPERTIES OF REACTIVE POLYURETHANE HOT MELT ADHESIVES

Željko Šonje, dipl. ing.
Klebchemie — Weingarten

Prof. dr. Boris Ljuljka
Šumarski fakultet — Zagreb

UDK 630*824.839

Prispjelo: 8. rujna 1990.
Prihvaćeno: 15. listopada 1990.

Prethodno priopćenje

Sažetak

U ovom radu su istraživane mehaničke osobine spojeva drvo — poliuretansko taljivo ljepilo — drvo i kombinacije tog ljepila u sistemu drvo plastika i drvo — metal pri primjeni različitih formulacija tih ljepila. Ispitan je utjecaj otvorenog vremena, tlaka i sadržaja vode na čvrstoću spoja. Usto je ispitana prikladnost lijepljenja različitih plastičnih materijala, postojanost prema višim i nižim temperaturama, kao i starenje zaliđenog spoja pri konstantnoj temperaturi. Provedeno je komparativno ispitivanje upjenjenog i kompaktног ljepila. Pravilnim izborom parametara lijepljenja može se bitno utjecati na kvalitetu spoja.

Summary

The paper deals with the research on mechanical properties of the joints: wood-polyurethane hot melt glue-wood as well as in the following combinations: wood-plastics, and wood-metal, by application of various formulations of these glues. The influence of open time, pressure and water content on joint strength has been tested. The tests have been made also on the possibility of gluing various plastic materials, on resistance to higher and lower temperatures and on aging at a stable temperature. A comparative test on foam melt and compact glues has been carried out. The joint quality can be significantly influenced by a proper selection of gluing parameters.

(v. k.)

UVOD

U tehnici lijepljenja poliuretanska taljiva ljepila (PU-t ljepila) zauzimaju važno mjesto. Posljednjih godina zapažen je veoma nagao razvoj tih sistema. Uz pomoć PU-t ljepila napravljen je probaj u području lijepljenja pri postupcima sastavljanja (montaže) i oblaganja rubova profila i sl. u industriji i zanatstvu. Ta ljepila ispunjavaju najviše zahtjeve u smislu otpornosti na vodu i toplinu. Područje njihove primjene vrlo je široko: lijepe drvo, drvne materijale, kamen, beton, metale i plastične materijale.

Reaktivna PU-t ljepila u sebi sjedinjuju osobine dosadašnjih taljivih ljepila. Kemijski sastojci tih ljepila su lako taljivi poliuretan i slobodne grupe izocijanata. Proces otvrđnjavanja je fizikalni i kemijski. Oba procesa teku paralelno, različitom brzinom. Kao i u svih ostalih ljepila, nastaje trenutačno otvrđnjavanje hlađenjem, a kemijski proces otvrđnjavanja teče polaganje. Za sam fizikalni proces karakteristične su dvije pojave:

— brzo skrtnjavanje zbog prelaska iz tekućega u kruto stanje;

— gotovo istodobna, ali malo polaganja kristalizacija, u toku koje se stvara određeni poređak molekula.

Obje pojave osiguravaju visoku početnu čvrstoću, karakterističnu za sva taljiva ljepila.

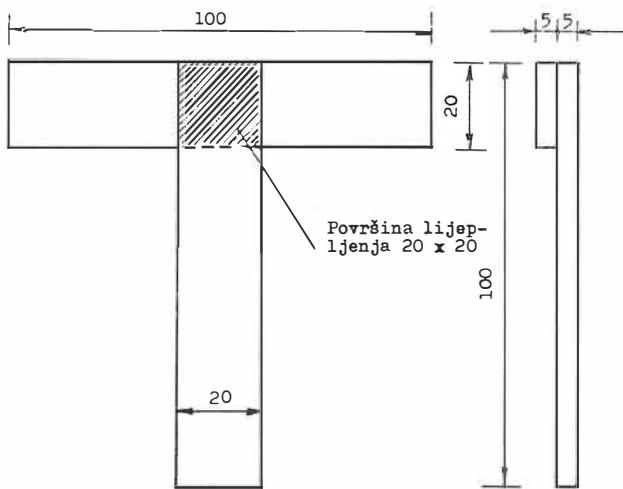
Kemijsko otvrđnjivanje ostvaruje se zahvaljujući reakciji slobodnih grupa izocijanata s vlagom i umrežavanju molekula polimera, čime se osigurava metaljivost i netopljivost te dobra mehanička i kemijska postojanost.

Brzina otvrđnjavanja ovisi o dovedenoj vazi (vodi) i o temperaturi.

ISPITIVANJE REAKTIVNIH POLIURETANSKIH TALJIVIH LJEPILA

Da bi korisnik ljepila maksimalno sigurno uveo i primjenjivao neki novi materijal, svaki proizvod u toku postizanja proizvodne zrelosti mora proći kroz niz testova i pri tome zadovoljiti određene uvjete. Tako su za nova PU-t ljepila provedeni brojni pokusi.

Kao najprikladniji oblik uzorka za ispitivanje izabran je T-spoj od bukovine, debljine 5 mm (DIN 53 254/EN 205 Entwurf); vidi sliku 1. Broj uzoraka svake grupe bio je $n = 6$. Sva su ispitivana ljepila uzeta iz redovne proizvodnje tvrtke Klebchemie, Weingarten, SRNJ.



Sl. 1 — Uzorak za ispitivanje PU-t ljepila
Fig. 1 — Specimen for testing of polyurethane hot melt glue

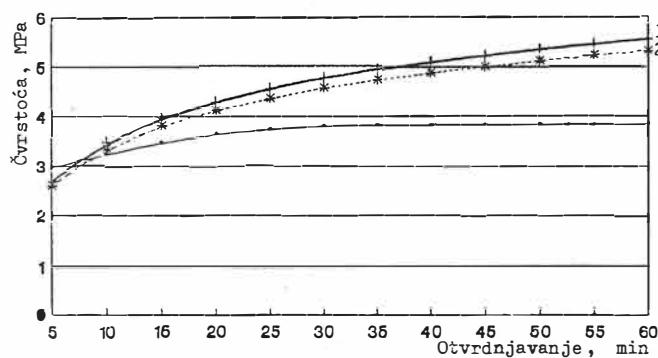
UTJECAJ SADRŽAJA VODE U DRVU NA ČVRSTOĆU SPOJA

Kao što je već spomenuto, poslijе fizikalnog procesa otvrđnjavanja slijedi kemijski, koji ovisi o raspoloživoj vodi i o temperaturi. Uzorci su klimatizirani na sadržaj vode 8, 16 i 24%, slijepljeni PU-t ljepilom i ispitani u određenim vremenskim razmacima.

Parametri lijepljenja i ispitivanja:

- tlak 0,9 MPa
- trajanje tlačenja 5 s
- nanesena količina ljepila 180 g/m²
- brzina ispitivanja 50 mm/min

Promjene čvrstoće pri smicanju vlakom ovisno o trajanju otvrđnjavanja i sadržaju vode u drvu prikazane su na slici 2. Čvrstoća spojeva nakon pola godine na sobnoj klimi (20 °C/65% relativne vlage zraka) dana je na slici 3. U ovom ispitivanju na čvrstoću su utjecala dva faktora:

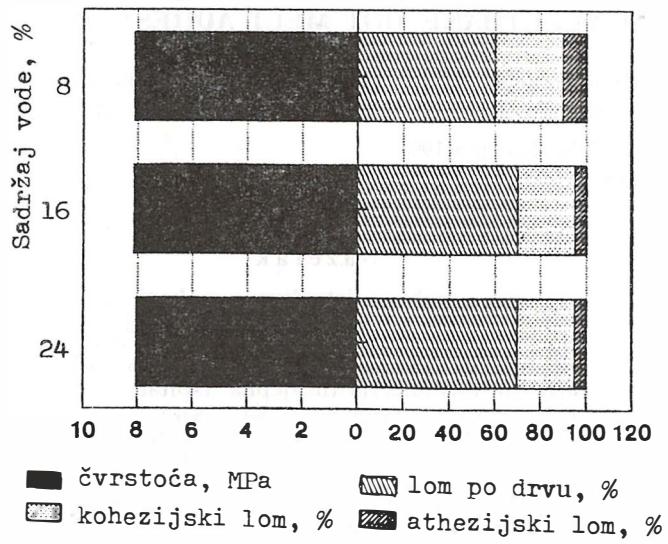


Sl. 2 — Ovisnost čvrstoće spoja o trajanju otvrđnjavanja i sadržaju vode u drvu
Fig. 2 — Dependence of joint strength on duration of hardening and water content in wood

faktor A — sadržaj vode u drvu, u tri stupnja (8, 16 i 24%);

faktor B — trajanje otvrđnjavanja, u šest stupnjeva (5 min — 8 sati).

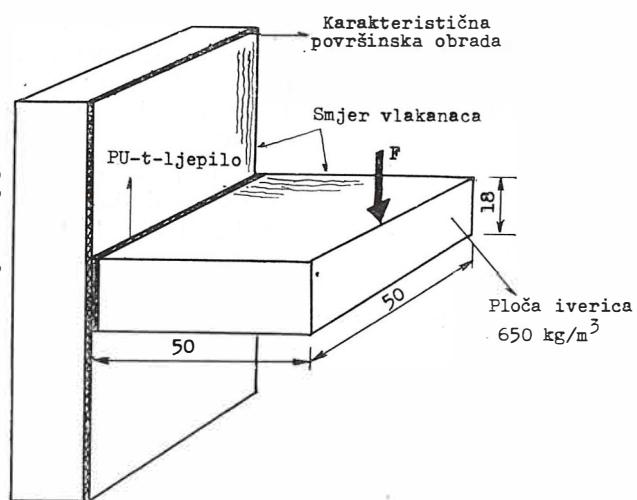
Analizom varijance ispitana je utjecaj pojedinih faktora na čvrstoću spoja. Oba faktora i njihove interakcije imali su signifikantan utjecaj na čvrstoću spoja.



Sl. 3 — Čvrstoća spoja nakon otvrđnjavanja od pola godine pri 20°C i 65%-tnoj relativnoj vlažnosti zraka
Fig. 3 Joint strength after 1/2 year hardening at 20°C and 65% relative air humidity

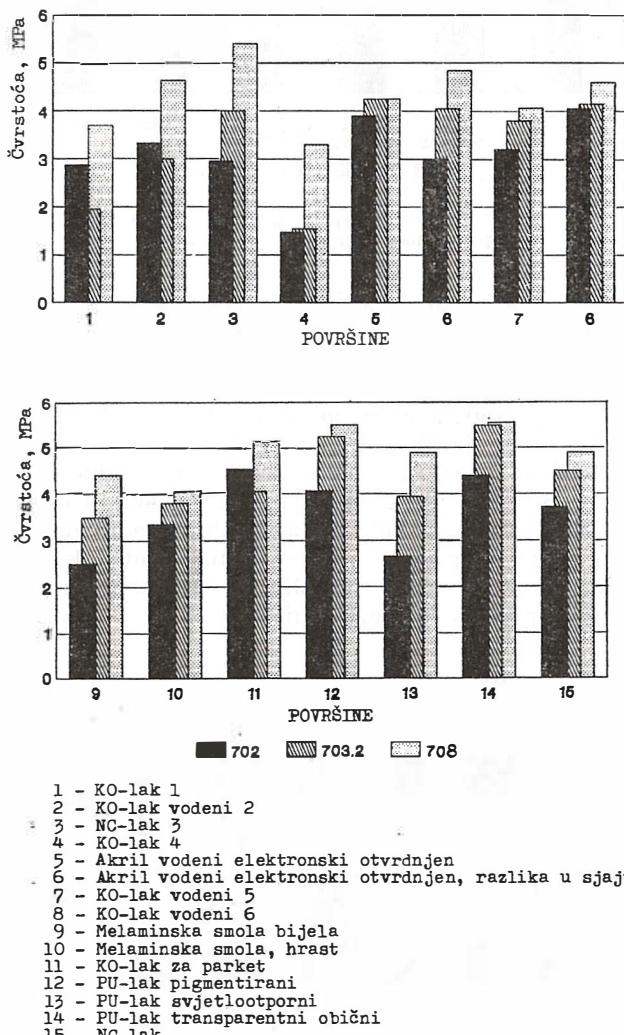
ČVRSTOĆA NA SAVIJANJE NAKON LIJEPLJENJA NA RAZLIČITE POVRŠINE

Za ovo su ispitivanje izrađeni uzorci od ploče iverice furnirane hrastovim furnirom debljine 18 mm, koji su kao konzola lijepljeni na različito obrađene površine; vidi sliku 4.



Sl. 4 — Uzorak za ispitivanje sroja pri lijepljenju na različite površine
Fig. 4 — Specimen for testing joint when gluing different surfaces

Ljepilo je nanošeno u obliku valjka (gliste) promjera 3—4 mm, a nakon priljubljivanja prekriva cijelu površinu. Tlak je bio 0,9 MPa, trajanje tlačenja 30 s, nanesena količina 180 g/m², brzina kidanja-ispitivanja 25 mm/min. Ispitivanje je provedeno sedam dana nakon lijepljenja.



Slika 5. Čvrstoće spojeva na različitim površinama
Fig. 5 — Joint strength on different surfaces

Ispitivanjem su obuhvaćena tri ljepila s označama 702, 703.2 i 708 te 15 vrsta podloga. Dobiveni su rezultati zorno prikazani na slici 5, gdje su upisane sve vrste podloga.

Prosječnu čvrstoću pojedinog ljepila na svim podlogama daje sljedeći prikaz.

Ljepilo	Čvrstoća (MPa)	Lom po iverju (%)
702	3,33	30
703.2	3,82	45
708	4,62	60

UTJECAJ OTVORENOG VREMENA I TLAKA NA ČVRSTOĆU SPOJA

Otvoreno vrijeme važan je parametar u tehnologiji lijepljenja. Primjenimo li reaktivna PU-t ljepila za sastavljanje (montažu), možemo očekivati dulje otvoreno vrijeme nego u slučaju dosadašnjih taljivih ljepila na bazi kopolimera, etilena i vinil-acetata. Otvoreno vrijeme i za PU-t ljepila ovisi o radnoj temperaturi, klimatskim uvjetima okoline i količini nanesenog ljepila.

Radne temperature za ispitivana ljepila iznose:

Ljepilo	Temperatura (°C)
702	130
703.2	130
704	150
706	160

Iz prikaza se vidi da su za primjenu tih ljepila potrebne različite radne temperature, odnosno da navedena ljepila pri jednakim temperaturama imaju različite viskozitete.

Tlak je bitan parametar za lijepljenje. Za ispitivanje njegova utjecaja izrađeni su uzorci prema slici 1. i prema prijašnjem opisu ispitivanja utjecaja sadržaja vode. Ispitivanje je provedeno sedam dana nakon lijepljenja.

Istraživanja utjecaja otvorenog vremena i tlaka provedena su prema sljedećoj shemi.

Utjecajni činitelj	Oznaka činitelja Razina
ljepilo	A A1, A2, A3, A4
tlak	B B1, B2, B3
otvoreno vrijeme	C C1, C2
A1 — 702	B1 — 0,25 MPa C1 — 5 s
A2 — 703.2	B2 — 0,45 MPa C2 — 30 s
A3 — 704	B3 — 0,90 MPa
A4 — 706	

Statističkom analizom ustanovljen je i signifikantni utjecaj otvorenog vremena na čvrstoću spoja. Za ilustraciju navodimo prosječne vrijednosti.

Otvoreno vrijeme	(s):	5	30
Čvrstoća spoja	(MPa):	8	7,2

Odnos tlaka i čvrstoće spoja:

Tlak čvrstoća spoja	(MPa):	0,9	0,45	0,25
Tlak	(MPa):	7,42	7,76	7,64

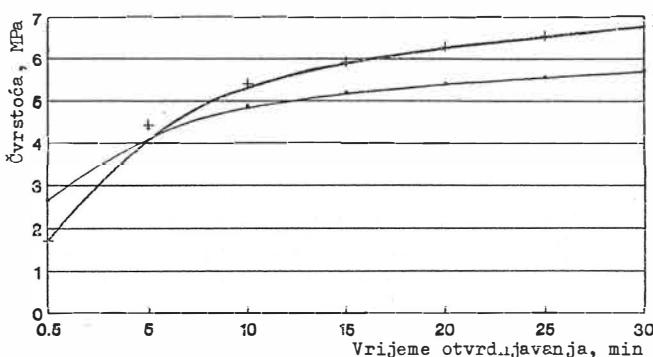
Nije ustanovljen statistički signifikantan utjecaj tlaka na čvrstoću spoja.

UTJECAJ TRAJANJA OTVRDNJAVA VANIJA NA ČVRSTOĆU SPOJA

Utjecaj trajanja otvrđnjavanja na čvrstoću spoja odlučujući je faktor za primjenu nekog ljepila. Na mnoge zahtjeve koji se javljaju u toku postupka lijepljenja utječe odnos trajanja otvrđnjavanja i čvrstoće (sile izravnavanja, unutrašnjih naprezanja, pomak/takt, daljnja obrada).

Sile izravnavanja obloge, tj. odljepljivanja, osobito su velike pri oblaganju zakriviljenih ploha furnirima (softforming).

Ispitivanja su provedena na uzorcima izrađenim prema slici 1. i već spomenutim ostalim uvjetima, s tim da je nanesena količina bila 150 g/m², a radna temperatura 130—160 °C. Ispitivanja čvrstoće provedena su sedam dana nakon lijepljenja. Na slici 6. prikazani su rezultati ispitivanja PU-t ljepila i EVA ljepila za oblaganje (Ummantelung).



Sl. 6 — Usporedba EVA ljepila sa PU-t ljepilom
Fig. 6 — Comparison of EVA and polyurethane hot melt glue

ČVRSTOĆA SPOJA DRVO—PLASTIKA

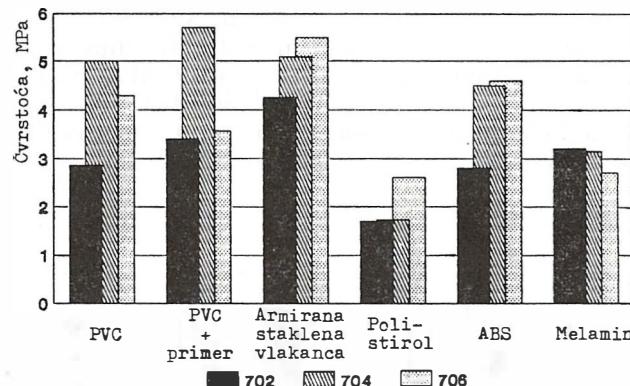
U proizvodnji namještaja veliko značenje imaju spojevi drvo—plastika. Za ispitivanje tih spojeva izrađeni su uzorci prema slici 1.

Horizontalni dio bio je od drva, a vertikalni od plastike debljine 2—4 mm, temperatura je iznosila 130—160 °C, tlak 0,8 MPa, trajanje tlačenja 30 s, nanesena količina 180 g/m², a brzina ispitivanja (kidanja) bila je 25 mm/min.

Ispitivanje čvrstoće provedeno je nakon sedam dana. Dobiveni rezultati prikazani su na slici 7. Vidi se da se i na tim spojevima postiže dosta visoke čvrstoće, posebno s ljepilima 704 i 706.

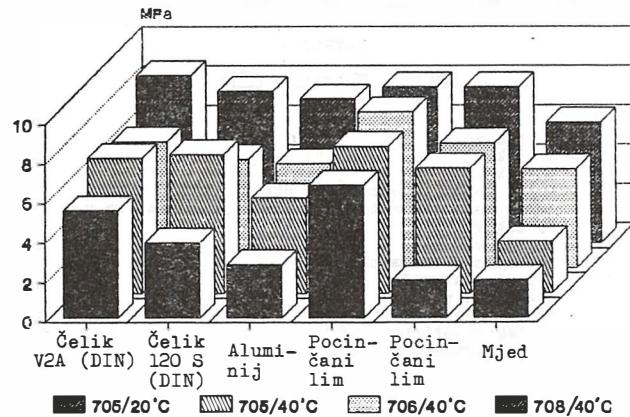
ČVRSTOĆA SPOJA DRVO—METAL

Lijepljenje metala česta je pojava u proizvodnji namještaja, pa je bilo zanimljivo ispitati i takve spojeve. Za potrebe pokusa metali su odmašćeni. Inače, pri lijepljenju metala svatko pokusima mora ustanoviti optimalne uvjete. Pritom



Sl. 7 — Čvrstoća spoja drvo — plastika
Fig. 7 — Joint strength: wood — plastics

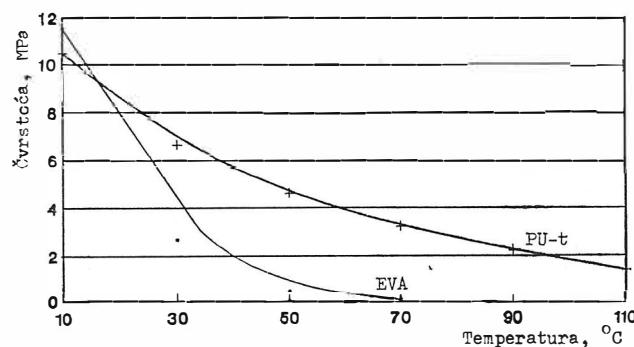
veliku pomoć pruža primjena primera ili drukčije površinske obrade, kao i predgrijavanja metalnih površina. Pokusima na kromatiranom aluminiјu i s ljepilom 706 ustanovljeno je da je za taj slučaj predgrijavanje na 40 °C znatno poboljšalo čvrstoću spoja. Pokusi su provedeni na istim uzorcima kao i u spoju drvo—plastika, a metalne trake debljine 1 mm predgrijane su na 40, 70 i 100 °C. Rezultati tih ispitivanja upućuju na to da se uz dobru pripremu limova postiže zadovoljavajuće čvrstoće spoja. Na slici 8. prikazani su rezultati pokusa na različitim metalima.



Sl. 8 — Čvrstoća spoja na različitim metalima
Fig. 8 — Joint strength on different metals

POSTOJANOST PREMA VIŠIM I NIŽIM TEMPERATURAMA

Uzorci su izrađeni prema slici 1, a ostali su uvjeti jednaki uvjetima drugih ispitivanja s istim uzorkom. Ispitivan je spoj drvo—drvo. Na slici 9. dane su čvrstoće spoja pri različitim temperaturama taljivih EVA-ljepila i PU-t ljepila, namijenjenih oblaganju. Dobro se vide različite osobine tih ljepila pri povišenim temperaturama. Ispitivanja pri sniženju temperature do —20 °C pokazala su da nastaje neznatno smanjenje čvrstoće spoja sa svim PU-t ljepilima. To smanjenje u



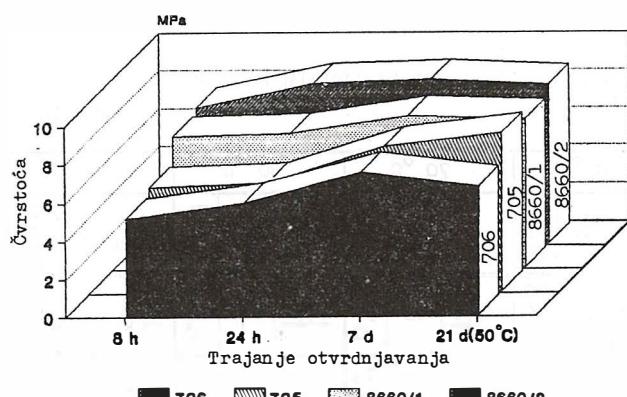
Sl. 9 — Čvrstoća spoja drvo — drvo pri različitim temperaturama, te EVA-ljepila i PU-t ljepila za oblaganje

Fig. 9 — Joint strength wood — wood at different temperatures and EVA and polyurethane hot melt glue for coating

odnosu prema čvrstoći pri +20 °C iznosi maksimalno oko 10%.

STARENJE PRI TEMPERATURI 50 °C

Ispitivanja su provedena na jednakaim uzorcima kao i ispitivanje otpornosti prema povišenoj temperaturi. Uzorci su izlagani temperaturi 50 °C u toku 500 sati. Rezultati upućuju na to da takvim starenjem ne nastaju veće kohezijske promjene ljepila niti adhezijske promjene u spoju. Promjene čvrstoće u toku starenja (otvrdnjivanja) pri temperaturi 50 °C prikazane su na slici 10.



Sl. 10 — Otpornost spojeva prema starenju
Fig. 10 — Joint resistance to aging

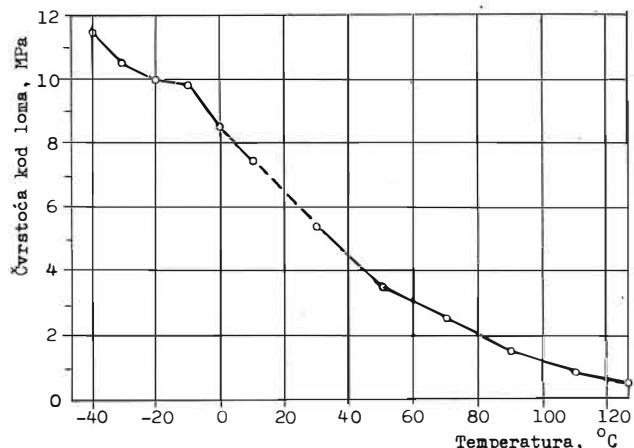
ČVRSTOĆA NA SMICANJE SPOJEVA NA RUBOVIMA

Primjena PU-t ljepila u automatskim strojevima za naljepljivanje rubova zahtijeva posebnu prilagodbu, naročito ako je ljepilo u obliku »patrone«. Viskoznost ljepila za tu primjenu viša je nego pri montažnom lijepljenju. Time se osigurava točnije doziranje i bolje nanošenje valjcima ili sapnicama. Pritom se donekle postiže efekt zapunjavanja, što je na pločama iverica, kojima

gustoća i povezanost čestica u središnjem dijelu nije osobito visoka, velika prednost. Pomak pri svemu tome mora ostati u prihvatljivim granicama, čvrstoća spoja ne smije trpjeti, pri čemu se ljepilo mora vrlo brzo skrtnjavati.

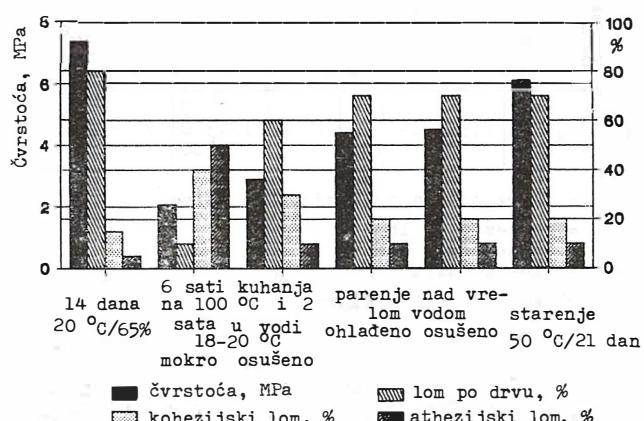
Provedeni su mnogi pokusi naljepljivanja masivnog drva debljine do 15 mm na rubove ploča, uz pomak 20 m/min, pri čemu se nisu javili nikakvi problemi.

Istraživanja su provedena na rubnom materijalu od bukovine, debljine 12 mm, prilijepljenom strojem Holz-Her pri 160 °C na ploču ivericu. Površina lijepljenja iznosila je 19 × 24 mm, pri čemu je duljina preklopa bila 24 mm. Nakon otvrdnjavanja od 14 dana uzorci su ispitani na smicanje tlakom, uz brzinu ispitivanja 25 mm/min. Na slici 11. prikazano je ponašanje spoja pri povišenju i sniženju temperature. Na slici 12. dan je prikaz čvrstoće spoja nakon različitih tretmana.



Sl. 11 — Otpornost spoja bukovina — iverica prema smicanju tlakom pri različitim temperaturama (PU-t ljepilo 707)

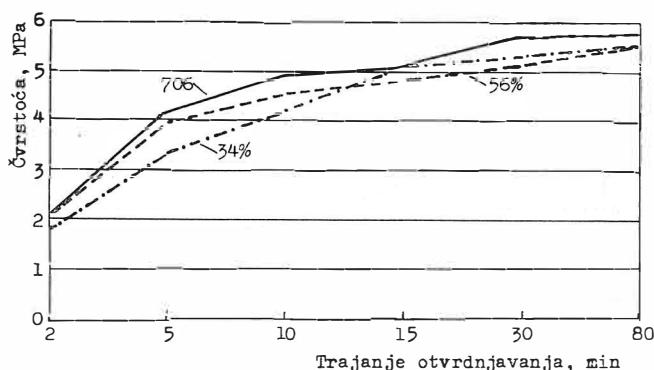
Fig. 11 — Resistance of joint: beech-chipboard to shear by pressure at different temperatures (polyurethane hot melt glue 707)



Sl. 12 — Čvrstoća spojeva nakon različitih tretmana
Fig. 12 — Joint strength after different treatments

KOMPARATIVNO ISPITIVANJE KOMPAKTNOG I UPJENJENOG LJEPILA

Dodavanjem plina (dušika) kompaktnom ljepilu dobije se ljepilo smanjene gustoće, čime se postiže ušteda ljepila. Uzorci su napravljeni u stroju za nanošenje taljivih kompaktnih i upjenjenih ljepila FOAMMELT 170 T tvrtke NORD-SON. Ispitivanje je provedeno ljepilom 706 i na već opisanim T-spojevima DRVO—DRVO. U pokušima je pripremljeno ljepilo kojemu je pjenjenjem povećan volumen za ~34% i za ~56%. Rezultati istraživanja navedeni su u tablici I. i dani na slici 13.



Sl. 13 — Čvrstoća spoja kompaktnoga i upjenjenog ljepila
Fig. 13 — Joint strength of compact and foam melt glue

ČVRSTOĆA SPOJA KOD PRIMJENE KOMPAKTNOG I UPJENJENOG LJEPILA

Tablica I.

	2 min			5 min			10 min			15 min			30 min			1 h			8 h			24 h			7 dana			21 dan, 50 °C		
	τ MPa	V (%)	KL AL LD	τ MPa	V (%)	KL AL LD																								
706	2,07	16	70 30 0	4,17	7	40 60 0	4,94	5	45 50 5	5,08	4	30 50 20	5,73	5	30 50 20	5,75	3	30 50 20	6,10	7	70 10 20	7,1	7	60 40	8,40	10,5	10 0 90	8,10	14	10 0 90
pjenjenje 34%	1,8	23	90 10 0	3,3	19	80 20 0	4,20	4	70 30 0	5,10	5	70 30 0	5,3	3	70 30 0	5,5	4	55 45 0	5,8	3	95 50 0	7,5	9	30 40 30	7,10	20 100	7,40 0 100	15	0 0 100	
pjenjenje 56%	2,02	22	90 10 0	3,90	4	50 50 0	4,5	6	40 60 0	4,80	6	30 70 0	5,13	7	45 55 0	5,54	7	45 50 5	5,5	9	45 50 5	7,4	6	20 10 70	7,35	8	10 5 85	7,8	6	10 5 85

τ = čvrstoća smicanja, MPa (N/mm^2)

Ispitivanje
kod 20 °C

KL = kohezijski lom

AL = athezijski lom

LD = lom po drvu

V = koeficijent varijacije

ČVRSTOĆA SPOJA KOD PRIMJENE KOMPAKTNOG I UPJENJENOG LJEPILA PRI RAZLICITIM TEMPERATURAMA

Tablica II.

	-20 °C			±0 °C			20 °C			50 °C			70 °C			90 °C			110 °C		
	τ MPa	V (%)	KL AL DL																		
706	7,13	12	0 0 100	7,54	14	0 0 100	8,40	10,5	10 0 90	3,25	12	60 40 0	2,70	11	70 30 0	1,98	13	90 10 0	1,64	9	100 0 0
pjenjenje 34%	6,14	8	0 0 100	8,2	15	0 0 100	7,10	20	0 0 100	3,5	7	25 75 0	2,18	12	70 30 0	2,0	3	90 10 0	1,90	9	100 0 0
pjenjenje 56%	7,30	14	0 0 100	7,84	12,5	0 0 100	7,35	8	10 5 85	3,35	7	20 80 0	2,52	10	30 70 0	1,90	9	70 30 0	1,82	7	80 20 0

τ = čvrstoća na smicanje, MPa (N/mm^2)

KL = kohezijski lom

AL = athezijski lom

DL = lom po drvu

V = koeficijent varijacije

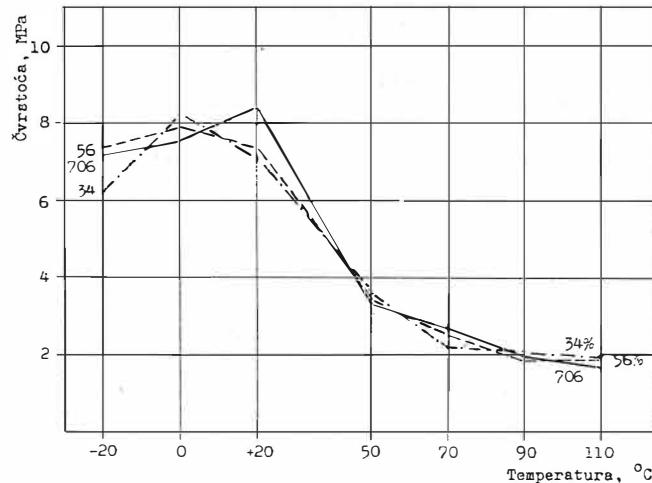
S obzirom na brzinu otvrđnjivanja, ustanovljene su signifikantne razlike između kompaktnog ljepila i upjenjenih ljepila. Nije ustanovljena signifikantna razlika između upjenjenih ljepila.

Maksimalna čvrstoća spoja s oba ljepila u vremenu 2 do 60 minuta ne pokazuje signifikantne razlike. Nakon 24 sata također nema signifikantnih razlika u čvrstoći spoja.

Iz tablice I. vidi se da i nakon 21 dan (500 h) čvrstoća ljepila pri 50 °C ostaje visoka i podjednaka za sve tri formulacije, uz velik udio loma po drvu.

Spojevi napravljeni kompaktnim i upjenjenim ljepilom ispitani su i pri različitim temperaturama i to od +110 °C do —20 °C. Rezultati tih pokusa dani su u tablici II. i na slici 14.

Rezultati pokazuju zadovoljavajuću čvrstoću spoja ostvarenog ljepilom smanjene gustoće.



Sl. 14 — Ovisnost čvrstoće spoja o temperaturi
Fig. 14 Dependence of joint strength on temperature

ZAKLJUČAK

Provedena istraživanja upućuju na to da poliuretanska taljiva ljepila (PU-t) po nekim osobinama ne zaostaju za ljepilima na osnovi kopolimera etilena i vinilacetata (EVA), a druge su im osobine bolje, zbog čega znače korak naprijed u razvoju taljivih ljepila.

U početnoj fazi pri višem sadržaju vode otvrđivanje je malo brže. Čvrstoće spojeva u kojima je sadržaj vode 8, 16 i 24% nakon osam sati i nakon pola godine potpuno su jednake.

Poliuretanska taljiva ljepila pri lijepljenju na lakirane površine osiguravaju čvrstoću spoja u granicama od 1,5 do 5,5 MPa ovisno o vrsti ljepila i vrsti laka.

Otvoreno vrijeme u granicama od 5 do 30 s utječe na čvrstoću spoja tako da je pri duljem otvorenom vremenu čvrstoća spoja malo manja.

Pri priljubljivanju tlak ne utječe na čvrstoću spoja u uvjetima eksperimenta.

Povećanje čvrstoće spoja u toku otvrđivanja podjednako je za EVA ljepila i PU-t ljepila.

U spojevima drvo-plastika postižu se čvrstoće u granicama od 1,5 do 5,5 MPa. Najmanja čvrstoća spoja postiže se polistiromom.

U spojevima drvo-metal čvrstoća ovisi o temperaturi predgrijavanja metala, vrsti ljepila i vrsti materijala.

Čvrstoća spoja drvo-drvo pri povišenim je temperaturama veća u slučaju primjene PU-t ljepila nego pri upotrebni EVA ljepila, pa pri 100 °C iznosi oko 2 MPa. Pri sniženju temperature do —20 °C neznatno se smanjuje čvrstoća spoja ostvarenog objema vrstama ljepila. Starenjem spojeva drvo-PU-t ljepilo-drvo pri 50°C i u toku 500 sati nema smanjenja čvrstoće.

Čvrstoća spoja rubna letvica od masivne bukovine-PU-t ljepilo-ploča iverica u granicama od —40 do +120 °C smanjuje se pri višim temperaturama, te pri 120 °C iznosi oko 1 MPa.

Spojevi s PU-t ljepilima relativno dobro podnose različite tretmane vodom, parom i povišenom temperaturom.

Upjenjivanjem PU-t ljepila postižu se znatne uštede ljepila, a ne gube se dobre karakteristike spoja.

LITERATURA

- [1] Blomquist, R. F., i dr., Adhesive bonding of wood and other structural materials FPL Madison 1981.
- [2] Pizzi, A., Wood adhesives. New York — Basel 1983.
- [3] Edelberg, R., Feuchtigkeitsreaktive Hotmelts für neue Anwendungsbereiche. Adhäsion 33 (II) 1989, 14—16.
- [4] Eichhorn, F., Stockhausen, G., Technologische Untersuchungen zum Schmelzkleben von Kunststoff-Metall-Verbindungen Schweißen und Schneiden. 41 (4) 1987, 182—187.
- [5] Habenicht, G., Kleben. Berlin 1986.

Recenzent: prof. dr. S. Tkalec