

Využití plazmové úpravy práškových plastů pro spojování polyolefinů s kovy

Zuzana Weberová*¹, Petr Špatenka¹

¹ ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Ústav materiálového inženýrství, Karlovo nám. 13, 121 35 Praha 2, Česká republika

Abstrakt

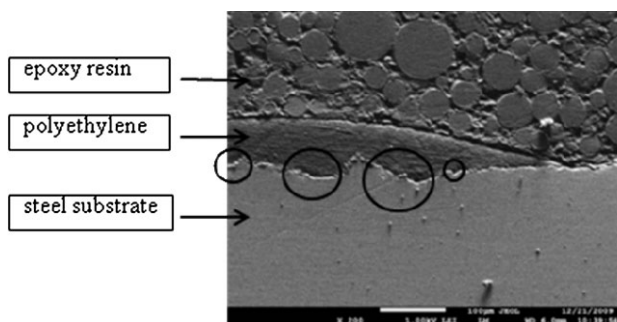
Většina průmyslově využívaných plastů má nízkou povrchovou energii, což znesnadňuje jejich přímé spojování s odlišnými materiály (např. kovy) a musí být k tomuto účelu použito lepení nebo jiný spojovací materiál. Na základě publikace „Investigation of Adhesion Between Metal and Plasma-Modified Polyethylene“ [1], která prokázala adhezi hydrofilizovaného PE ke kovu, je v práci rozpracováván technologický postup, který umožňuje přímé spojení polyolefinů s kovy pouze natavením bez dalšího přídavného materiálu. Vliv plazmové úpravy na cenu prášku je v tomto postupu taktéž brán v úvahu a postup je tomu přizpůsoben. Pro zjištění únosnosti spojů byla provedena smyková zkouška, jejíž výsledky mohou být použity k porovnání s jinými metodami spojování.

Klíčová slova: práškové plasty; polyetylen; kov; přímé spojování; adheze; plazmová úprava;

1. Úvod

Použití polyetylen (PE) a dalších polyolefinů (např. polypropylen) v průmyslu je velmi rozšířené a stále má veliký potenciál vývoje. Jedním z problémů, se kterými se v technické aplikaci potýkáme je spojování těchto materiálů s kovy. Metod spojování těchto rozdílných materiálů již bylo vyvinuto značné množství, ať už se jednalo o metody spojování pomocí přídavného materiálu (spojovací materiál nebo lepení), nebo metody bez použití přídavného materiálu (např. clinching [2], natavování s využitím laseru [3], frikční spojování [4] apod.). Všechny tyto metody spojování bez přídavného materiálu mají společné to, že pro vytvoření spoje byla velmi důležitá mechanická vazba mezi materiály. V případě clinchování je to zaklínění materiálů pomocí raznice, další zmiňované metody využívají drsnosti povrchu kovu.

V článku „Investigation of Adhesion Between Metal and Plasma-Modified Polyethylene“ [1] byla publikována metoda plazmové úpravy polyetylenového prášku a její vliv na vlastnosti práškového materiálu. Plazmovou úpravou jsou na povrch částic prášku naneseny funkční chemické skupiny, který zapříčinují, že se prášek stává smáčivým a při natavení vykazuje nárůst adheze kovu (viz obr. 1). Zároveň však nejsou ovlivněny další vlastnosti materiálu, jako například jeho pevnost.



Obr. 1. SEM snímek rozhraní PE-kov s viditelnou adhezí. Kroužky označují místa s mezerami na rozhraní způsobenými nedostatečnou smáčivostí [1]

2. Experimentální část

Úkolem práce bylo navrhnout technologický postup pro přímé spojování kovu s PE, který by byl využitelný např. pro technologii rotomoulding nebo vstříkované plastové výrobky s kovovými komponenty.

2.1. Konstrukce a příprava vzorků

Pro přípravu vlastních vzorků pro zkoušku pevnosti spoje a mikroskop bylo použito:

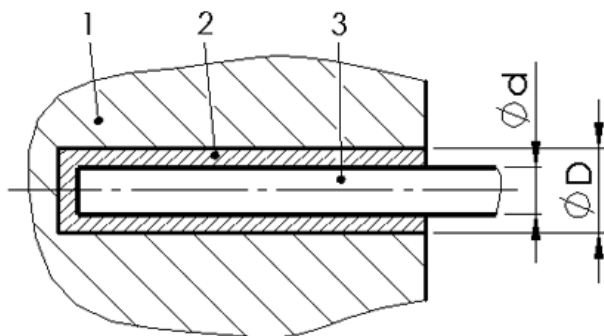
- Závitová ocelová tyč M6, l=80mm
- Pozinkovaná ocelová tyč Ø6mm, l=80mm
- Práškový polyetylen v základním stavu (ZPE), černý; ICORENE 1613 BK85, velikost částic 630µm
- Práškový polyetylen plazmově upravený (PPE), bílý; DOWLEX 2629 10UE, velikost částic 300µm

Odlišné barvy obou prášků byly zvoleny s ohledem na vyhodnocování pod mikroskopem kvůli barevné odlišitelnosti obou vrstev.

2.1.1. Konstrukce vzorků

Plazmová úprava jako další technologický krok navyšuje cenu prášku oproti neupravenému. Protože však plazmová úprava nemá vliv na pevnost materiálu, není důvod používat dražší materiál na celý objem výrobku. Plazmově upravený polyetylen je tedy potřeba využít pouze pro vytvoření vrstvy, která má dobrou adhezi jak ke kovu, tak ke neupravenému PE, tak ke kovu a je tedy schopna oba materiály spojit. Na tom byl založena konstrukce vzorků a postup jejich přípravy (viz obr. 2)

*Kontakt na autora: Zuzana.Weberova@fs.cvut.cz



Obr. 2. Schématický řez vzorkem. 1 - neupravený PE, 2 - plazmově upravený PE, 3 - kovová tyč

Z důvodu upnutí do trhačického zařízení pro změření pevnosti spoje bylo zapotřebí dvou sousedních tyčí zatavených do hmoty vzorku. Aby se zajistilo, že se bude porušovat spoj jen na jedné tyči, byla na každý vzorek použita dvojice tyčí - jedna hladká a jedna se závitem. Závit zajistil podporu adhezních sil mezi materiály vazbou mechanickou, tedy spoj na straně závitové tyče měl výrazně vyšší únosnost než spoj na straně tyče hladké. Vzorek po trhačí zkoušce je na obr. 3.



Obr. 3. Vzorek po trhačí zkoušce - spoj porušen u hladké tyče [5]

2.1.2. Postup přípravy vzorků

Pro účely experimentu byly vytvořeny tři skupiny vzorků částečně se lišící v jejich přípravě. Pro přípravu všech vzorků byly očištěné kovové tyče ohřívány v peci na teplotu 150°C po dobu 15 minut. Následně byly z pece vyjmuty a urychleně zanořeny do nádoby s PPE. Poté chladly ve stojánku na vzduchu za pokojové teploty. Dvojice závitová a hladká tyč pro každý vzorek byly připravovány stejným způsobem.

1. První skupina vzorků byla v prášku zanořena 5 s.

2. Druhá skupina vzorků byla v prášku zanořena 15 s. Riziko vrstvy PPE u sk. 1 a 2 bylo možné odrolení prášku z kovu. Proto byly připraveny i vzorky sk. 3.
3. Třetí skupina byla připravovaná ze vzorků sk. 2, které byly při pomalém otáčení opět prohřívány v peci nahřáté na teplotu 300°C tak, aby došlo ke slinutí PPE v jedolitou tuhou vrstvu.



Obr. 4. Vlevo polotovary sk. 2, vpravo polotovar sk. 3 [5]

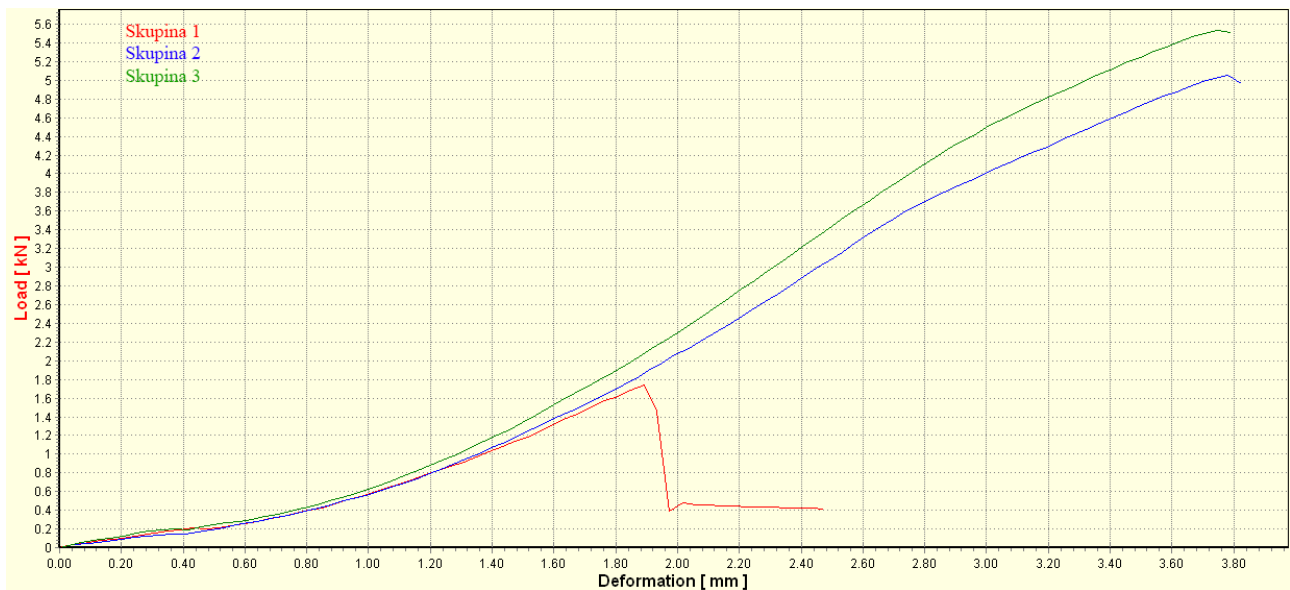
Připravené polotovary byly vkládány do kovové formy ošetřené separátorem, aby se zajistilo, že se na ni práškový PPE nenapeče, a zasypávány neupravený PE (ZPE). Připravené formy byly vloženy do vychladlé pece, 2 hodiny stoupala teplota na 150°C, následovala 2 hodinová výdrž na této teplotě. Poté byla pec vypnuta a vzorky v ní pomalu chladly na pokojovou teplotu.

2.2. Tahová zkouška

Vzhledem ke konstrukci vzorku a jeho upnutí do kleštin trhačického zařízení bylo zatížení spoje smykového charakteru. Naměřená síla F byla přepočítána na smykové napětí τ ze znalosti průměru tyčí a délky zasunutí ve shmotě vzorku. V následující tabulce 1 jsou shrnuta data této zkoušky, velikosti sil jsou odečteny z grafu 5. Zkouška byla prováděna na stroji Instron 5582 (10 tun).

Tabulka 1. Výsledky tahové zkoušky

sk. vzorků	F (kN)	L (mm)	τ (MPa)
sk. 1	1.7	32	1.9
sk. 2	5.0	34	5.2
sk. 3	5.5	32.5	6.0

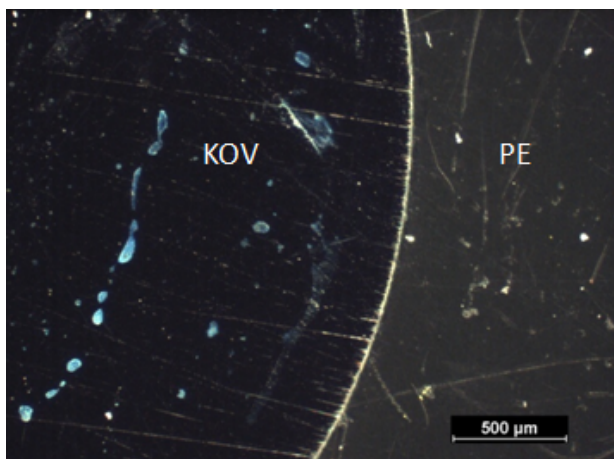


Obr. 5. Graf tahové zkoušky[5]

2.3. Mikroskop

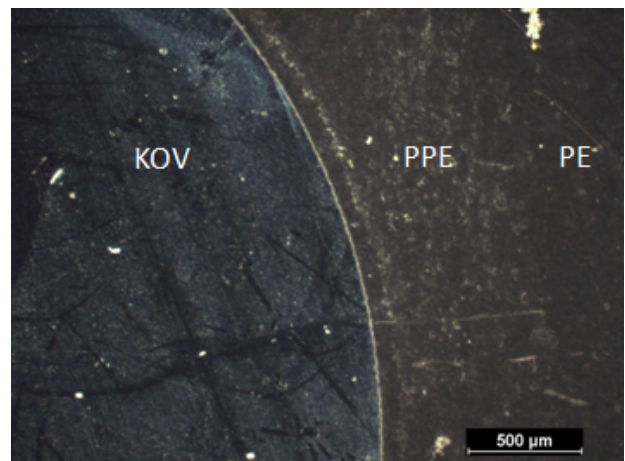
Od každého druhu vzorků po slinutí v peci byl vyčleněn jeden, ze kterého byl odebrán výsek pro zhotovení výbrusu a pozorování na světelném mikroskopu.

U vzorku sk. 1 (viz obr. 6) není viditelné žádné rozhraní mezi bílým PPE a černým ZPE. Vrstva PPE nanesená podle postupu pro sk. 1 byla tedy nedostatečná pro vytvoření přechodové funkční vrstvy mezi kovem a ZPE.



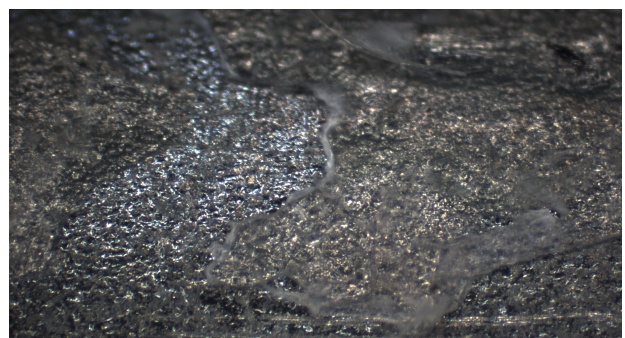
Obr. 6. Příčný řez vzorkem sk. 1[5]

U vzorku sk. 2 (viz obr. 7) můžeme pozorovat přechodový pás mezi kovem a ZPE tvořený bílými tečkami. Vrstva PPE nanesená podle postupu pro sk. 2 byla dostatečná pro vytvoření funkčního přechodu mezi kovem a ZPE.



Obr. 7. Příčný řez vzorkem sk. 2[5]

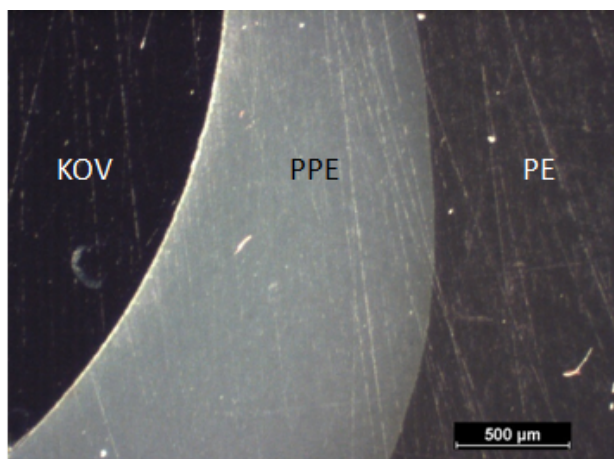
Na obr. 8 je snímek tyčky ze sk. 2 po tahové zkoušce. Na tyčce jsou dobře viditelné rozsáhlé oblasti v PPE, z čehož je vidět, že při tahové zkoušce docházelo jak k porušení adheznímu mezi PPE a kovem, tak k porušení koheznímu ve vrstvě PPE.



Obr. 8. Povrch tyčky vzorku po tahové zkoušce

U vzorku sk. 3 (viz obr. 9) můžeme pozorovat jednolitý bílý přechodový pás mezi kovem a ZPE tvořený pouze PPE. Slinutím vrstvy PPE při přípravě polotovaru byla tedy vytvořena vrstva, která zajistila, že

se PPE a ZPE během slinování vzorků v peci nepromísily.



Obr. 9. Příčný řez vzorkem sk. 3/5]

3. Závěr a diskuze

Cílem práce bylo navrhnout a overit možný technologický postup pro přímé spojování PE s kovem bez přídavného materiálu. Postup byl volen s ohledem na nárůst ceny polyethylenu plazmovou úpravou a tedy byla snaha využít PPE co nejmenší množství. Pro přípravu polotovarů byly zvoleny tři postupy za různých teplotních a časových podmínek pro možnost jejich porovnání a vyhodnocení jejich vlivu na únosnost spoje a vytvořená rozhraní kov-PPE a PPE-ZPE.

Během zkoušení únosnosti spoje na trhačím zařízení došlo dle očekávání vždy k porušení spoje na straně hladké tyče. Únosnost spoje byla zkoušena bez dalšího zdrsnění povrchu tyče. Zdrsněním povrchu tyče by se únosnost spoje zvýšila, adhezní síly na rozhraní kov-PPE by byly podpořeny i mechanickou vazbou mezi materiály. Další zlepšení adheze a tedy i únosnosti by bylo i řádné odmaštění povrchu tyčí. Při pohledu na vytržené tyče pod mikroskopem byly vydět pouze místa v bílém PPE, nebo čistý kov. Nikde neulpěl černý ZPE. Pro pevnost spoje je tedy rozhodující rozhraní kov-PPE na kterém docházelo k porušení, nikoli výrazně pevnější rozhraní PPE-ZPE.

K odrolení PPE u polotovarů sk. 1 a 2 nedošlo. Takto vytvořený polotovar není rizikový při převozu a manipulaci, pokud nebude vrstva výrazně odírána. U polotovarů sk. 3, kde byl PPE na povrchu polotovaru navíc slinut do jednolitě vrstvy se nemusí dbát zvýšené opatrnosti, aby se neodíraly vzájemně nebo o jiné předměty.

Rozdíl v pevnosti mezi vzorky sk. 1 a sk. 2 byl výrazný (viz graf 5). Ohřátou tyč je tedy nutné ponechat v prášku delší čas, aby se na tyč pevně přichytila dostatečná vrstva PPE a stačila se tak vytvořit dostatečná adheze mezi kovem a PPE. Určitá tloušťka vrstvy také zajistí, že mezi částicemi PPE nebudou mezery a při následném slinování ve formě nebude rozhraní částečně tvořeno ZPE, který adhezi ke kovu nevykazuje.

Následným slinutím vrstvy PPE u polotovarů sk. 3 došlo k dalšímu nárůstu pevnosti výsledného spoje, byť ne tak výraznému jako mezi sk. 1 a sk. 2. Vrstva PPE se tak stala jednolitou, což zajistilo, že se žádná částice ZPE nepodílela na vytvoření spoje,

tedy spoj nebyl tímto oslaben. Podle snímku na obr. 7 je možné, že se tak částečně stalo i u vzorku sk. 2. Tento dodatečný krok by však ve výrobě přidal do výrobního postupu další krok, což by výrobou zdražilo. Je tedy potřeba zvážit, z tento krok vzhledem k nárůstu únosnosti spoje, ale i ceny výroby a dalším pozitivním i negativním faktorům do výroby zahrnout.

Postup pro přípravu polotovarů sk. 2 a sk. 3 je využitelný pro polyetylenové výrobky s kovovými díly vstříkovanými do forem nebo vyráběné metodou rotomouldingu.

Poděkování

Chtěla bych tímto poděkovat vedoucímu práce, panu Prof. RNDr. Petru Špatenkovi, CSc. za možnost pracovat na tomto výzkumu, paní Ing. Zdeňce Jeníkové, Ph.D. za pomoc v laboratoři a firmě SurfaceTreat, a.s. za poskytnutí práškových plastů včetně plazmové úravy. V neposlední řadě patří můj dík kolegům Bc. Petře Staňkové, Bc. Tomu Procházce, Bc. Vladislavu Martincovi za spolupráci na předmětu Projekt 1 [5], v rámci kterého byla provedena většina laboratorních prací, na kterých tento článek staví.

Seznam symbolů

<i>ZPE</i>	polyetylenový prášek v základním stavu
<i>PPE</i>	polyetylenový prášek plazmově upravený
<i>F</i>	síla potřebná k porušení spoje (kN)
<i>L</i>	délka zatavené části tyče (mm)
τ	smykové napětí - únosnost spoje (MPa)

Literatura

- [1] Marta Horakova et al. "Investigation of Adhesion Between Metal and Plasma-Modified Polyethylene". In: *Plasma Processes and Polymers* 8.10 (2011), 983–988. doi: 10.1002/ppap.201100045.
- [2] F. Lambiase, M. Durante a A. Di Ilio. "Fast joining of aluminum sheets with Glass Fiber Reinforced Polymer (GFRP) by mechanical clinching". In: *Journal of Materials Processing Technology* 236 (2016), s. 241–251. ISSN: 0924-0136. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013616301297> (cit. 09. 04. 2017).
- [3] Andor Bauernhuber, Tamás Markovits a János Takács. "Investigating the Pulse Mode Laser Joining of Overlapped Plastic and Metal Sheets". In: *Physics Procedia* 83 (2016), s. 1094–1101. ISSN: 1875-3892. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S187538921630222X> (cit. 09. 04. 2017).
- [4] Kimiaki Nagatsuka et al. "Friction Lap Joining of Thermoplastic Materials to Carbon Steel". In: *ISIJ International* 56.7 (2016), s. 1226–1231.
- [5] Tom Procházka Vladislav Martinec Zuzana Weberová Petra Staňková. "Spojování kovů s polymery a kompozity". Seminární práce. Pros. 2016.