

## ESTUDIO DE LA CONDUCTA DE DIFERENTES UNIONES ADHESIVAS ENTRE FILMES DE POLIPROPILENO Y Al2024 TRATADOS SUPERFICIALMENTE

*A.Valea.; M.L. González*

Escuela de Ingeniería de Bilbao. Dpto. de Ingeniería Química y del Medio Ambiente  
(Pº Rafael Moreno Pitxitxi,3) (48013-BILBAO)  
angel.valea@ehu.es

**Resumen:** La preparación de las superficies de los adherentes es la etapa más crítica en los procesos de unión mediante adhesivos. Esta motivación ha constituido el fundamento de este trabajo, en el que se han realizado diferentes tratamientos físicos, mecánicos y químicos sobre la superficie del aluminio-2024. En el caso del segundo adherente, film de polipropileno homopolímero, se ha prescindido del tratamiento “mecánico”. Finalmente se ha llevado a cabo la adhesión entre las placas de Al-tratadas y las placas de polipropileno-tratadas mediante el uso de dos tipos de adhesivos: un bicomponente estructural DP8005(3M,Co) y otro adhesivo tipo film doble cara RP-45(3M,Co). Las uniones adhesivas se han ensayado mediante diferentes técnicas instrumentales y este trabajo gravitará alrededor de los diseños ensayados, remitiendo la caracterización y propiedades de los tratamientos superficiales a otros dos trabajos presentados en este XIV CNMAT por los mismos autores [1,2].

**Palabras Clave:** Adhesión; tratamientos superficiales; uniones aluminio-poliolefina; ensayos tracción-cizalla.

### 1.- INTRODUCCION

La unión de materiales con adhesivos proporciona ventajas significativas respecto a los métodos de unión mecánicos. Un adhesivo distribuye la carga en un área, en lugar de concentrarla en un punto o en un cordón, con lo que se consigue una distribución más uniforme de las tensiones. Por esto, la unión adhesiva es más resistente a las sollicitaciones de vibración o flexión que, por ejemplo, una unión remachada o atornillada. Un adhesivo forma un sellado al mismo tiempo que una unión, lo cual representa ventaja en sistemas sometidos a vibración.

La preparación de las superficies es la etapa más crítica en el proceso de la unión adhesiva, y sin duda es la menos “creída”. En este trabajo se ha partido de placas de Al2024 y de polipropileno que han sido sometidas a diferentes tipos de tratamientos superficiales con una serie de agentes químicos: ácido nítrico en disolución; ácido fosfórico en disolución; dos tipos de agentes de maleinización; cinco agentes de silanización (viniltrimetoxisilano; trietoxisilano; dimetilclorosilano; triclorosilano y el dipodal bis(trietoxisilil)etano; tratamiento con metacrilato de glicidilo; tratamiento con un agente de imprimación (Primer 94 de 3M, Co.). Las probetas de Al2024 y de PP-Goodfellow tratadas, se sometieron a ciclo de secado y adhesión con adhesivo bicomponentes estructural DP8005 y con un adhesivo de doble cara RP45 (ambos de 3M, Co.).

El ensayo de tracción-cizalla es uno de los más representativos a la hora de caracterizar las propiedades de la unión adhesiva y en este caso ha resultado especialmente difícil diseñar su realización como

consecuencia del escaso espesor (0,27 mm) del filme de polipropileno y de su carácter deformable, frente al otro adherente aluminio-2024 (con espesor 1,0 mm) por lo que el trabajo gravitará alrededor de los diseños y resultados obtenidos para el ensayo, remitiendo la caracterización y propiedades de los tratamientos superficiales a otros dos trabajos de los mismos autores presentados en este XIV CNMAT(1,2).

### 2.- SOBRE EL ADHESIVO Y LA ADHESIÓN

El adhesivo estructural acrílico utilizado (DP 8005) es un bicomponente líquido, formado por el componente A, que contiene un poliéster adipato, una boroamina, una azirina polifuncional y una pequeña cantidad ( $\approx 1\%$ ) de sílice amorfa, y el componente B que es básicamente resina de metacrilato de metilo y de etilhexilmetacrilato, conteniendo un terpolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) y lleva una pequeña cantidad (3-6%) de microesferas de vidrio tratadas superficialmente con compuestos de vanadio como compatibilizante. Los dos componentes se encuentran en un cartucho DUO-PACK para una más fácil y exacta dosificación.

Ambos componentes A y B se mezclan en el mezclador estático (EPX MX 5.4-17-S-5.1 de 3M Co.) acoplado al cartucho, de forma que se mezcla exactamente 1 parte del componente A (acelerante en base amina) con 10 partes de componente B (resinas de metilmetacrilato y etilhexilmetacrilato) en volumen. El producto resultante de adhesión (resina curada) tiene una  $T_g = 34-38\text{ }^\circ\text{C}$ , con una dureza Shore D = 55 °Sh D y un  $\text{CTE} = 6.6 \cdot 10^{-6}\text{ in/in}/^\circ\text{C}$ .

Las superficies adheridas deben fijarse o amarrarse al menos durante 8h. La presión de la unión no es importante, aunque deben mantenerse las superficies en contacto durante el curado. Espesores de adhesivo menores de 0.005” dan resultados impredecibles. El diseño de la junta de unión debería facilitar espesores entre 0.005” – 0.008” en la línea de unión. El adhesivo lleva incorporadas microesferas de 0.008” precisamente con esta finalidad.

### 3.- METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Los materiales utilizados han sido: chapa Al2024-T3, 1.0 mm Cobreatok 24-T3, 2000x1000 suministrado por ALU-STOCK, S.A.; PP-homopolímero-Goodfellow, película 0.27 mm sumin. Microplanet Laboratorios, SL.; adhesivo DP 8005 estructural (3M, Co.); aplicadores EPX pistola para adhesivos; mezcladores estáticos EPX MX7-S1 para adhesivos, suministrados por 3M Co.; Adhesivo de doble cara film RP 45; Acrylic Foam 4952-P suministrado por 3M Co.; adhesivo Loctite 435 suministrado por Henkel Corp.; Reactivos para preparar los patrones de tensión superficial conocida (cf. ISO 8296); Metanol, Q.P.; Etanol, Q.P.; Acetona, Q.P. Panreac, S.A.; Lijas nº 600, nº1200, nº2400, suministradas por Neurtek, S.A.; sargentos, pinzas, etc. material común de laboratorio.

Los Equipos y Maquinaria utilizados han sido: Baño de ultrasonidos Selecta; Máquina Universal de Ensayos Ibertest mod. Elib. W50; Rugosímetro electrónico TR200, Time Group Co.; Probador de Adherencia digital Neurtek AT-1 y sufrideras 20 mm.

#### 3.1.- Planificación para la Adhesión

1. 8 placas Al2024 tratadas con viniltrimetoxisilano para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
2. 8 placas Al2024 tratadas con dimetilclorosilano para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
3. 8 placas Al2024 tratadas con trietoxisilano para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
4. 8 placas Al2024 tratadas con [bis(trietoxisilil)etano para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
5. 8 placas Al2024 tratadas con G3003 para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
6. 8 placas Al2024 tratadas con E43 para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
7. 8 placas Al2024 tratadas con ac. fosfórico para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
8. 8 placas Al2024 tratadas con Primer 94 (3M) para unir a 8 placas de PP-Goodfellow
9. 8 placas Al2024 tratadas con metacrilato de glicidilo para unir a 8 placas de PP-Goodfellow

Un vez preparados todos los especímenes de los sistemas que se mencionan en la Planificación para la adhesión, se hicieron los ensayos de tracción-cizalla de acuerdo con UNE 1465-2009, amarrando las mordazas de la máquina de ensayos sobre PP y Al. En la figuras 1 y 2 se aprecia la deformación el PP con lo que el software deja de tomar datos. En algunos ensayos ha llegado a romperse la lámina de PP a lo largo del límite del adhesivo DP8005. Estos son los primeros problemas detectados que hacen necesario un nuevo diseño del ensayo.



Figura 1.- Deformación del Film PP-Goodfellow bajo tracción-cizalla.

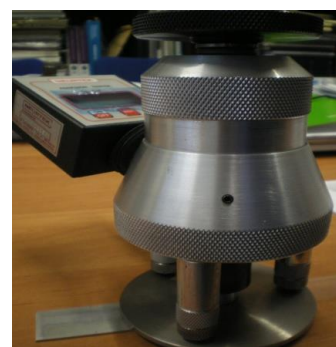


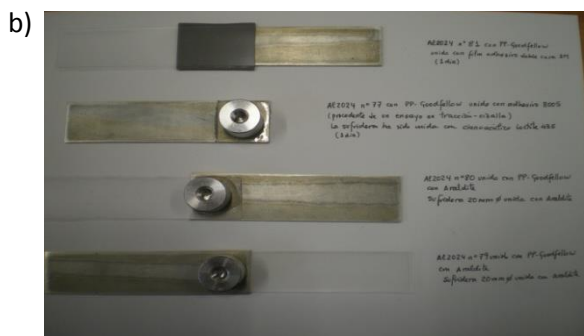
Figura 2.- Deslizamiento del PP-Goodfellow (tratado) adherido mediante adhesivo doble cara RP-45 al realizar el ensayo de tracción-cizalla.

Se trató de resolver el problema de deslizamiento de las placas de (PP-tratado) en la mordaza colocando sobre el film de PP cinta Acrylic Foam 4952 P observándose, deformación tanto de la cinta Acrylic Foam 4952P como del filme PP-tratado, con lo que no fue posible tomar datos. Ante estas dificultades para realizar ensayos en tracción-cizalla se procedió a realizar las medidas mediante técnica alternativa, utilizando un equipo *Adhesion Tester Digital AT-1* que cumple las normas ISO 4624 y ASTM D4541 (sufrideras 20 mm). Este instrumento utiliza el método de tracción y mide en  $\text{kg}\cdot\text{cm}^{-2}$  la fuerza, por unidad de superficie, de levantamiento requerida para extraer una sufridera de un área fuera del material de base. En la Figura 3 se recoge, el equipo utilizado (y se deduce el mecanismo de funcionamiento) así como algunas de las probetas preparadas para llevar a cabo las medidas.

Las sufrideras que se han utilizado en el ensayo son de aluminio con 20 mm diámetro, por similitud con el adherente, y se han unido, en pruebas diferentes, mediante adhesivo cianoacrilico (Loctite 435), basándonos en que posibilitaría hacer los ensayos en el mismo día. Los resultados indican que el adhesivo cianoacrilico Loctite 435 es muy rígido dando lugar al despegue de la sufridera antes de que la unión adhesiva entre Al2024-tratado y PP-Goodfellow-tratado pueda ofrecer resistencia medible por el sistema.

a)





**Figura 3.-**a) Adhesion Tester con una probeta enganchada en la garra de instrumento. b) probetas preparadas para medir con el Adhesion Tester

Ante la dificultad de utilizar el adhesivo cianoacrilico para unir las sufrideras, se cambi6 el tipo de adhesivo a un epoxi bicomponente Araldite (Ciba), que es el tipo de adhesivo recomendado. Se permiti6 el curado de la resina epoxi Araldite durante 3 d1as. Nuevamente se pudo comprobar que las sufrideras se despegaban de la superficie del PP-Goodfellow-tratado, no alcanzando a trabajar en la mayor1a de los casos la uni6n adhesiva investigada. Los valores medidos de despegue del Araldite son  $12.2 \text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$  (para Al2024 unido al PP con adhesivo DP8005); de  $9.4 \text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$  (para la probeta de Al2024 con PP-Goodfellow, unida con adhesivo de doble cara RP-45). Se han hecho otras combinaciones para probar dise1os que condujesen a resultados del ensayo de tracci6n/cizalla sobre el adhesivo aplicado a los adherentes sin resultados destacables.

Alternativamente se ha hecho otro dise1o de la uni6n adhesiva pegando sobre el dorso de la l1mina de PP-Goodfellow-tratado, una l1mina auxiliar de Al2024, utilizando el mismo tipo de adhesivo DP8005 empleado en la investigaci6n. El objetivo es aplicar la tracci6n-cizalla sobre el adhesivo DP8005 (objeto de investigaci6n) amordazando entre dos placas de Al2024 haciendo trabajar exclusivamente la uni6n Al2024-tratado/PP-Goodfellow-tratado, ya que la l1mina de PP-Goodfellow queda fuera del amordazado

En base a estos ensayos preliminares, se procedi6 a configurar de nuevo todos los espec1menes objeto de ensayo, adapt1ndoles la l1mina auxiliar de aluminio, unida mediante el adhesivo DP8005, manteni6ndola inmovilizada para el curado del adhesivo, durante 4 d1as mediante una doble pinza, antes de someterla a un ensayo. En la figura 4 se muestra un ejemplo de rotura.



**Figura 4.-** Rotura adhesiva-cohesiva entre PP Goodfellow-Al (tratado).

### 3. RESULTADOS

De los resultados obtenidos en los ensayos (Tabla 1) destacaremos los siguientes aspectos:

1.- La diferencia de espesores entre los adherentes Al y PP (tratados superficialmente),  $0,27 \text{ mm}$  para el PP y **Tabla 1.-** Resultados de los ensayos de Tracci6n-cizalla para los sistemas que se citan.

$1,0 \text{ mm}$  para el Al, unido a la mayor deformabilidad (pl1stica) del PP hace que no sea posible realizar ensayos de tracci6n-cizalla tradicionales (amarrando los extremos libres de los adherentes a las mordazas de la m1quina de ensayos). La dificultad no se resuelve utilizando adhesivo de doble cara. La implementaci6n de ensayos mediante la t1cnica del Adhesion Tester tampoco ha conducido a resultados aceptables, independientemente de la utilizaci6n de diferentes tipos de adhesivos para unir las sufrideras.

2.- Ha sido posible realizar medidas cuantitativas repetitivas procediendo a unir sobre el dorso del film de polipropileno una l1mina auxiliar de Al, de forma que permita el amordazamiento del conjunto amarrando entre las dos placas de Al (una del adherente a ensayar y la otra del Al auxiliar), de modo que se consigue hacer trabajar exclusivamente la uni6n Al(tratado)/PP(tratado)/DP8005. Aunque se han estudiado diferentes tipos de adhesivos para unir la placa de Al auxiliar, los resultados m1s adecuados se consiguen con el mismo adhesivo (DP8005) empleado en el proyecto para unir los adherentes.

3.- El tratamiento de Fosfataci6n sobre Al2024 parece que produce un estado superficial que hace que la mayor1a de las uniones Al2024-PP mediante adhesivo l1quido bicomponente acrilico (DP 8005) sean ineficaces. No obstante, permite la uni6n mediante adhesivo de doble cara, con PP-maleinizado (con E-43 y con G-3003) para los que la rotura sucede en la propia uni6n objeto de estudio (y no en la placa auxiliar de Al2024).

SILANO						
Al	PP	Fuerza (kN)	Resistencia (MPa)	Carrera (mm)	Tipo de adhesivo	Tipo de rotura
7	114	2,3579	3,0455	4,09	8005	VALIDA
6	198	2,7968	4,1703	3,10	8005	VALIDA
8	191	2,1925	3,1447	3,30	8005	VALIDA
3	131	2,9177	4,3154	2,82	8005	VALIDA
10	148	1,4371	2,1835	2,00	8005	VALIDA
9	140	1,9406	2,8685	3,75	8005	VALIDA
5	111				Doble cara	AUXILIAR
4	204	0,1152	0,1731	5,02	Doble cara	VALIDA
E43						
36	110	2,3155	3,3629	3,97	8005	AUXILIAR
37	210	1,7560	2,6979	1,51	8005	AUXILIAR
39	195	0,6422	1,0092	2,34	8005	AUXILIAR
35	130	2,0598	3,2418	2,55	8005	VALIDA
40	152	0,6736	1,1648	1,37	8005	AUXILIAR
38	139	1,2485	2,7500	1,53	8005	AUXILIAR
41	113	0,1330	0,2029	8,47	DC	VALIDA
42	206	0,1623	0,2387	12,93	DC	VALIDA
FOSFATACION						
48	125				8005	AUXILIAR
50	213				8005	AUXILIAR
47	196				8005	AUXILIAR
46	136	3,3564	4,7684	3,18	8005	AUXILIAR
49	151				8005	AUXILIAR
45	145				8005	AUXILIAR
43	119	0,1253	0,1879	9,34	DC	VALIDA
44	200	0,1563	0,2111	7,79	DC	VALIDA
PRIMER94						
69	127	1,0476	1,5564	1,03	8005	AUXILIAR
70	209	2,7919	3,9093	3,33	8005	AUXILIAR
73	194	0,1064	0,1746	6,27	DC	VALIDA
67	128	3,4077	5,0026	2,92	8005	VALIDA
74	153	2,9578	4,1090	2,37	8005	VALIDA
71	142	4,2078	5,9745	3,94	8005	VALIDA
68	115	0,1395	0,2168	9,40	DC	VALIDA
72	208	0,0649	0,1049	13,71	DC	VALIDA

4.- El tratamiento sobre las placas de Al2024 con Primer 94 (3M), ha dado buenos resultados; con DP8005 se obtienen valores de 5,9745 MPa, superiores a los que se obtienen mediante el tratamiento superficial de fosfatación (para los que se obtienen 4,7684 MPa) y superiores a los alcanzados por el tratamiento de silanización con viniltrimetoxisilano (cuya resistencia es 4,3154 MPa) o los conseguidos con el tratamiento de maleinización con E-43, para el cual se ha alcanzado 3,3629 MPa. Los resultados en todos los casos son regulares (especialmente en los tratamientos con Primer-94 y con viniltrimetoxisilano).

5.- Los valores de deformación de la unión adhesiva con DP8005 antes de la rotura son elevados para la mayoría de los tratamientos superficiales ensayados. Con Primer-94 se alcanzan valores de deformación de la unión de 3,94 mm; con el tratamiento citado de fosfatación la deformación fue de 3,18 mm; con el viniltrimetoxisilano el valor alcanzado fue 2,82 mm y con la superficie maleinizada con E-43 fue 3,97mm.

6.- Para el sistema estudiado Al-PP los resultados de adhesión mediante adhesivo de doble cara RP45 conducen a resultados pobres de resistencia. Nuevamente el tratamiento superficial con Primer-94 arroja los resultados mejores (0,2168 MPa) pero alejados de los alcanzados con el adhesivo bicomponente. Durante este ensayo se produce deslizamiento de un adherente frente al otro (posiblemente como consecuencia de la diferencia de espesores, naturaleza y propiedades de los dos adherentes) lo que conlleva a grandes deformaciones (p.ej. con el Primer-94 se alcanza deformación en torno a los 10 mm antes de finalizar el ensayo, lo que podría ser de interés en el caso de que sea éste el requisito y no la resistencia a rotura adhesiva).

7.- El tratamiento de maleinización con E-43 sobre las placas de Al2024 (previamente sometidas a Tratamiento mecánico común) permite la unión con el PP-maleinizado (con E-43 y con G-3003) mediante adhesivo de doble cara RP-45 (3M, Co.) obteniéndose valores de resistencia de la adhesión pequeños y de alta deformabilidad. El tratamiento superficial de G-3003 conduce a resultados prácticamente 50% mayores que los obtenidos con otros tratamientos.

#### 4.- AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la ayuda económica para la realización del trabajo a través del proyecto del MINECO-2013 (MAT- 2013-47031-C2-1-R) titulado "ESTUDIO DE LA ADHERENCIA EN LAMINADOS HIBRIDOS ALUMINIO-POLIPROPILENO FIBRA DE VIDRIO".

#### 5.- BIBLIOGRAFIA

- [1] Valea, A.; González, B., González, M.L.; "Tratamientos químicos superficiales por maleinización, fosfatación, ataque nítrico, imprimación y con metacrilato de glicidilo sobre láminas de Al2024 para mejorar la unión con materiales de baja energía superficial". Proceed. Actas XIV CNMAT(2016).
- [2] Valea, A.; González,B.; González,M.L.; "Tratamientos de silanización y medida de propiedades de superficies de Al2024 para su posterior adhesión a otros materiales". Proceed. Actas XIV CNMAT (2016).