

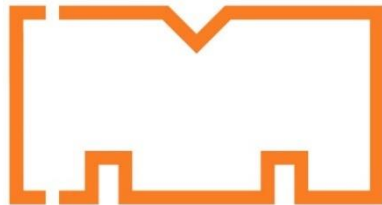
POLITECHNIKA LUBELSKA

WYDZIAŁ MECHANICZNY

KATEDRA PODSTAW INŻYNIERII PRODUKCJI



**POLITECHNIKA
LUBELSKA**



**POLITECHNIKA
LUBELSKA**
WYDZIAŁ
MECHANICZNY

MGR INŻ. Kamil ANASIEWICZ

ROZPRAWA DOKTORSKA

**POZORNY MODUŁ YOUNGA W PROGNOZOWANIU
WYTRZYMAŁOŚCI POŁĄCZEŃ KLEJOWYCH**

**Promotor rozprawy doktorskiej:
Prof. dr hab. inż. Józef Kuczmaszewski**

Lublin 2024

SPIS TREŚCI

Streszczenie.....	4
Wykaz najważniejszych oznaczeń	8
1. WSTĘP.....	11
2. ANALIZA STANU WIEDZY	14
2.1. Charakterystyka klejów / połączeń klejowych	14
2.1.1. Klasyfikacja klejów.....	14
2.1.2. Właściwości i zastosowanie klejów	16
2.2. Teoria konstytuowania połączeń klejowych	17
2.2.1. Żywice epoksydowe.....	18
2.2.2. Utwardzanie żywic epoksydowych.....	21
2.3. Adhezja i teorie adhezji	24
2.3.1. Mechaniczna teoria adhezji.....	26
2.3.2. Teoria adsorpcyjna	28
2.3.3. Elektryczna teoria adhezji	30
2.3.4. Dyfuzyjna teoria adhezji	31
2.4. Kohezja	33
2.5. Wady w połączeniach klejowych.....	33
2.6. Połączenia klejowe w modelowaniu numerycznym	36
2.6.1. Modelowanie podstawowe.....	37
2.6.2. Elementy mechaniki ośrodków ciągłych	40
2.6.3. Elementy mechaniki pęknięcia w analizie połączeń klejowych	43
2.6.4. Elementy mechaniki uszkodzeń w badaniach połączeń klejowych	45
2.6.5. Modelowanie strefy kohezijnej	47
2.7. Zjawisko pozornego modułu Younga spoin klejowych.....	51
2.8. Modele analityczne połączeń klejowych	56
2.9. Model Volkersena.....	57
2.9.1. Model Golanda i Reissnera	58
2.9.2. Model Hart'a-Smith'a	59
2.10. Podsumowanie	61

3.	PROBLEMY ANALIZOWANE W BADANIACH	63
3.1.	Uzasadnienie podjęcia tematu rozprawy	63
3.2.	Cel i zakres pracy	63
3.3.	Hipotezy rozprawy doktorskiej	64
4.	OPIS PROWADZONYCH BADAŃ	65
4.1.	Obiekt badań	65
4.2.	Materiały stosowane w badaniach	70
4.3.	Opis eksperymentu	76
4.4.	Badania nanoindentacyjne	77
4.5.	Badania wyężenia połączeń klejowych	84
4.6.	Badania modułu Younga tworzywa klejowego	88
4.7.	Modelowanie numeryczne wyężenia spoin klejowych	89
4.8.	Wyznaczenie liczebności próby	94
5.	WYNIKI BADAŃ WŁASNYCH	96
5.1.	Wyniki badań modułu Younga tworzywa klejowego	96
5.2.	Wyniki badań wytrzymałości połączeń klejowych	101
5.3.	Charakter zniszczenia spoin klejowych	106
5.4.	Wyniki badań nanoindentacyjnych	110
5.5.	Wyniki modelowania numerycznego	126
6.	STATYSTYCZNE OPRACOWANIE WYNIKÓW	133
6.1.	Sprawdzenie rozkładu normalnego zmiennych	136
6.2.	Testowanie hipotez statystycznych o równości wariancji i wartości średnich	139
7.	PODSUMOWANIE I WNIOSKI KOŃCOWE	150
	SPIS RYSUNKÓW	154
	SPIS TABEL	160
	BIBLIOGRAFIA	164

Streszczenie

W rozprawie doktorskiej pt. „Pozorny moduł Younga w prognozowaniu wytrzymałości połączeń klejowych”, skoncentrowano się na analizie właściwości spoin w połączeniach klejowych, ze szczególnym uwzględnieniem niejednorodności modułu Younga na grubości spoiny klejowej. Ponadto odwzorowano, zaobserwowane w badaniach eksperymentalnych zmiany wartości modułu Younga, w modelowaniu numerycznym wyężenia spoin klejowych. Rozprawa doktorska składa się z ośmiu rozdziałów, z których każdy koncentruje się na szczegółowych aspektach związanych z tematem głównym.

W pierwszym i drugim rozdziale rozprawy skupiono się na wprowadzeniu w tematykę rozprawy oraz szczegółowej analizie stanu wiedzy na temat klejów i połączeń klejowych. Opisano charakterystykę klejów, w tym ich właściwości i klasyfikację, a także teorię konstituowania połączeń klejowych. Omówiono teorie adhezji i kohezji, a także problemy związane z wadami w połączeniach klejowych. Ponadto, rozdział ten zawiera przegląd metod modelowania numerycznego połączeń klejowych. Przedstawiono również zagadnienia związane ze zjawiskiem pozornego modułu Younga oraz badania związane ze zmianami właściwości spoin klejowych. W trzecim rozdziale szczegółowo przedstawiono uzasadnienie podjęcia tematu rozprawy, cele i zakres rozprawy doktorskiej, a także hipotezy badawcze. Czwarty rozdział zawiera szczegółowy opis badań własnych. Opisano obiekt badań, materiały użyte w eksperymentach oraz metody badawcze, takie jak badania nanoindentacyjne, badania wyężenia połączeń klejowych, badania modułu Younga tworzywa klejowego oraz szczegóły związane z opracowaniem modelu numerycznego. W piątym rozdziale przedstawiono wyniki badań własnych oraz szczegółowo omówiono ich rezultaty. Szósty rozdział zawiera statystyczne opracowane wyników badań. Siódmy rozdział stanowi podsumowanie rozprawy doktorskiej.

Na podstawie badań wykazano, że wartość modułu Younga zmienia się znacząco na grubości spoiny klejowej, osiągając najwyższe wartości w strefie przysicennej, blisko granicy faz klej-metal, a następnie maleje w kierunku rdzenia spoiny. Spoina może być podzielona na strefy o różnych wartościach modułu Younga, przy czym dla klejów „elastycznych” różnice te wynoszą około 24%, a dla „sztywnych” około 15%. Uwzględnienie tych zmian w modelowaniu numerycznym połączeń klejowych pozwala

na dokładniejsze prognozowanie wytrzymałości połączeń, co pozytywnie weryfikuje przyjęte hipotezy badawcze. Zauważono, że szczególnie w przypadku bardzo cienkich spoin, zastosowanie modelu uwzględniającego zmienność modułu Younga może poprawić dokładność modelowania. Na podstawie wyników eksperymentalnych zaproponowano metodę modelowania spoin, która poprawia precyzję przewidywania wytrzymałości i może mieć istotne znaczenie w zastosowaniach przemysłowych, takich jak lotnictwo i motoryzacja, gdzie precyzyjne modelowanie połączeń klejowych jest kluczowe.

Słowa kluczowe: kleje, połączenia klejowe, pozorny moduł Younga, niejednorodność spoin klejowych

Abstract

The doctoral dissertation titled "Apparent Young's Modulus in Predicting the Strength of Adhesive Joints" focuses on analysing the properties of adhesive bonds, with particular emphasis on the non-uniformity of the Young's modulus across the thickness of the adhesive joint. Furthermore, the observed variations in the Young's modulus, as identified in experimental studies, were incorporated into the numerical modelling of adhesive joint. The dissertation comprises eight chapters, each delving into specific aspects related to the main subject.

The first and second chapters provide an introduction to the dissertation topic and a detailed analysis of the current state of knowledge regarding adhesives and adhesive joints. These chapters describe the characteristics of adhesives, including their properties and classification, as well as the theory behind the constitution of adhesive bonds. The discussions extend to the theories of adhesion and cohesion, as well as issues related to defects in adhesive joints. Additionally, these chapters review methods for the numerical modelling of adhesive joints and explore the phenomenon of apparent Young's modulus and changes in the properties of adhesive bonds. Chapter three outlines the justification for the dissertation's topic, its objectives, and scope, as well as the research hypotheses. The fourth chapter provides a detailed description of the research conducted. It details the research objects, materials used in the experiments, and the research methods employed, such as nanoindentation tests, stress analysis of adhesive joints, Young's modulus measurements of the adhesive material, and specifics of the numerical model development. Chapter five presents the results of the author's research and provides a thorough discussion of the findings. The sixth chapter focuses on the statistical analysis of the research results. Chapter seven offers a summary of the dissertation.

From the research findings, it follows that the Young's modulus of the adhesive layer varies significantly across its thickness, reaching its highest values in the interfacial region near the adhesive-metal boundary and decreasing towards the core of the adhesive layer. The adhesive layer can be segmented into zones with different Young's modulus values, with the elastic adhesives showing approximately a 24% difference and the rigid adhesives showing about a 15% difference. Incorporating these variations into the numerical modelling of adhesive joints enables more accurate predictions of joint

strength, validating the research hypotheses. Notably, in the case of very thin adhesive layers, utilizing a model that accounts for the variability in Young's modulus can significantly enhance modelling accuracy. Based on the experimental results, a method for modelling adhesive joints was proposed that improves the precision of strength predictions and could have substantial implications in industrial applications such as aerospace and automotive industries, where precise modelling of adhesive joints is crucial.

Keywords: adhesives, adhesive joints, apparent Young modulus, heterogeneity of adhesive joints

Wykaz najważniejszych oznaczeń

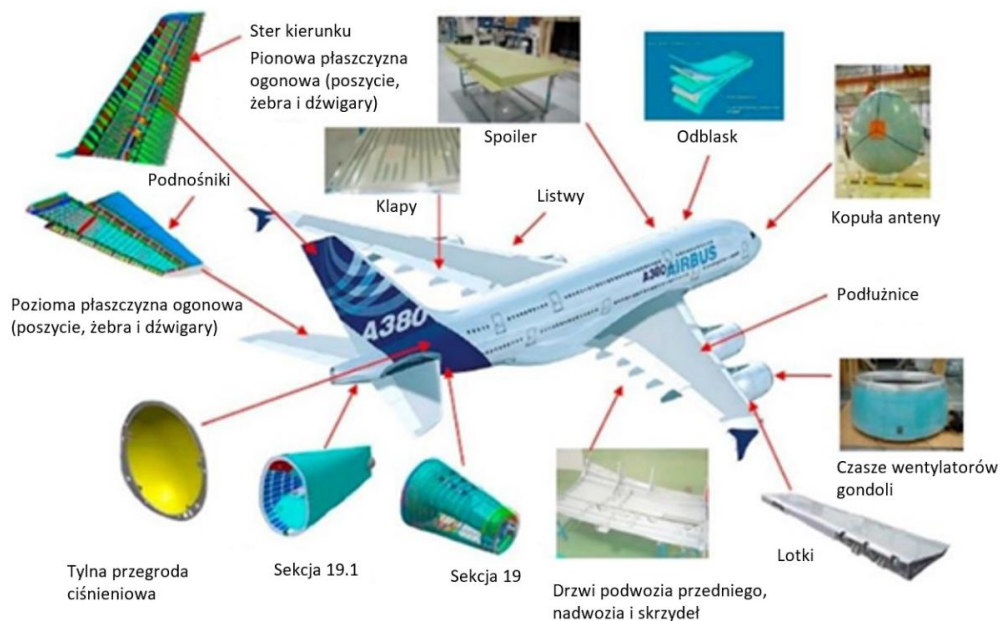
E	– moduł Younga
E'	– pozorny moduł Younga
σ	– wytrzymałość na ścinanie
σ_{red}	– naprężenia zredukowane
ε	– odkształcenie względne
θ	– kąt zwilżania
g_k	– grubość spoiny klejowej
g_p	– grubość materiałów łączonych
g_t	– grubość górnego przyłącza (zakładki)
g_b	– grubość dolnego przyłącza (zakładki)
ρ	– gęstość
k_t	– dopuszczalne naprężenie na ścinanie
k_r	– dopuszczalne naprężenie na rozciąganie
k	– współczynnik momentu zginającego
ν	– współczynnik Poissona
G	– moduł Kirchhoffa
DCB	– podwójna próbka wspornikowa (double cantilever beam)
ENF	– End-Notched Flexure
VCCT	– Virtual Crack Closure Technique
LEFM	– Linear Elastic Fracture Mechanics
τ_p	– plastyczne naprężenie ścinające
γ_{SG}	– swobodna energia powierzchniowa ciała stałego

γ_{SL}	– napięcie międzyfazowe na granicy faz ciało stałe/ciecz
γ_{LG}	– napięcie międzyfazowe na granicy ciecz/powietrze
CZM	– Cohesive Zone Modeling (Modelowanie strefy kohezji)
G	– szybkość uwalniania energii odkształcenia
G_c	– graniczna wartość współczynnika uwalniania energii odkształcenia
G_n	– szybkość uwalniania energii odkształcenia przy rozciąganiu
G_s	– szybkość uwalniania energii odkształcenia przy oddzieraniu
δ_n	– przemieszczenie względne normalne
δ_s	– przemieszczenie względne styczne
ω	– charakterystyczna odległość ścinania
b	– szerokość obszaru klejonego
l	– długość obszaru klejonego (długość zakładki)
G_a	– moduł ścinania kleju
P	– przyłożona siła
HB	– twardość
S^2_x	– wariancja badanej cechy
t	– wartość krytyczna rozkładu t–Studenta
α	– poziom istotności
A	– wydłużenie
R_p	– granica plastyczności
R_m	– wytrzymałość na rozciąganie
D	– sztywność zginania
SP	– strefa przyścienna spoiny

- R – rdzeń spoiny
- S – przyłącze ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301
- A – przyłącze ze stopu aluminium EN AW-2024 T3
- E5 – żywica epoksydowa Epidian 5
- E57 – żywica epoksydowa Epidian 57
- E6 – żywica epoksydowa Epidian 6
- PAC – Utwardzacz PAC
- Z1 – Utwardzacz Z1
- E5/PAC – kompozycja klejowa żywicy epoksydowej Epidian 5 z utwardzaczem PAC w ustalonych proporcjach
- E5/Z1 – kompozycja klejowa żywicy epoksydowej Epidian 5 z utwardzaczem Z1 w ustalonych proporcjach
- E57/PAC – kompozycja klejowa żywicy epoksydowej Epidian 57 z utwardzaczem PAC w ustalonych proporcjach
- E57/Z1 – kompozycja klejowa żywicy epoksydowej Epidian 57 z utwardzaczem Z1 w ustalonych proporcjach
- E6/PAC – kompozycja klejowa żywicy epoksydowej Epidian 6 z utwardzaczem PAC w ustalonych proporcjach
- E6/Z1 – kompozycja klejowa żywicy epoksydowej Epidian 6 z utwardzaczem Z1 w ustalonych proporcjach

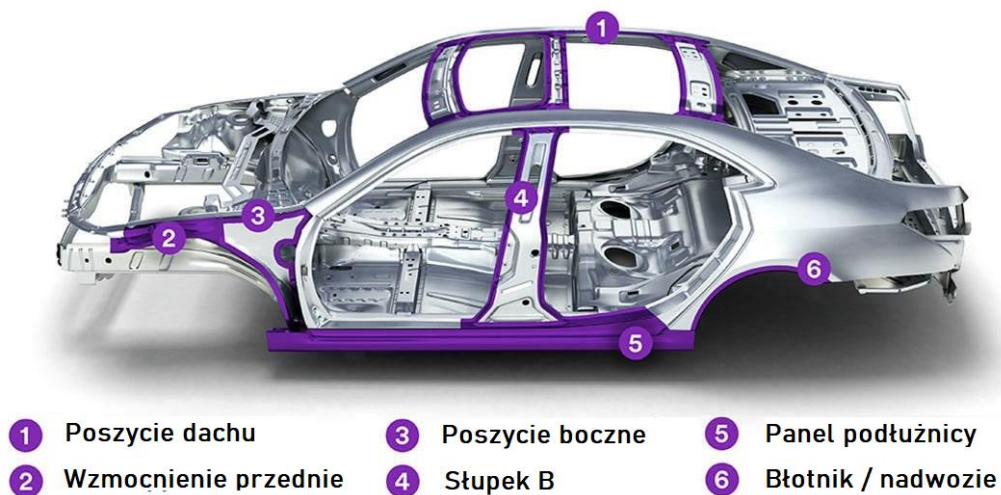
1. WSTĘP

Klejenie konstrukcyjne w ostatnich latach, w znaczącym stopniu ugruntowało swoją pozycję w procesach montażu części maszyn oraz w procesach naprawczych. Łączenie materiałów poprzez klejenie jest rezultatem wzajemnego oddziaływania pomiędzy cząsteczkami kleju, a cząsteczkami warstwy wierzchniej łączonych materiałów. Można zaryzykować stwierdzenie, że stosowanie klejenia przyczyniło się do przełomu w technice. Obecnie kleje stosuje się do łączenia konstrukcji poddawanych dużym obciążeniom, takich jak części samochodowe, lotnicze czy nawet mosty. Na rysunku 1.1. przedstawiono przykłady połączeń klejowych stosowanych w lotnictwie. W znaczącej liczbie przypadków połączenia klejowe zastąpiły połączenia nitowe, śrubowe lub spawane. W szczególności dużą popularność jako kleje, zyskały kleje na bazie żywic epoksydowych, charakteryzujące się doskonałą adhezją oraz odpornością chemiczną. Duża różnorodność żywic oraz utwardzaczy, jak również możliwość ich szerokiej modyfikacji umożliwia znalezienie dedykowanego kleju do wybranego typu materiału oraz warunków eksploatacji połączenia [67,135].



Rys. 1.1. Przykłady stosowania klejenia w przemyśle lotniczym [62]

Stosowanie połączeń klejowych znalazło istotne miejsce w przemyśle lotniczym z uwagi na korzystną relację wytrzymałości do masy konstrukcji. Klejenie pozwala na szybkie i tanie łączenie, często w korzystniejszym zakresie niż inne operacje montażowe. W łączeniu elementów przeznaczonych dla lotnictwa dodatkowym atutem wynikającym ze stosowania połączeń klejowych jest tłumienie drgań oraz hermetyzacja połączeń. Równie ważne jest to, że za pomocą klejenia można łączyć materiały o różnych właściwościach np. stali z kompozytami, stopów aluminium z tworzywami polimerowymi, jak również materiałów o różnej strukturze i grubości. Należy przy tym zaznaczyć, że wytrzymałość połączeń klejowych często dorównuje wytrzymałości równie popularnych połączeń takich jak nitowe, zgrzewane, spawane lub lutowane [56,96,108]. Na rysunku 1.2. przedstawiono przykładowe zastosowania procesów klejenia w przemyśle samochodowym.



Rys. 1.2. Przykłady stosowania klejenia części w przemyśle samochodowym [68]

Łączenie elementów za pomocą klejenia pozwala na uszczelnienie połączenia, a ponieważ nie wymaga do łączenia elementów złącznych (np. śruby, nity), pozwala na zapewnienie lepszej aerodynamiki konstrukcji. Klejenie cechuje się równomiernym rozłożeniem naprężeń w połączeniu, a podczas obciążania połączenia siły przenoszone są przez całą płaszczyznę przylegania, dzięki czemu nie występuje gwałtowne spiętrzenie naprężeń, jak to ma miejsce np. w przypadku łączników trzpieniowych (połączenia śrubowe, nitowe, kołkowe). Poprzez klejenie elementów eliminuje się także niepożądane

naprężenia wstępne – np. termiczne, których nie można wyeliminować przy łączeniu elementów przez spawanie [50,85].

Zastosowanie klejenia sięga również operacji regeneracji i naprawy zużytych lub uszkodzonych części maszyn. Zakres takich napraw może mieć charakter tymczasowy lub docelowy. Bardzo często stosowanie klejenia eliminuje konieczność demontażu części z zespołu w celu wykonania naprawy. Naprawa części poprzez klejenie gwarantuje skrócenie czasu wyłączenia z eksploatacji przy jednoczesnym minimalnym wymaganym nakładzie prac rekonstrukcyjnych. Aplikacja kleju może odbywać się ręcznie lub w sposób zautomatyzowany [38].

Problematyka modelowania numerycznego klejów i połączeń klejowych wymaga uwzględnienia zagadnień teorii deformacji, lepkości, modelowania cech spoiny klejowej na podstawie cech utwardzonego badanego tworzywa klejowego w formie odlewanej wiosełka. Połączenie klejowe jest formą kompozytu, w którym nie tylko występują różne materiały, ale także bardzo złożone zjawiska na granicy faz. Dodatkowo należy dobrać odpowiedni model numeryczny oraz uwzględnić wpływ warunków utwardzania na otrzymywane właściwości mechaniczne spoiny klejowej. Powierzchnia przygotowywana do klejenia charakteryzuje się wyraźną przestrzenną topografią, którą w procesie klejenia, na granicy faz, można interpretować jako zbiór miniaturywnych połączeń klejowych w nano i mikro skali. Ilość zjawisk towarzyszących łączeniu materiałów sprawia, że modelowanie numeryczne połączeń klejowych jest bardzo złożone. Ważną rolę podczas łączenia materiałów metodą klejenia odgrywają zjawiska powierzchniowe, które mają bezpośredni wpływ na jakość uzyskanego połączenia. Do głównych elementów determinujących poprawność wykonanego połączenia należy zaliczyć: adhezję, kohezję oraz zwilżalność [44].

2. ANALIZA STANU WIEDZY

2.1. Charakterystyka klejów / połączeń klejowych

O wysokiej wytrzymałości połączeń klejowych decyduje wiele czynników, dlatego też projektowanie połączeń klejowych może sprawiać problemy. Jednymi z najistotniejszych czynników są czynniki materiałowe, do których należy zaliczyć zarówno właściwości kleju: adhezyjne, kohezyjne, moduł sprężystości, jak również właściwości klejonych materiałów: ich właściwości fizyczne, właściwości adhezyjne warstwy wierzchniej, jak również sztywność klejonych elementów. Kolejną ważną grupą czynników są czynniki konstrukcyjne. Należy tu wymienić warunki obciążenia połączenia, wymiary powierzchni klejonej, symetryczność obciążenia, kształt elementów łączonych. Do czynników technologicznych zalicza się: sposób przygotowania powierzchni do klejenia oraz nanoszenia masy klejowej na elementy klejone. Istotne są również warunki utwardzania spoiny klejowej, szczególnie temperatura utwardzania, nacisk i czas utwardzania. Poprawnie zaprojektowane połączenie klejowe musi uwzględniać również czynniki eksploatacyjne. Zalicza się do nich: charakter obciążenia, zmienność obciążenia, przewidywany czas eksploatacji połączenia, zakres temperatury eksploatacji oraz warunki środowiskowe [61,78].

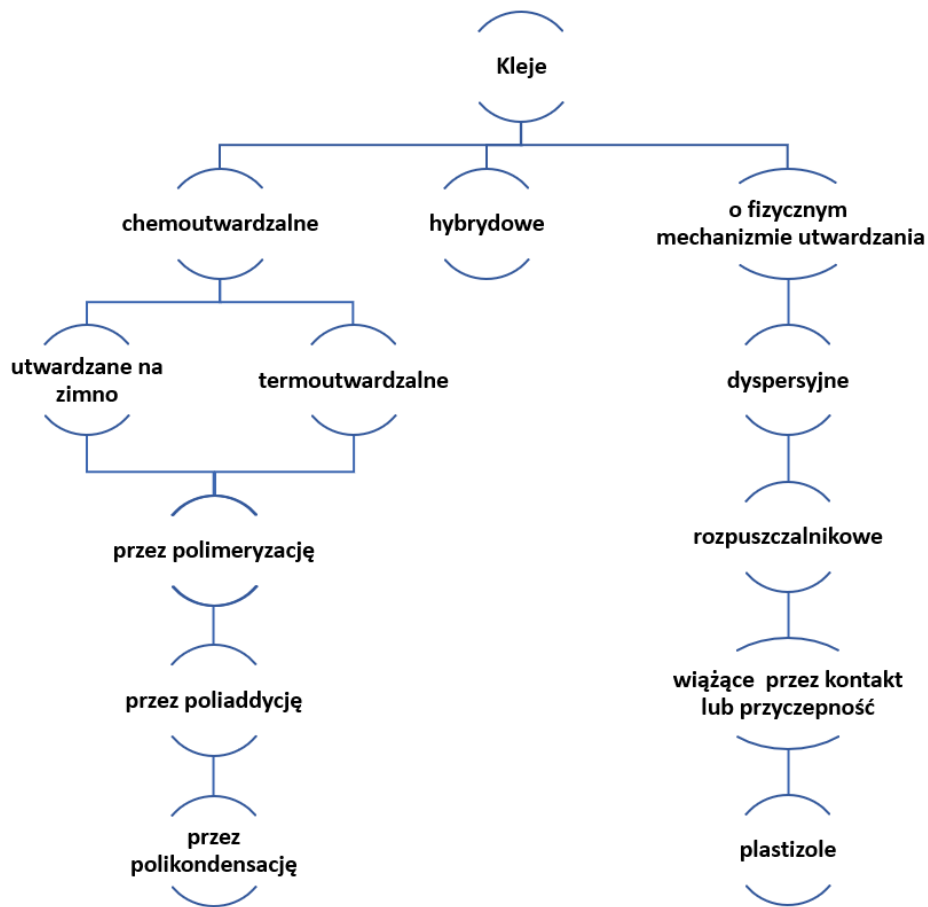
2.1.1. Klasyfikacja klejów

Kleje, popularnie wykorzystywane w połączeniach konstrukcyjnych metali, są najczęściej tworzywami syntetycznymi, które uzyskują swoje docelowe właściwości mechaniczne poprzez utwardzanie (sieciovanie) ich głównego składnika: oligomeru lub monomeru. Sieciovanie może odbywać się za pośrednictwem:

- środka sieciującego (utwardzacza), który dodawany jest do kleju bezpośrednio przed użyciem,
- środka sieciującego, który jest składnikiem mieszaniny klejowej i zostaje aktywowany w określonych warunkach,
- zdefiniowanych czynników zewnętrznych tj. między innymi: podwyższonej temperatury, podwyższonej wilgotności, oddziaływania światłem ultrafioletowym) [56,81].

W zależności od właściwości i zastosowań klejów można wyszczególnić kilka kryteriów podziału klejów:

- Podział ze względu na typ głównego składnika: kleje pochodzenia naturalnego: glutynowe, celulozowe, kazeinowe, skrobiowe i inne oraz kleje syntetyczne: akrylowe, aminowe, epoksydowe, fenolowe i rezorcynowe, cyjanoakrylowe, poliuretanowe, kauczukowe, polioctanowinyłowe i inne.
- Podział ze względu na ilość składników tworzących mieszaninę klejową: kleje jednoskładnikowe oraz kleje wieloskładnikowe.
- Podział z uwagi na postać kleju: kleje ciekłe – rozpuszczalnikowe, dyspersyjne, wodne roztwory, żywice ciekłe, monomery polimeryzujące. Kleje stałe – topliwe, folie i błony klejowe, żywice stałe, proszki i granulaty do rozpuszczania lub dyspergowania.
- Podział ze względu na mechanizm utwardzania spoiny klejowej: kleje utwardzane w wyniku następstw zjawisk fizycznych oraz kleje utwardzane w wyniku procesów chemicznych np. polimeryzacji, sieciowania, utwardzanie w wyniku zwiększenia temperatury, dodanie utwardzacza, oddziaływanie innych czynników zewnętrznych.
- Podział z uwagi na potencjalną wytrzymałość połączenia klejowego: kleje przylepcowe – charakteryzujące się z reguły niską wytrzymałością pozwalającą jedynie do odwracalnego połączenia dwóch elementów, choć w ostatnim czasie intensywnie pracuje się nad klejami przylepcowym (zbrojone folie dwustronnie klejące) o charakterze konstrukcyjnym. Kleje montażowe: charakteryzujące się umiarkowaną wytrzymałością, wystarczającą do trwałego połączenia dwóch elementów, jednak nie pozwalające na traktowanie takiego połączenia jako konstrukcyjnego. Kleje konstrukcyjne: charakteryzujące się dużą wytrzymałością pozwalającą na uznanie połączenia klejowego jako elementu konstrukcyjnego.
- Podział ze względu na zakres stosowania, m.in. można wyszczególnić kleje do metali, drewna, tworzyw polimerowych, gumy, szkła, wyrobów celulozowych.



Rys. 2.1. Rodzaje klejów konstrukcyjnych sklasyfikowane według sposobu utwardzania

Na rysunku 2.1 zamieszczono diagram podziału klejów sklasyfikowanych ze względu na sposób utwardzania charakterystyczny dla klejów stosowanych w połączeniach konstrukcyjnych metali [52].

2.1.2. Właściwości i zastosowanie klejów

Głównym czynnikiem decydującym o właściwościach kleju, wykorzystywanego do konstytuowania połączeń klejowych jest budowa chemiczna podstawowego składnika kleju. Skład kleju ma decydujący wpływ na kohezję i adhezję oraz odporność kleju na działanie czynników środowiskowych takich jak: temperatura, wilgotność, tlen, promieniowanie UV, czynniki chemiczne. Bardzo istotny jest stopień usieciowienia polimeru w spoinie klejowej oraz jego struktura przestrzenna. W budowie klejów głównym składnikiem najczęściej są polimery, monomery lub żywice, w których można wyróżnić ugrupowania o określonej strukturze chemicznej. Najczęściej można zidentyfikować ugrupowania lub podstawniki: estrowe, aminowe lub iminowe,

karboksylowe, hydroksylowe, acetalowe, epoksydowe, uretanowe, izocyjanianowe, mocznikowe, nitrylowe, amidowe oraz chlorowce. Jako podstawowe rodzaje polimerów, monomerów i żywic zawierających wymienione ugrupowania lub podstawniki, które stanowią spoiwa klejów klasyfikuje się: poliocetan winylu i kopolimery octanu winylu, poliakrylany i polimetakrylany oraz niektóre kopolimery, poliamidy, polichlorek winylu, nasycone i nienasycone żywice poliestrowe, poliuretany, kauczuki, izocyjaniany, żywice fenolowe i aminowe, monomery akrylowe i metakrylowe oraz żywice epoksydowe [19].

Kleje anaerobowo-stykowe, dedykowane do klejenia metali, są klejami bazującymi na estrach metakrylanowych. Sieciowanie klejów anaerobowych odbywa się w warunkach beztlenowych, które możemy obserwować np. w obszarze ściśle ze sobą połączonych powierzchni klejonych. Drugim warunkiem polimeryzacji jest obecność katalizatora (np. jonów metali). Kleje anaerobowe po utwardzeniu charakteryzują się dużą wytrzymałością mechaniczną oraz odpornością chemiczną i termiczną [56].

Kleje epoksydowe na bazie żywic epoksydowych są klasyfikowane jako najlepsze materiały klejowe [19,120]. Kleje te mają różnorodne zastosowania, nawet tak nieoczywiste jak łączenie elementów konstrukcyjnych mostów, które przenoszą duże obciążenia. Pośród innych klejów wyróżniają się znacznie lepszą przyczepnością do podłoża i odpornością chemiczną. Bardzo duży wybór dostępnych w handlu żywic epoksydowych i dedykowanych dla nich utwardzaczy oraz możliwość stosowania dodatków, pozwalających na modyfikację właściwości kleju epoksydowego, umożliwiają dostosowanie kompozycji klejowej do typu materiału łączonego oraz warunków eksploatacji rozpatrywanego połączenia. Występowanie polarnych grup wodorotlenkowych i eterowych sprawia, że kleje epoksydowe charakteryzują się doskonałą adhezją do metali lub innych materiałów o charakterze polarnym lub ulegającym łatwo polaryzacji. Utwardzanie (usieciowanie) żywic epoksydowych odbywa się poprzez reakcję zawartych w nich grup epoksydowych lub wodorotlenowych z aminami lub bezwodnikami kwasowymi [19].

2.2. Teoria konstituowania połączeń klejowych

Teoria konstituowania połączeń klejowych opiera się na zrozumieniu mechanizmów tworzenia trwałych połączeń między różnymi materiałami za pomocą kleju. Jest to obszar

wiedzy łączący w sobie wiedzę z chemii, fizyki oraz inżynierii materiałowej, skupiający się na badaniu właściwości adhezyjnych klejów, ich interakcji z łączonymi powierzchniami oraz warunków, które muszą być spełnione, aby połączenie było trwałe. Kluczowe aspekty obejmują przygotowanie powierzchni, dobór odpowiedniego kleju do materiałów, a także zrozumienie procesów utwardzania i starzenia się połączeń klejowych. W kolejnych podrozdziałach przedstawione zostaną istotniejsze zagadnienia związane z konstytuowaniem połączeń klejowych.

2.2.1. Żywice epoksydowe

Z uwagi na obszerny wybór klejów dostępnych na rynku, jak również fakt, że najpopularniejszymi klejami wykorzystywanymi w klejeniu konstrukcyjnym są kleje epoksydowe, zdecydowano się skoncentrować rozważania w rozprawie doktorskiej właśnie na tej grupie tworzyw. Klejenie klejami na bazie żywic epoksydowych jest relatywnie łatwym procesem, z uwagi na to, że czynnikiem wystarczającym do prowadzenia procesu utwardzania kleju w spoinie, pomijając oczywistą konieczność przygotowania kompozycji klejowej, jest zastosowanie nacisku zapewniającego dokładne przyleganie powierzchni łączonych. Proces utwardzania klejów epoksydowych następuje bez wydzielania żadnych produktów ubocznych. Skurcz chemiczny jest pomijalny, natomiast skurcz termiczny jest uzależniony od temperatury i współczynnika rozszerzalności cieplnej. Należy zauważyć, że nawet stosunkowo niewielki skurcz może wywoływać niepożądane naprężenia w spoinie klejowej o dużej sztywności, w następstwie którego mogą pojawić się pęknięcia. Zwiększenie elastyczności kleju powoduje zmniejszenie naprężeń własnych w spoinie.

Istotnym czynnikiem decydującym o wytrzymałości spoiny klejowej jest jej grubość. Grubość warstwy kleju powinna być możliwie najmniejsza, jednak należy przy tym jak najlepiej wypełnić klejem nierówności powierzchni łączonych materiałów. Naprężenia własne w cienkich spoinach są stosunkowo niewielkie, jednak ich wartość wzrasta wprost proporcjonalnie do grubości spoiny. W następstwie tego cienie, sztywne spoiny charakteryzują się wyższą wytrzymałością na zniszczenie niż spoiny o większej grubości [19]. Decyduje o tym także niejednorodność struktury w strefie kohezyjnej kleju, spoiny o większej grubości charakteryzują się większą koncentracją takich niejednorodności jak niedoklejenia, pęcherze gazowe, rzadziwy czy mikropęknięcia.

Aby odpowiednio scharakteryzować żywice epoksydowe oraz przedstawić ich główne rodzaje należy omówić surowce wykorzystywane do wytwarzania żywic epoksydowych. Jednymi z popularnie wykorzystywanych surowców są Bisfenol A (BPA) i Epichlorohydryna. Bisfenol A (BPA) jest podstawowym surowcem stosowanym do produkcji żywic epoksydowych. Jest to związek chemiczny, który reaguje z epichlorohydryną, tworząc prepolimery epoksydowe. BPA wpływa na właściwości mechaniczne i termiczne żywic, nadając im dużą wytrzymałość i odporność temperaturową. Epichlorohydryna jest kluczowym reagentem w procesie syntezy żywic epoksydowych. Reaguje z bisfenolem A w procesie polimeryzacji, tworząc łańcuchy polimerowe z grupami epoksydowymi. Epichlorohydryna jest lotnym związkiem, który może być toksyczny, dlatego procesy z jej wykorzystaniem muszą być prowadzone z zachowaniem odpowiednich środków ochronnych. Oprócz bisfenolu A, inne fenole, takie jak bisfenol F, również znajdują zastosowanie do produkcji żywic epoksydowych. Żywice na bazie bisfenolu F charakteryzują się lepszą stabilnością termiczną i wytrzymałością w wyższych temperaturach w porównaniu do żywic na bazie bisfenolu A. Jako kolejne należy wymienić żywice cykloalifatyczne. Zawierają one pierścienie cykloalifatyczne zamiast aromatycznych, co zwiększa ich odporność na promieniowanie UV i podnosi temperaturę zeszklenia. Charakteryzują się wyższą odpornością na żółknięcie pod wpływem UV oraz lepsze właściwości mechaniczne w wyższych temperaturach. Stosowane są głównie w powłokach zewnętrznych oraz w przemyśle elektronicznym. Wyróżnia się również żywice novolakowe, które powstają przez reakcję epichlorohydryny z fenolowymi lub krezolowymi novolakami. Ich właściwości to bardzo dobra odporność chemiczna i termiczna. Znajdują zastosowanie w powłokach ochronnych, materiałach izolacyjnych oraz w kompozytach o wysokiej odporności. Kolejną grupą są żywice glicydyloamino i glicydyloesterowe. Powstają one przez reakcję epichlorohydryny z aminami aromatycznymi lub kwasami karboksylowymi. Stosowane w przemyśle chemicznym oraz lotniczym, gdzie wymagana jest wysoka odporność termiczna i chemiczna. Do modyfikowanych żywic epoksydowych zaliczane są żywice, które zostały zmodyfikowane za pomocą różnych dodatków, takich jak elastomery, wypełniacze, plastyfikatory, w celu poprawy ich właściwości użytkowych. Poprzez modyfikację uzyskuje się zwiększoną elastyczność, lepsze właściwości mechaniczne i odporność na chemikalia [105].

Aminy (np. diaminodifenylometan) i anhydrydy kwasowe (np. anhydryd ftalowy) są stosowane jako utwardzacze żywic epoksydowych. Reagują one z grupami epoksydowymi, tworząc sieć trójwymiarową, która nadaje materiałowi właściwości termoutwardzalne.

Żywice epoksydowe wytwarzane z dianu (BPA) i epichlorohydryny, w zależności od masy cząsteczkowej, są lepкими cieczeniami lub termoplastycznymi żywicami. Do tej grupy żywic epoksydowych zaliczają się żywice z serii Epidian. Aby zmienić formę tej żywicy i otrzymać produkt użytkowy np.: odlew, laminat, pokrywa lakiernicza lub spoina klejowa należy przekształcić żywicę w produkt nietopliwy i nierozpuszczalny poprzez jej usieciwienie przestrzenne. Charakterystyka żywic epoksydowych jest ściśle związana z liczbą epoksydową, która jest miarą zawartości grup epoksydowych w żywicy. Liczba epoksydowa wpływa na reaktywność żywicy oraz jej zdolność do sieciowania. Wysoka liczba epoksydowa oznacza większą liczbę reaktywnych miejsc w cząsteczce, co przekłada się na lepsze właściwości mechaniczne i chemiczne po utwardzeniu. Żywice o niskiej liczbie epoksydowej są mniej reaktywne, co może być korzystne w aplikacjach wymagających dłuższego czasu przetwarzania lub niższej reaktywności [6,42].

W procesie sieciowania, żywice epoksydowe przekształcają się w termoutwardzalne polimery, które są nietopliwe i nierozpuszczalne. Proces ten odbywa się poprzez reakcję grup epoksydowych z utwardzaczami, takimi jak aminy, kwasy czy anhydrydy kwasowe, prowadząc do powstania trójwymiarowej sieci polimerowej. Uzyskane materiały charakteryzują się wysoką wytrzymałością mechaniczną, odpornością chemiczną i termiczną, co czyni je idealnymi do zastosowań w przemyśle lotniczym, motoryzacyjnym, budowlanym oraz elektronicznym.

Liczba epoksydowa (EEW, ang. Epoxy Equivalent Weight) jest miarą zawartości grup epoksydowych w żywicy epoksydowej i określa ilość żywicy, która zawiera jeden równoważnik grupy epoksydowej. Wyrażana jest zazwyczaj w gramach na ekwiwalent epoksydowy g/eq lub mol/100g. Liczba epoksydowa wpływa na wiele właściwości żywic, takich jak ich lepkość, czas utwardzania, twardość końcowego produktu oraz jego wytrzymałość mechaniczna.

Żywice o małej liczbie epoksydowej (0,25–0,40 mol/100g) mają dużą zawartość grup epoksydowych, co oznacza większą reaktywność. Są one często używane tam, gdzie wymagana jest wysoka wytrzymałość mechaniczna i chemiczna. Przykładem może być żywica bisfenol A (np. żywica DGEBA - diglicydylowa eterowa bisfenolu A), która jest szeroko stosowana w aplikacjach przemysłowych i konstrukcyjnych.

Żywice o średnich liczbach epoksydowych (0,125–0,25 mol/100g) charakteryzują się zrównoważoną reaktywnością i są używane w szerokim zakresie aplikacji, w tym w powłokach ochronnych, kompozytach oraz jako kleje. Przykładem mogą być żywice typu bisfenol F, które mają liczbę epoksydową w przedziale 0,125–0,150 mol/100g. Charakteryzują się lepszą odpornością chemiczną i są stosowane w powłokach antykorozyjnych. Żywice o większych liczbach epoksydowych (0,05–0,125 mol/100g) są mniej reaktywne i są używane tam, gdzie wymagany jest dłuższy czas przetwarzania lub większa elastyczność np. w klejach „elastycznych” i powłokach.

Liczba epoksydowa jest istotnym parametrem wpływającym na właściwości użytkowe żywic epoksydowych, a jej odpowiedni dobór pozwala na optymalne dostosowanie żywic do konkretnych zastosowań przemysłowych [19].

2.2.2. Utwardzanie żywic epoksydowych

Usieciowanie przestrzenne żywic epoksydowych odbywa się w następstwie reakcji chemicznej grup funkcyjnych z utwardzaczem dodanym do żywicy. Utwardzacz nazywany jest również środkiem sieciującym. Dianowe żywice epoksydowe zawierają dwa rodzaje grup funkcyjnych: grupy epoksydowe i grupy wodorotlenowe (alkoholowe). Żywice o większej masie cząsteczkowej charakteryzują się mniejszą ilością grup epoksydowych, które występują wyłącznie na dwóch końcach cząsteczki. Odwrotna zależność obowiązuje w przypadku występowania grup wodorotlenowych, które występują w regularnych odstępach wzdłuż łańcucha makrocząsteczki. Ilość grup wodorotlenowych jest mała w żywicach epoksydowych o małej masie cząsteczkowej, natomiast zwiększa się wraz ze wzrostem masy cząsteczkowej.

Przeważająca część utwardzaczy reaguje tylko z grupami epoksydowymi. Utwardzacze zawierają aktywne atomy wodoru, które przyłączają się do grup epoksydowych żywicy. Wśród nich można wymienić: utwardzacze pierwszorzędowe

i drugorzędowe diaminy oraz wieloaminy alifatyczne i aromatyczne, difenole i polifenole, polimerkaptany oraz kwasy dikarboksylowe i wielokarboksylowe. Utwardzacze na bazie bezwodników kwasowych wchodzą w reakcję również z grupami wodorotlenowymi, co skutkuje większą gęstością usieciowania niż w przypadku utwardzaczy reagujących wyłącznie z grupami epoksydowymi. Dostępne są również utwardzacze, które nie zawierają czynnych atomów wodoru. Polimeryzacja odbywa się wtedy poprzez polimeryzację jonową grup epoksydowych. Do takich utwardzaczy zaliczają się kwasy bezprotonowe np.: kwasy Lewisa oraz zasady Lewisa. Najpopularniejszymi utwardzaczami z tej grupy są np.; fluorek boru oraz aminy trzeciorzędowe [7].

Zasady doboru optymalnej ilości utwardzacza w mieszaninie wynikają zwykle z warunków reakcji tych utwardzaczy z żywicami epoksydowymi, które w przeważającej większości reagują z nimi w stosunkach stechiometrycznych. Są to zwykle proporcje zbliżone do stosunków wynikających z obliczeń stechiometrycznych bazujących na zawartości grup epoksydowych w żywicy oraz na zawartości grup funkcyjnych z czynnymi atomami wodoru w utwardzaczach.

Utwardzanie kleju wiąże się z pewnymi zmianami właściwości fizycznych mieszaniny żywica-utwardzacz. Reakcja utwardzania jest egzotermiczna, a emitowane w procesie ciepło powoduje wzrost temperatury układu żywica – utwardzacz i przyspieszenie reakcji pomiędzy składnikami. Niekontrolowany wzrost wydzielanego ciepła, może zaistnieć szczególnie w przypadku jednorazowego utwardzania dużej ilości żywicy. Ilość wydzielanego ciepła można moderować poprzez dodatek do żywicy napelnaczy, mających na celu pochłanianie wydzielanego ciepła [115].

Zmieszanie żywicy z utwardzaczem i opcjonalne podgrzanie tej mieszaniny zwykle skutkuje wzrostem lepkości. Na tym etapie dochodzi do łączenia się cząsteczek w makrocząsteczki rozgałęzione, jednak jeszcze nie zachodzi usieciwienie. Wraz z postępowaniem procesu utwardzania lepkość wzrasta raptownie, aż do osiągnięcia punktu żelu. W tej fazie procesu powstają struktury przestrzennie usieciowane, natomiast żywica z utwardzaczem staje się nietopliwa i po części nierozpuszczalna w rozpuszczalnikach organicznych. W początkowym etapie utwardzania powstają z niewielkiej liczby cząsteczek zarodki, które w następstwie wzrostu tworzą mikrożele. Wraz z progresem

reakcji, obserwowane jest sukcesywne zwiększenie gęstości usieciowania, przy czym polimer pozostaje nadal niejednorodny. W ramach badań prowadzonych za pomocą mikroskopu elektronowego, można zaobserwować gęsto usieciowane struktury globularne, otoczone obszarami międzyglobularnymi o mniejszej gęstości usieciowania [115].

Wraz z chwilą przekroczenia punktu żelu powstaje tworzywo – miękki żel, o małej wytrzymałości mechanicznej, która z czasem podlega zwiększeniu. Postępująca gęstość usieciowania sprawia, że tworzywo przekształca się w szkliste ciało stałe, którego wytrzymałość mechaniczna i twardość zwiększają się wraz z postępem reakcji. Jednym ze skutków reakcji utwardzania tworzywa lub kleju w spoinie jest zmniejszenie objętości. Zjawisko to nazywane jest chemicznym skurczem utwardzania. Często na to zjawisko nakłada się skurcz fizyczny utwardzania związany z obniżającą się temperaturą reakcji dążącą do osiągnięcia temperatury otoczenia [118].

Przeprowadzenie utwardzania w określonej temperaturze skutkuje otrzymaniem określonych granicznych wartości temperatury zeszklenia, parametrów dielektrycznych oraz wytrzymałości. Wydłużenie czasu utwardzania nie będzie miało wpływu na poprawienie tych właściwości, jednak ich poprawę można uzyskać poprzez dodatkowe utwardzenie – dotwardzanie, w wyższej temperaturze.

Budowa chemiczna utwardzacza jest czynnikiem decydującym o docelowej wytrzymałości utwardzonych żywic epoksydowych jak również wpływa na ich odporność temperaturową. Poprzez mieszanie z żywicą utwardzaczy zawierających dużą liczbę grup funkcyjnych, a także pierścienie aromatyczne lub cykloalifatyczne, po utwardzeniu otrzymuje się kleje o dużej gęstości usieciowania oraz sztywnej strukturze. Ma to bezpośredni skutek w osiągnięciu pożądaných właściwości takich jak: dobra wytrzymałość, duża odporność termiczna, dobre właściwości dielektryczne w podwyższonych temperaturach. Pośród przykładowych utwardzaczy z opisywanej grupy można wymienić: bezwodnik piromelitowy i m-fenylendiaminę. Utwardzacze, w których występują grupy funkcyjne połączone wzajemnie krótkimi łańcuchami alifatycznymi, po wymieszaniu i utwardzeniu z żywicą charakteryzują się mniejszą odpornością termiczną, pogorszoną wytrzymałością w wyższych temperaturach, a jednocześnie są kruche i mają dużą sztywność w temperaturze pokojowej. Jako jeden

z typowych przykładów utwardzaczy z tej grupy jest trietylenotetraamina. W przypadku utwardzaczy klasyfikowanych jako „elastyczne”, w ich budowie występuje niewiele grup funkcyjnych jednak są one połączone ze sobą długimi łańcuchami alifatycznymi. Wśród typowych utwardzaczy z tej grupy należy wymienić: poliaminoamidy oraz polibezwodniki alifatycznych kwasów dikarboksylowych [19,42].

Z przedstawionych informacji można sformułować ogólny wniosek, że właściwości kleju w spoinie są zależne od wielu czynników, zarówno tych związanych z doбором kompozycji klejowej na bazie żywic epoksydowych, a także od warunków konstytuowania połączenia klejowego.

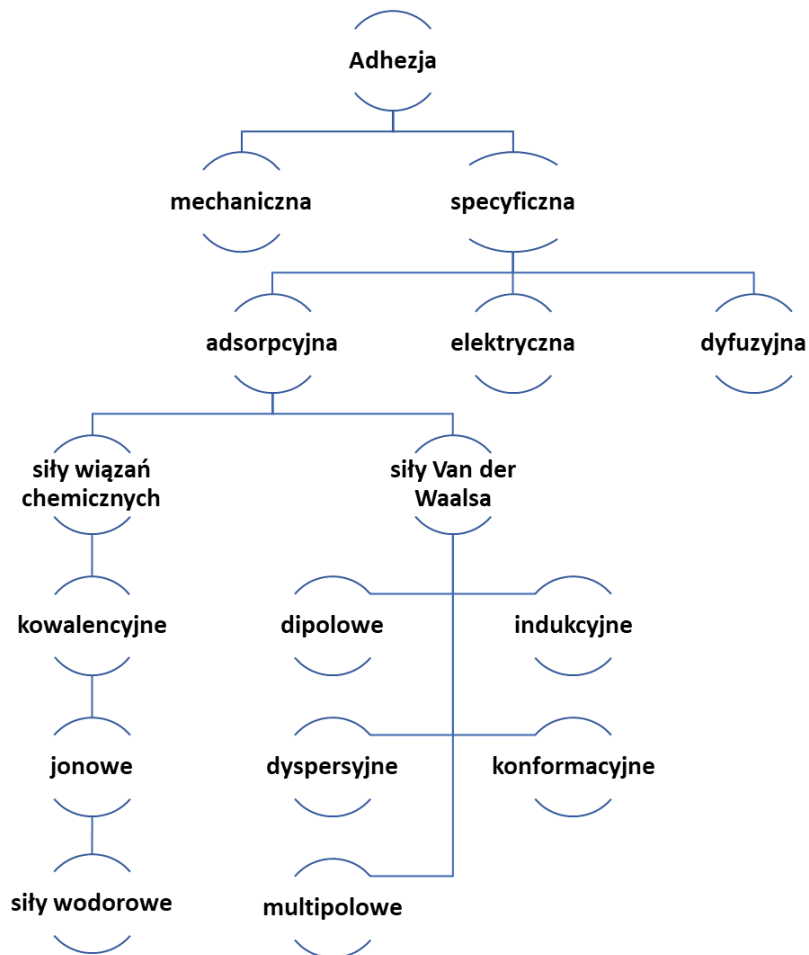
2.3. Adhezja i teorie adhezji

Celem przedstawienia mechanizmów powstawania połączeń klejowych należy przytoczyć teorie związane ze zjawiskami adhezji kleju do podłoża – materiału przyłącza. Adhezja jest definiowana jako kompleks zjawisk występujących na styku dwóch przylegających powierzchni, które odpowiadają za ich łączenie. Miarą adhezji jest praca potrzebna do rozdzielenia przylegających do siebie warstw o jednostkowej powierzchni (J/m^2). Kohezja jest określana jako spójność wewnętrzna, co można rozumieć jako wzajemne przyciąganie się cząsteczek tej samej substancji wskutek oddziaływania sił międzycząsteczkowych. Miarą kohezji jest praca niezbędna do rozdzielenia materiału. Siły powodujące adhezję i kohezję można podzielić na kilka różnych typów. Najważniejsze teorie adhezji to teoria adsorpcyjna, dyfuzyjna, elektryczna i mechaniczna. W teorii adsorpcji fizycznej, adhezja wynika z kontaktu międzycząsteczkowego między dwoma materiałami i jest ściśle związana z oddziałującymi siłami powierzchniowymi. Siły te określane są jako siły wtórne lub siły van der Waals'a. Aby te siły mogły się rozwinąć, klej musi mieć bezpośredni, bliski, międzycząsteczkowy kontakt z powierzchnią klejoną. Proces kontaktu pomiędzy klejem a podłożem opisuje zjawisko "zwilżania". Zwilżanie można określić poprzez pomiary kąta zwilżania. O całkowitym, spontanicznym zwilżaniu można mówić, gdy kąt zwilżania wynosi 0 stopni lub obserwuje się równomierne, samoistne rozprowadzenie kleju na podłożu, poprzez utworzenie cienkiej powłoki. Zwilżanie jest korzystne, gdy napięcie powierzchniowe podłoża, lepiej znane jako krytyczna energia powierzchniowa – C , jest wysoka, a napięcie

powierzchniowe cieczy zwilżającej jest niskie, to znaczy, że powinien być spełniony warunek: $C \text{ podłoża} > C \text{ kleju}$ [48].

Etymologia słowa „adhezja” pochodzi od łacińskiego słowa „adhesio” i oznacza szepianie. Adhezję określa się jako zjawisko powierzchniowe polegające na szepianiu stykających się ciał na skutek oddziaływania między nimi pola sił. Pole sił, będące następstwem oddziaływania ładunków atomów, z których zbudowana jest warstwa wierzchnia, maleje wykładniczo wraz ze zwiększaniem odległości od powierzchni [85].

Czynnikiem koniecznym do zaistnienia adhezji jest zbliżenie łączonych powierzchni na odległość od około 1 do 10 nm. Następstwem adhezji jest powstawanie nowego układu - połączenia adhezyjnego o charakterystyce zależnej od właściwości kleju i materiałów łączonych [97].

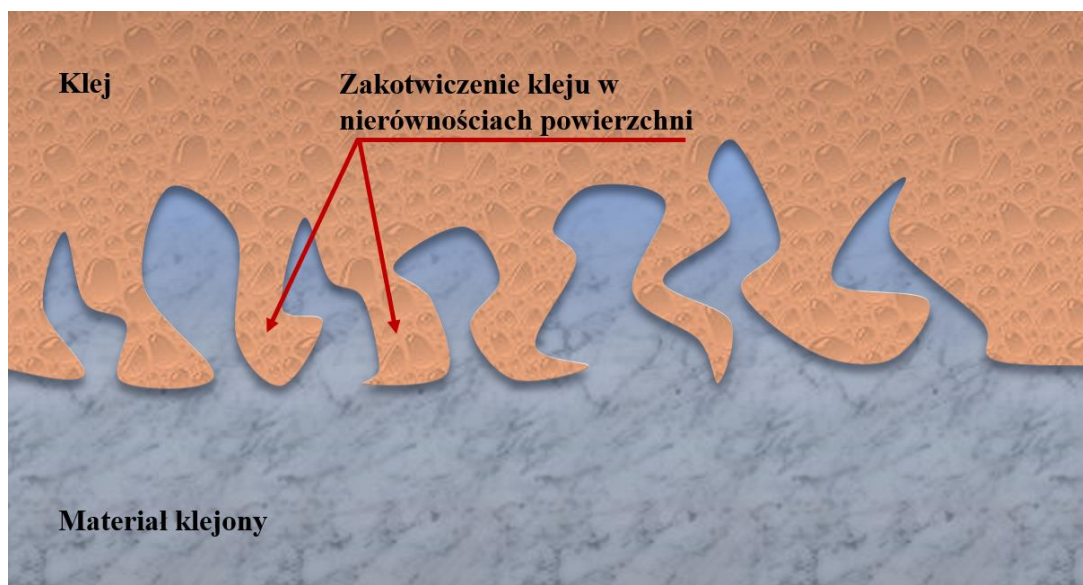


Rys. 2.2. Rodzaje adhezji i sił wiązań adhezyjnych [85]

W publikacjach literaturowych można znaleźć wiele teorii adhezji i rodzajów sił odpowiadających za połączenia adhezyjne, których autorzy starają się wyjaśnić mechanizm powstawania połączeń klejowych. Klasyfikację rodzajów adhezji oraz różnych oddziaływań będących przyczyną zjawiska adhezji przedstawiono na rysunku 2.2.

2.3.1. Mechaniczna teoria adhezji

Głównym czynnikiem, warunkującym powstawanie połączenia klejowego zgodnie z założeniami mechanicznej teorii adhezji, jest tworzenie zakotwiczeń mechanicznych w nierównościach powierzchni elementów łączonych. Aby zjawisko mogło zaistnieć klej w stanie płynnym musi wnikać w mikro nierówności łączonej powierzchni. Graficzną reprezentację tego zjawiska zamieszczono na rysunku 2.3.

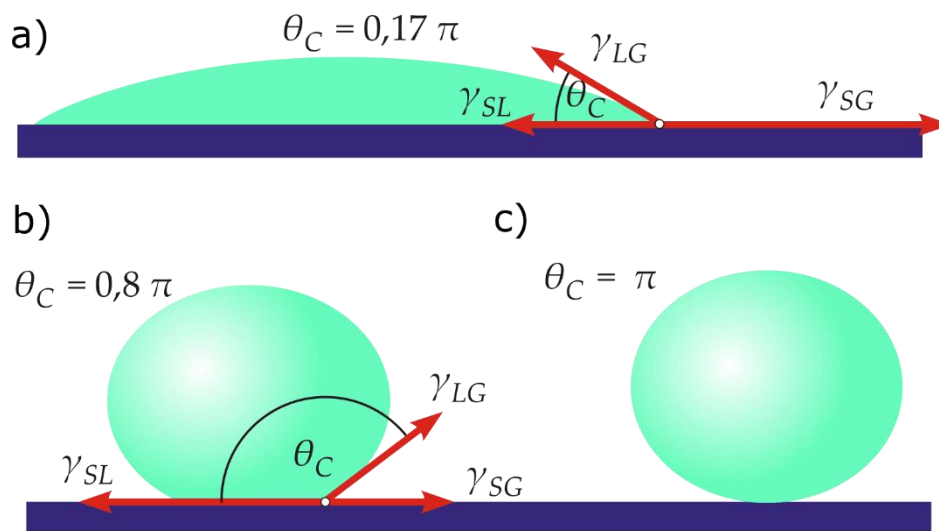


Rys. 2.3 Graficzna prezentacja zjawiska mechanicznej teorii adhezji

Zgodnie z przedstawionymi uwarunkowaniami na wytrzymałość połączenia adhezyjnego mają wpływ następujące czynniki związane z procesem zwilżania: zwilżalność powierzchni łączonych elementów, lepkość kleju, zdolność wnikania kleju w nierówności. Klej charakteryzuje się większą od zera lepkością, właściwość ta określa możliwość wnikania kleju w nierówności powierzchni elementów łączonych [122].

W ramach procedury nakładania kleju w stanie ciekłym na powierzchnię materiału przyłącza, klej zostaje wciśnięty w nierówności i pory warstwy wierzchniej. Klej zostaje pozostawiony do utwardzenia, co sprawia, że warstwa kleju będąca w bezpośrednim

kontakcie z materiałem klejonym zostaje w nim mechanicznie zakotwiczona. Na tej podstawie można sformułować wniosek, że jeżeli oddziaływania adhezyjne są skorelowane z wielkością powierzchni granicy faz, to całkowita energia oddziaływań adhezyjnych jest wprost proporcjonalna do wielkości powierzchni granicy faz. Jednak w tym rozważaniu należy uwzględnić kolejną zależność, mianowicie lepkość kleju w odniesieniu do kształtu powierzchni. Przykładem pogarszającym zwilżalność powierzchni może być ilość porów o dużej głębokości w relacji do ich niewielkiej szerokości. Spowoduje to niewypełnienie porów przez klej o dużym napięciu powierzchniowym, skutkując powstawaniem zamkniętych pęcherzyków powietrza w strefie granicy faz, co negatywnie wpływa na wytrzymałość połączenia adhezyjnego. Oznacza to, że maksymalne geometryczne rozwinięcie powierzchni przyłączy przygotowywanych do klejenia nie będzie skutkowało uzyskaniem możliwie najwyższej wytrzymałości adhezyjnej. Istotny natomiast jest kształt „schropowanej” powierzchni, głębokość i kąt rozwarcia rozpatrywanych nierówności, których wielkość determinuje istnienie korzystnych warunków oddziaływania międzycząsteczkowego. Różnice w zwilżaniu powierzchni przez kleje o różnej lepkości przedstawiono na rysunku 2.4.



Rys. 2.4. Zwilżanie powierzchni klejami o różnej lepkości, a) klej o małej lepkości – dobre zwilżenie powierzchni, b) klej o większej lepkości – słabe zwilżenie powierzchni, c) brak zwilżenia [55]

Można zaobserwować wyższą wytrzymałość połączeń adhezyjnych wykonywanych w wyniku łączenia klejem powierzchni o relatywnie większej chropowatości niż tych o niewielkiej chropowatości. W większości rozpatrywanych przypadków jest to prawda,

jednak należy zastrzec, że występuje graniczna maksymalna wartość chropowatości powierzchni łączonych materiałów, powyżej której wytrzymałość połączeń adhezyjnych maleje. Wynika to z różnic w przebiegu odkształcenia, obserwowanego na granicy faz łączonych materiałów. Z uwagi na znacznie większą powierzchnię kontaktu kleju z powierzchnią materiału o dużej chropowatości, obciążaniu połączenia adhezyjnego towarzyszy znacznie większe odkształcenie warstwy kleju oraz materiału przyłącza, niż można to obserwować w przypadku obciążania połączenia klejowego z materiałem o małej chropowatości powierzchni przyłącza. Oznacza to również, że wyższa jest energia zaabsorbowana w wyniku powstawania tych odkształceń, a co jest z tym związane, także energia potrzebna do dekohezji połączenia klejowego. Uwzględniając powyższe w mechanicznej teorii adhezji przyjmuje się, że dekohezja nie zachodzi na granicy faz klej – materiał łączony, ale występuje wewnątrz materiału o najmniejszej spójności (wytrzymałości). Można podsumować, że zgodnie z teorią adhezji mechanicznej, wytrzymałość połączenia jest uzależniona od wytrzymałości kleju lub wytrzymałości materiału przyłącza, w mniejszym stopniu jest natomiast uzależniona od zjawisk zachodzących na granicy faz klej-materiał łączony [55].

2.3.2. Teoria adsorpcyjna

Zgodnie z adsorpcyjną teorią adhezji łączenie materiałów zachodzi w wyniku oddziaływań międzycząsteczkowych, powodujących przyleganie do siebie powierzchni z określoną siłą. Warunkiem powstania oddziaływania międzycząsteczkowego jest zbliżenie ciała stałego i kleju w stanie płynnym (cieczy) na odpowiednio bliską odległość. Istotnym czynnikiem warunkującym adhezję, a szczególnie co z tym związane możliwie maksymalne zbliżenie się cząsteczek ciał na granicy faz klej – materiał łączony, jest dobra zwilżalność podłoża, której miarą jest kąt zwilżania θ . Polimery są niskoenergetyczne, dlatego łatwo zwilżają wysokoenergetyczne podłoża, takie jak metal i szkło. W przypadku podłoży o niskich energiach powierzchniowych (np. polietylen i fluorowęglowodory) nie są one łatwo zwilżane klejami [14].

W warunkach, gdy kąt zwilżania θ jest większy niż 90° nie zachodzi zwilżanie powierzchni ciała stałego przez ciecz, a gdy θ dąży do 0° , występuje zwilżalność absolutna, co sprawia, że ciecz samoistnie rozplywa się po powierzchni. Powierzchnia kontaktu w warunkach, gdy θ jest większe niż 90° można określić jako minimalną,

natomiast gdy kąt θ dąży do 0° maksymalną. W literaturze występuje pojęcie makro θ oraz mikro θ_1 kąta zwilżania. Mikro kąt zwilżania to kąt utworzony między styczną do powierzchni kropli cieczy, a powierzchnią zwilżaną bezpośrednio w punkcie styku, mierzony w mikroskopowej skali. Jest on kluczowy w analizie powierzchni charakteryzujących się mikroskopowymi nierównościami lub specyficznymi strukturami w mikro i nanoskali. Zwiększenie powierzchni kontaktu sprzyja zwiększeniu sił oddziaływań międzyfazowych, które związane są ze swobodną energią powierzchniową materiału i kleju. Energię powierzchniową określa się jako pracę niezbędną do utworzenia jednostkowej powierzchni podczas rozdziału faz, które znajdują się w równowadze. Równowaga zwilżalności wyrażona jest wzorem (2.1):

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos\theta \quad (2.1)$$

gdzie:

γ_{SG} – swobodne napięcie powierzchniowe ciała stałego,

γ_{SL} – napięcie międzyfazowe na granicy faz ciało stałe/ciecz,

γ_{LG} – napięcie międzyfazowe na granicy ciecz/powietrze,

θ – kąt zwilżania.

Pracę niezbędną do rozdziału faz, czyli pracę adhezji W_a można zapisać w postaci zależności napięcia powierzchniowego i napięcia międzyfazowego (2.2):

$$W_a = \sigma_{SG} + \sigma_{LG} - \sigma_{SL} \quad (2.2)$$

gdzie: σ_{SG} – swobodna energia powierzchniowa, σ_{LG} – energia powierzchniowa cieczy (liczbowo równa napięciu powierzchniowemu), σ_{SL} – energia powierzchniowa na granicy ciało stałe – ciecz

Praca adhezji osiągnie swoje maksimum, gdy napięcie międzyfazowe na granicy faz ciało stałe – ciecz będzie możliwie jak najmniejsze, bliskie zeru. Uwzględniając tą zależność można sformułować kryterium, osiągnięcia dobrej zwilżalności podłoża przez klej oraz możliwie najsilniejszych oddziaływań adhezyjnych, zgodnie z którym swobodna energia powierzchniowa materiału przyłącza musi być większa od swobodnej energii powierzchniowej kleju w stanie płynnym [6,85].

W adsorpcyjnej teorii adhezji oddziaływania, które można scharakteryzować jako najsilniejsze są siły międzycząsteczkowe Van der Waalsa. Siły molekularne Van der Waalsa występują do grubości filmu nieprzekraczającego 10 nanometrów. Powyżej grubości 10 nanometrów siły te słabną i zanikają. Pochodzenia sił Van der Waalsa należy szukać w międzycząsteczkowych, elektro-magnetycznych oddziaływaniach pomiędzy ładunkami elektronów i jąder, z których zbudowane są atomy. Siły te o względnie dużym zasięgu przekraczającym wymiary atomu, są siłami przyciągającymi, najsilniej działają w kryształach i cieczech, a najsłabiej w gazach. Ich oddziaływanie szybko maleje wraz ze zwiększaniem odległości. Siły Van der Waalsa działające na niewielkich dystansach, rzędu wymiaru atomu są siłami odpychającymi jednak gwałtownie rosną wraz ze zmniejszaniem odległości. Wśród sił oddziaływania międzycząsteczkowego można wyróżnić pięć głównych grup sił: dipolowe, indukcyjne, dyspersyjne, konformacyjne, multipolowe [120].

Oprócz przedstawionych już w teorii adhezji oddziaływań międzycząsteczkowych – fizysorpcji, należy również przybliżyć zagadnienia związane z siłami wiązań chemicznych – chemisorpcją. W procesie adsorpcji chemicznej cząsteczki lub atomy łączą się z powierzchnią tworząc wiązania chemiczne (najczęściej kowalencyjne). Efekt działania sił wiązań chemicznych jest uzależniony od aktywności chemicznej cząstek zaadsorbowanych i stanu energetycznego powierzchni. Entalpia chemisorpcji jest o rząd wielkości wyższa od entalpii fizysorpcji i wynosi ok. 200 kJ/mol. Cząsteczka zaadsorbowana na powierzchni może ulec rozpadowi za sprawą oddziaływania, niewysycanych walencyjnie, atomów powierzchniowych. Fragmentacja cząstek zaadsorbowanych jest jedną z przyczyn katalitycznego oddziaływania powierzchni ciał stałych w reakcjach chemicznych. Chemisorpcja, z reguły jest procesem egzotermicznym. Wśród wiązań chemicznych można wyróżnić: wiązania kowalencyjne, jonowe, wodorowe. Teoria wiązań chemicznych adhezji tłumaczy proces łączenia poprzez tworzenie się wiązań kowalencyjnych, jonowych lub wodorowych w obszarze powierzchni międzyfazowej.

2.3.3. Elektryczna teoria adhezji

Według elektrycznej teorii adhezji, przyczyną przylegania do siebie ciał jest przyciąganie elektrostatyczne podwójnej warstwy elektrycznej. W elektrycznej teorii

adhezji przyjmuje się, że jeżeli dwa ciała zostaną doprowadzone do bezpośredniego kontaktu, to może pomiędzy nimi nastąpić przepływ strumienia elektronów. Intensywność przepływu zależy od odległości, na jaką zbliżono te materiały oraz od różnicy prac wyjścia elektronów z analizowanych materiałów. Zwiększenie przepływu elektronów zachodzi wraz ze wzrostem elektryczności zbliżonych powierzchni. Rezultatem tego przepływu jest tworzenie się, po stronie materiału mniej elektrycznego, dodatkowego ładunku dodatniego, który stanowią jony dodatnie ułożone w warstwie wierzchniej. Natomiast nadmiarowy ładunek ujemny, jest tworzony przez przemieszczające się elektrony do warstwy wierzchniej materiału bardziej ujemnego. W następstwie tych zjawisk jedna z przylegających warstw staje się uboższa w elektrony, co prowadzi do powstania podwójnej warstwy elektrycznej, która powoduje przyciąganie przylegających ciał. Siły przyciągania mają charakter sił opisywanych prawem Coulomba. Siły te przeciwdziałają rozdzieleniu połączenia obu materiałów, właśnie dlatego są uznawane za jedne ze składowych sił adhezji. Wartość tych sił odniesiona do jednostki powierzchni połączenia, jest uzależniona od gęstości ładunku powierzchniowego w obu częściach podwójnej warstwy elektrycznej [19,120]. Przedstawiona teoria ma ścisły związek z teorią adsorpcyjną, jest to związane z przemieszczaniem elektronów, które wywołane jest orientowaną adsorpcją grup polarnych kleju na powierzchni materiału łączzonego, co powiązane jest z obecnością i ilością grup polarnych. Mimo że elektryczna teoria adhezji nie ma znaczenia podstawowego, to jednak dość dobrze przybliża niektóre aspekty zjawisk adhezji.

2.3.4. Dyfuzyjna teoria adhezji

Dyfuzyjna teoria adhezji została przedstawiona przez S. S. Vojucki [85] i zakłada ona, że wzajemna adhezja przylegających do siebie ciał polega na przenikaniu atomów kleju do materiału przyłącza i odwrotnie. Zjawisko dyfuzji ma swoje podstawy w różnicy potencjałów termodynamicznych cząstek w obydwóch przylegających do siebie materiałach. Zmiany we wzajemnym położeniu atomów i cząstek w obszarze międzyfazowym skutkują wyrównywaniem ich potencjałów, co prowadzi do stanu równowagi termodynamicznej układu. Szybkość i intensywność procesów dyfuzji zależy od ilorazu składowych potencjału termodynamicznego: energetycznej i entropijnej. W głównej mierze zjawisko dyfuzji jest zależne od rodzaju przylegających materiałów, jednak równie istotnymi czynnikami są temperatura i ciśnienie. Jedną z zalet dyfuzyjnych

połączeń adhezyjnych są ograniczone naprężenia własne w strefie międzyfazowej. Kolejną zaletą jest zmiana właściwości fizycznych w obszarze międzyfazowym, która ma charakter stopniowy. Mimo przedstawionych zalet należy zauważyć, że materiały posiadające zdolność do tworzenia dyfuzyjnych połączeń adhezyjnych stanowią ograniczoną grupę [98].

Teorię dyfuzyjną można wykorzystać wyłącznie do rozpatrywania procesów zachodzących w połączeniach klejowych, w których występuje jednakowa lub zbliżona rozpuszczalność obu materiałów tzn. takich w których klej podczas konstytuowania połączenia, przynajmniej częściowo rozpuszcza materiał podłoża. Zjawisko to można obserwować w połączeniach klejowych niektórych polimerów, jak również drewna. Parametry które mają bezpośredni wpływ na proces dyfuzji to: czas kontaktu kleju z materiałem łączonym, temperatura konstytuowania połączenia, masa cząsteczkowa polimerów oraz ich postać fizyczna (ciecz, ciało stałe). Teoria dyfuzji ma jednak zastosowanie w ograniczonych przypadkach, gdy polimer i środek przylegający nie są rozpuszczalne lub ruch łańcucha polimeru jest ograniczony przez jego wysoce usieciowaną strukturę krystaliczną, lub gdy jest on poniżej jego temperatury zeszklenia.

Ponieważ większość polimerów, w tym te o bardzo podobnej strukturze chemicznej, takie jak polietylen i polipropylen, jest niekompatybilna, teoria dyfuzji ma ogólne zastosowanie tylko w przypadku łączenia materiałów kompatybilnych, co może wystąpić, gdy powierzchnie pokryte klejami dociskane są do siebie, oraz podczas spawania rozpuszczalnikiem termoplastów. Przykładem może być spęczanie butanem dwóch powierzchni styropianowych, a następnie dociśnięcie ich do siebie [48].

Biorąc pod uwagę dotychczas przedstawione badania zawarte w licznych publikacjach podejmujących tematykę adhezji oraz towarzyszących procesów i zjawisk, można wnioskować, że nadal nie opracowano jednolitej teorii opisującej te zjawiska. Główną przyczyną determinującą występowanie zjawisk adhezji są przede wszystkim oddziaływania międzycząsteczkowe. W wielu publikacjach naukowych, adsorpcyjna teoria adhezji wraz z chemisorpcją przedstawiana jest jako fizyko-chemiczna teoria adhezji. Fizyko-chemiczna teoria adhezji wskazywana jest jako ta, która w sposób najpełniejszy opisuje zjawisko adhezji. Inne popularne teorie adhezji często pomagają w wyjaśnieniu niektórych problemów, jednak koncentrują się raczej na wybranych

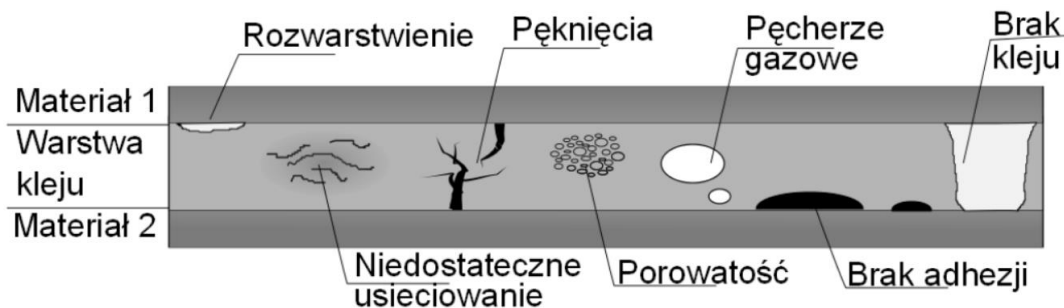
aspektach tego zjawiska, jak na przykład mechaniczna teoria adhezji, w której przyjmuje się, że adhezja między dwiema powierzchniami wynika z mechanicznego zakotwiczenia jednego materiału w nierównościach powierzchniowych drugiego materiału, co dodatkowo zwiększa siłę adhezji między tymi powierzchniami. Takie podejście często skutkuje formułowaniem sprzecznych wniosków, stąd też teorie te nie mogą mieć charakteru uniwersalnego [122].

2.4. Kohezja

W połączeniach klejowych równie decydującym o wytrzymałości połączenia jest kohezja. Kohezja określana również mianem spójności wewnętrznej, jest miarą wytrzymałości mechanicznej spoiny klejowej – odporności na rozdzielanie. Za kohezję kleju odpowiada wzajemne przyciąganie się cząsteczek spoiwa wskutek oddziaływań międzycząsteczkowych. Największą kohezją charakteryzują się ciała stałe, mniejszą można obserwować w cieczach, natomiast nie występuje ona w gazowym stanie skupienia. Jednym ze skutków występowania sił kohezji jest napięcie powierzchniowe [119]. Na siły kohezji może wpływać wiele czynników, np. znajdujące się w materiale mikrodefekty czy temperatura. Na kohezję mają też wpływ siły dyspersyjne, a ich wartość jest uzależniona od długości łańcucha makrocząsteczki tzn. od ciężaru cząsteczkowego. Zwiększanie sił kohezji następuje wraz ze wzrostem liczby wiązań polarnych.

2.5. Wady w połączeniach klejowych

Pomimo wielu zalet połączeń klejowych, w procesie klejenia mogą wystąpić czynniki, które w efekcie mogą skutkować powstawaniem defektów i negatywnie wpływać na proces tworzenia spoiny klejowej, co może zmniejszyć wytrzymałość oraz szczelność połączenia. Należy wymienić dwie główne grupy czynników: technologiczne, które powstają w wyniku wystąpienia błędów produkcyjnych oraz eksploatacyjne, które występują w trakcie użytkowania. Błędy technologiczne to m in.: nieodpowiednie przygotowanie powierzchni elementów do klejenia, nierównomiernie nałożona warstwa kleju lub jego nieodpowiednie utwardzenie na skutek nieprawidłowych parametrów procesu. Czynniki eksploatacyjne są związane z czasem eksploatacji połączenia, podczas którego zachodzi proces starzenia połączenia klejowego ekspozowanego na negatywne oddziaływania substancji chemicznych, wilgoci, zbyt wysokiej temperatury czy też długotrwałych obciążeń [83,99].



Rys. 2.5. Defekty występujące w połączeniach klejowych [83]

Defekty, które mogą występować w połączeniu klejowym, przedstawiono schematycznie na rysunku 2.5. Defekty te scharakteryzowano poniżej:

- rozwarstwienie – polega na utracie spójności elementów połączenia klejowego. Do takiego uszkodzenia najczęściej dochodzi w wyniku niesprzyjających oddziaływań temperaturowych i mechanicznych na połączenie, szczególnie gdy łączone powierzchnie nie zostały właściwie oczyszczone oraz w przypadku stosowania nadmiernie rozcieńczonych klejów. Takie defekty na ogół tworzą się w trakcie eksploatacji połączenia;
- pęknięcia – zwykle powstają jako skutek ekspozycji połączenia na działanie obciążeń uderowych lub w wyniku długotrwałego oddziaływania obciążeń zmęczeniowych. W efekcie może dojść do utraty spójności spoiny. Charakter pęknięć uzależniony jest od kierunku i rodzaju oddziaływania mechanicznego. Na ogół do pęknięcia dochodzi wskutek niewłaściwej eksploatacji połączenia lub w miejscach występowania innych wad zaburzających integralność strukturalną połączenia klejowego;
- częściowe usieciowanie – występuje w wyniku niedokładnego wymieszania składników kleju, co doprowadza do niedostatecznego usieciowania polimeru, czego skutkiem są niejednorodności w objętości spoiny klejowej, a przez to jej lokalny spadek właściwości mechanicznych;
- porowatość – na etapie przygotowania kompozycji klejowej, w istotnym procesie przygotowania kleju poprzez mieszanie, na skutek spienienia kleju, może dojść do uwięzienia w nim niewielkich pęcherzyków powietrza, które po utwardzeniu spoiny powodują pogorszenie właściwości wytrzymałościowych połączenia;

- pęcherze gazowe – podobnie jak w przypadku porowatości, na skutek zaniedbań podczas przygotowaniu kompozycji klejowej, może dojść do uwieżenia w nim dużej ilości powietrza co jest niepożądane, z uwagi na fakt, że w miejscu występowania pęcherzy, połączenie klejowe nie może przenieść żadnych oddziałujących na nie obciążeń;
- brak adhezji tzw. „kissing bond” – z powodu niedokładnego oczyszczenia powierzchni przygotowywanych do klejenia, mogą pozostać na nich cząsteczki tłuszczu, substancji organicznych, tlenków lub innych cieczy z wcześniejszych procesów. Zanieczyszczenia nie łączą się z klejem, natomiast zapewniają ciągłość strukturalną na skutek działania sił przypowierzchniowych.
- brak lub niewystarczająca ilość kleju – często występującym błędem podczas wykonywania połączeń klejowych jest niewłaściwa aplikacja kleju tj. nierównomierność w nakładanej warstwie kleju lub braki w jej ciągłości, co zmniejsza całkowitą, właściwą powierzchnię przenoszenia obciążeń, a także zwiększa wrażliwość połączenia na uszkodzenie [83].

Przedstawione powyżej defekty, a szczególnie: pęcherze gazowe, porowatości, częściowe usieciowienie, rzadzizny, pęknięcia, które mogą występować w spoinach klejowych, z oczywistych przyczyn będą pojawiać się statystycznie w większej ilości w spoinach o większej objętości. Oznacza to, że spoiny o większej grubości mogą posiadać więcej defektów. Potwierdzenia tego stwierdzenia można doszukiwać się w wynikach badań doświadczalnych wytrzymałości połączeń klejowych w zależności od grubości warstwy kleju. W badaniach tych wytrzymałość połączenia rośnie wraz ze zmniejszaniem się grubości spoiny klejowej. Należy jednak rozważyć czy w przypadku cienkich spoin, zwiększona wytrzymałość połączenia jest związana wyłącznie z występowaniem mniejszej ilości defektów w spoinie, czy może być to związane z tzw. umocnieniem spoiny, skutkującym m in. zmianami we właściwościach materiału kleju w spoinie. W rozpatrywanych cienkich spoinach klejowych, tym bardziej jeśli dochodzi w nich do zjawisk umocnienia materiału, może dochodzić do koncentracji naprężeń w bardzo cienkich warstwach spoin o zmienionych właściwościach materiałowych. Nie można także pomijać wpływu adhezji mechanicznej na wytrzymałość połączenia.

2.6. Połączenia klejowe w modelowaniu numerycznym

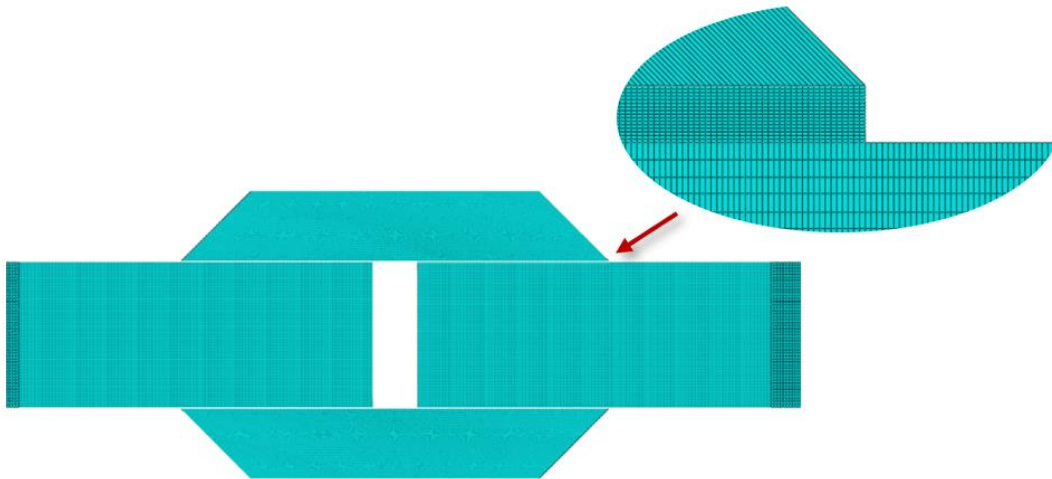
Połączenia adhezyjne można interpretować jako złożone struktury kompozytowe, których co najmniej jeden ze składników, a mianowicie klej, najczęściej sam jest materiałem kompozytowym ze względu na obecność faz wtórnych, takich jak między innymi wypełniacze. Spoina klejowa charakteryzuje się złożonym stanem naprężenia, często spowodowanym punktami koncentracji naprężeń oraz osobliwościami w przyściennej warstwie kleju. W związku z tym dokładna analiza i modelowanie materiałów i połączeń adhezyjnych może również wymagać zastosowania metod odpowiednich dla materiałów kompozytowych i mechaniki kompozytów. Włączenie w rozważania regionu międzyfazowego sprawia, że należy ten region rozpatrywać jako odrębny ośrodek. Obecność nieciągłości geometrycznych powoduje koncentrację naprężeń i być może osobliwości, co dodatkowo komplikuje problematykę modelowania połączeń klejowych. Ten problem można jednak przynajmniej złagodzić częściowo poprzez dokonanie odpowiednich zmian w geometrii połączenia klejowego. Ponadto, ponieważ większość materiałów adhezyjnych jest oparta na polimerach, ich naturalne zachowanie lepkosprężyste zwykle służy zmniejszeniu miejscowych koncentracji naprężeń. W przypadkach materiałów kruchych lub takich, w których występują wady materiału, takie jak pęknięcia czy rzadzizny, wymagane jest zastosowanie metod mechaniki pęknięcia. Natomiast w sytuacji, gdy rozpatrywane są materiały ciągłe podejście mechaniki uszkodzeń jest uważane za właściwe [53,69,88,125].

Oczywiście laborant lub technik zajmując się aplikacją klejów powinien mieć na uwadze wyżej wymienione kwestie, a także wgląd w typowe rozkłady naprężeń w połączeniach klejowych. Rozkłady naprężeń są istotne również z punktu widzenia przyczepności mechanicznej, ponieważ zależą od topografii powierzchni, którą można uznać za zbiór wielu form geometrycznych. Pełne podejście do modelowania klejów i połączeń klejowych musi zatem obejmować rozważania dotyczące: teorii deformacji, lepkosprężystości, osobliwości, kleju jako materiału kompozytowego, połączenia klejonego jako kompozyt – koncepcji „interfazowych”, modele uszkodzeń oraz wpływ warunków utwardzania i sezonowania na zachowanie połączenia adhezyjnego. Poniżej krótko przedstawiono podstawowe metody podejścia do modelowania połączeń klejowych [87,88,91,131].

2.6.1. Modelowanie podstawowe

W podstawowym podejściu do modelowania wykorzystuje się dyskretyzację konstrukcji na różne subdomeny, nazywane elementami, które połączone są w węzłach. Każdy węzeł ma ograniczoną liczbę stopni swobody (DOF). Stąd ośrodek jest reprezentowany przez skończoną liczbę stopni swobody, określoną przez liczbę elementów, liczbę węzłów na element oraz liczbę stopni swobody w każdym z węzłów. Łącząc elementy za pomocą węzłów, wielkość pól może być interpolowana na całej konstrukcji.

Metoda elementów skończonych pozwala na badanie dowolnego typu geometrii, tzn. może uwzględniać zmiany kształtu spoin i połączenia klejowego, co jest bardzo trudne lub niemożliwe w przypadku analiz zamkniętych. Inną ważną zaletą tej metody jest to, że umożliwia ona obliczenie wszystkich składowych naprężeń i odkształceń w strukturze, co pozwala na obarczone mniejszym błędem przewidywanie wytrzymałości. Jednakże, na ogół symulacje MES (np. badanie parametru geometrycznego, takiego jak grubość kleju, g_k) są trudniejsze niż w przypadku modeli o zamkniętej formie, ponieważ zazwyczaj wymagają tworzenia nowego modelu dla każdej nowej konfiguracji. Komercyjne programy MES pozwalają na łatwe uwzględnienie geometrycznych nieliniowości, takie jak te występujące w pojedynczym połączeniu zakładkowym. Istnieje również wiele różnych modeli materiałowych od liniowo sprężystych do lepkoplastycznych. Aby określić początkowe ugięcie i późniejsze odkształcenie plastyczne w połączeniu klejowym, należy uwzględnić model ugięcia dla kleju. Dla podłoży metalowych można zastosować kryterium plastyczności von Misesa. W przypadku spoiw kompozytowych rzadko występuje zjawisko plastyczności i zamiast niego stosuje się kryteria zniszczenia. Jak przedstawiono na rysunku 2.6, model 3D rozpatrywanej części jest dzielony na elementy skończone łącznie tworzące siatkę mesh.

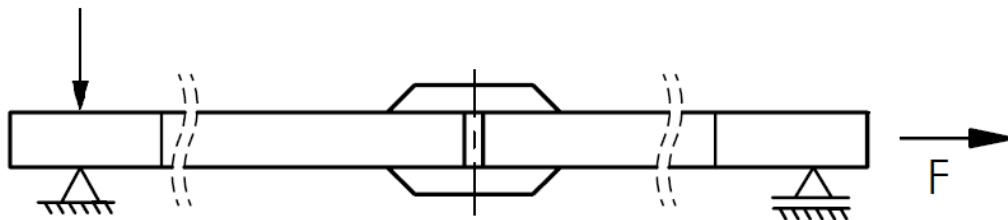


Rys. 2.6. Dwuwymiarowy model połączenia klejowego dwunakładkowego

Naprężenia, których najwyższe wartości przewidywane są w pewnych charakterystycznych miejscach, np. na brzegach spoiny klejowej (koniec zakładki), wymagają tam drobnej (zagęszczonej) siatki, aby zaobserwować miejscowe gradienty naprężeń. W szczególnym przypadku osobliwości naprężenia, zagęszczenie siatki może prowadzić do problemów ze zbieżnością, ponieważ naprężenie dąży do nieskończoności w miarę stosowania coraz drobniejszych elementów. W takich przypadkach zalecane są analizy elastoplastyczne lub koncepcje mechaniki pękania. Geometrię należy modelować z precyzją przy jednoczesnym zastosowaniu symetrii, która pozwala na zredukowanie rozmiaru modelu oraz koniecznej mocy obliczeniowej a warunki brzegowe powinny jak najdokładniej symulować rzeczywistość. Najczęściej przyjmowane warunki brzegowe dla pojedynczych połączeń dwunakładkowych są przedstawione na rysunku 2.7, które odzwierciedlają sposób uchwycenia i obciążenia próbki w maszynie wytrzymałościowej. W przypadku rozważania połączeń dwunakładkowych, do analizy numerycznej można przyjąć połowę połączenia ze względu na symetrię połączenia i obciążenia.

Przygotowując siatkę dla połączenia klejowego należy wziąć pod uwagę różne czynniki, takie jak gęstość siatki i rodzaj elementu. Wybór elementów skończonych, np. elementy proste lub elementy bryłowe typu solid, ma istotny wpływ na końcowe wyniki. Elementy bryłowe typu solid (ośrodki ciągłe) są najbardziej odpowiednie do analiz liniowych, a także do złożonych problemów nieliniowych, w których występują znaczne odkształcenia plastyczne i duże deformacje. Połączenie klejowe może być

modelowane w dwóch wymiarach 2D, którego fragment przedstawiono lub jako reprezentacja trójwymiarowa 3D. Elementy typu solid 2D są odpowiednie do analiz płaskiego stanu naprężenia, płaskiego stanu odkształcenia i uogólnionego płaskiego stanu odkształcenia. Elementy płaskiego stanu naprężenia stosuje się, gdy jeden z wymiarów elementów jest znacznie mniejszy w porównaniu do pozostałych. Taki przypadek można obserwować w przypadku połączeń blach, gdzie odkształcenia w kierunku ich grubości są przyjmowane za zerowe. Elementy płaskiego stanu odkształcenia są stosowane, gdy szerokość jest znacznie większa od grubości. Ma to miejsce w przypadku pojedynczego połączenia zakładkowego, gdzie naprężenia w kierunku szerokości są uważane za zerowe. W przypadku elementów uogólnionego płaskiego stanu odkształcenia przyjmuje się, że występują dwie sztywne, równoległe względem siebie płaszczyzny, które mogą się tylko oddalać lub zbliżać do siebie, co pozwala uwzględnić odkształcenia poprzeczne. Elementy typu solid 3D (ośrodki ciągłe) pozwalają na ograniczenie przybliżenia wprowadzonego przez warunki płaskiego stanu naprężenia lub płaskiego stanu odkształcenia. Pomimo, że analiza 3D pozwala na otrzymywanie dokładniejszych wyników niż analiza 2D, czas i wysiłek związany z prowadzeniem analizy 3D często jest nieuzasadniony.



Rys. 2.7. Warunki brzegowe dla połączenia dwunakładkowego

W połączeniach klejonych często preferowana jest analiza 2D w warunkach odkształcenia płaskiego. Pomimo efektów 3D, takich jak odkształcenie boczne [4] i zginanie antyklastyczne [40,60], różne badania wykazały, że analizy 2D dają wystarczająco dokładne wyniki [5,30]. Zmniejszenie rozmiaru elementów powoduje wzrost poziomu naprężeń i odkształceń aż do punktu, w którym praktycznie nie ma zmian, w którym osiąga się siatkę zbieżną. W przypadku, gdy model zawiera osobliwość, co jest częste w połączeniach klejowych, nie ma zbieżności, a wartości dążą do nieskończoności w miarę udoskonalania siatki. Konieczne jest sprawdzenie, czy przyłożone obciążenie i warunki brzegowe skutkują otrzymaniem logicznie

zdeformowanego kształtu oraz należy sprawdzić ciągłość konturów naprężeń, aby zminimalizować wszelkie nieciągłości. W obszarach, gdzie naprężenia są względnie równomierne, można zastosować „grubszą” siatkę w celu zmniejszenia czasu obliczeń. Siatka jest zwykle zagęszczona na końcach zakładki, gdzie występują koncentracje naprężeń ze względu na nagłą zmianę geometrii. Należy także podkreślić, że w modelowaniu MES połączeń klejowych granica faz pomiędzy klejem i podłożem jest płaszczyzną lub powierzchnią „gładką”.

2.6.2. Elementy mechaniki ośrodków ciągłych

W kontekście mechaniki ośrodków ciągłych, maksymalne wartości naprężenia, odkształcenia lub energii odkształcenia, przewidywane przez analizy metodą elementów skończonych, są zwykle wykorzystywane w kryterium zniszczenia i porównywane z odpowiednimi dopuszczalnymi właściwościami materiałowymi. Początkowo kryterium maksymalnych naprężeń głównych było proponowane dla bardzo kruchych materiałów, których zniszczenie następuje prostopadle do kierunku maksymalnego naprężenia głównego. Kryterium to nie uwzględnia innych naprężeń głównych, nawet jeśli nie są one zerowe. Ustalając warunki zniszczenia w połączeniach nakładkowych łączonych klejami kruchymi, Adams i in. [117] z powodzeniem stosowali to kryterium do przewidywania wytrzymałości połączenia klejowego. Jednakże, z powodu osobliwości naprężeń w narożach połączeń, naprężenia są uzależnione od rozmiaru użytej siatki i tego, w jak bliskiej odległości od punktów osobliwych rozpatruje się wartości naprężenia. W rzeczywistości stosowano wartości naprężeń obliczone w punktach Gaussa w pobliżu osobliwości lub ekstrapolację wartości punktów Gaussa do osobliwości. Dlatego należy zachować ostrożność przy stosowaniu tego kryterium. Pomimo faktu, że kryterium jest wrażliwe na wielkość użytego elementu skończonego, to możliwość obserwacji faktycznego procesu zniszczenia może być bardzo wnikliwa, ponieważ maksymalne naprężenie główne zwykle powoduje zniszczenie połączeń łączonych klejami kruchymi. Należy jednak uwzględnić, że w praktyce naroża spoin nie są zwykle ostre. Na ogół występuje niewielkie zaokrąglenie na końcu zakładki – wypływka, wynikająca z procesu produkcyjnego. Może to wpływać na rozkład naprężeń w rejonie końca zakładki, a tym samym na wytrzymałość połączenia, ponieważ wartość naprężeń w tym obszarze jest bardzo wrażliwa na zmianę geometrii. Jedną z konsekwencji wprowadzenia w modelu

wyływki, jest pozbycie się osobliwości, co ułatwia zastosowanie kryterium granicznego naprężenia lub odkształcenia.

Adams i Harris (1987) [3] teoretycznie i doświadczalnie wykazali, że wytrzymałość pojedynczych połączeń zakładkowych z wyływką z klejem „szywnym” znacznie wzrasta w porównaniu z połączeniami z usuniętą wyływką. Von Mises zaproponował kryterium plastyczności, które mówi, że materiał poddaje się działaniu wieloosiowych naprężeń, gdy jego energia odkształcenia osiągnie wartość krytyczną, czyli (2.3):

$$\sigma_{VM}^2 = (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 = const. \quad (2.3)$$

gdzie: σ_i ($i = 1, 2, 3$) są naprężeniami głównymi

Należy zauważyć, że kryterium to ma większe zastosowanie w przypadku rozważania plastyczności materiału niż jego wytrzymałości. Maksymalne naprężenie ścinające jest często stosowane do przewidywania wytrzymałości połączeń zakładkowych, szczególnie w analizach o zamkniętej formie, w których uwzględniono maksymalne naprężenia ścinające równe wytrzymałości na ścinanie kleju. Autorzy w badaniach literaturowych wykorzystywali również maksymalne naprężenie ścinające obliczone za pomocą analizy Golanda i Reissnera [59], aby przewidzieć wytrzymałość połączenia. Inni badacze wykorzystywali naprężenia ścinające wraz z krytyczną odległością zakładki do przewidywania wytrzymałości połączeń dwuzakładkowych [107]. W przypadku gdy w połączeniach wykorzystywane są kleje plastyczne, kryteria oparte na naprężeniach nie są odpowiednie, ponieważ połączenia klejowe mogą nadal wytrzymać duże obciążenia nawet po odkształceniu plastycznym kleju. Dla klejów plastycznych, wykorzystuje się maksymalne odkształcenie główne jako kryterium zniszczenia do przewidywania wytrzymałości połączenia [64]. Kryterium to może również przewidzieć rodzaj zniszczenia. Jednak tak jak kryteria wymienione powyżej jest ono wrażliwe na wielkość przyjętych elementów skończonych – MESH. W innych badaniach literaturowych autorzy zaproponowali, że maksymalne odkształcenie przy ścinaniu może być wykorzystane jako kryterium zniszczenia w sytuacji, gdy widoczne jest odkształcenie plastyczne [65]. Inne analizy wykraczają poza analizę Hart-Smitha, która dopuszcza zarówno wkład ścinania, jak i odrywania do plastyczności, np. analiza Adamsa i Mallicka [2]. Wyniki badań literaturowych, pozwalają na sformułowanie wniosków, że

dla pojedynczych połączeń zakładkowych, kryterium maksymalnego odkształcenia przy ścinaniu jest bardzo dokładne dla klejów plastycznych [15].

Energia odkształcenia to obszar pod krzywą naprężenie-odkształcenie (σ - ϵ). Zatem zarówno kryteria naprężenia, jak i odkształcenia mogą być związane z energią odkształcenia. Należy jednak zauważyć, że kryteria oparte na energii odkształcenia uwzględniają wszystkie składowe naprężenia i odkształcenia. W rezultacie są one bardziej odpowiednie jako kryterium zniszczenia niż same naprężenia lub odkształcenia. Gęstość energii plastycznej również jest stosowana w badaniach jako kryterium uszkodzenia [3]. Gęstość energii plastycznej jest podobna do kryterium całkowitej energii odkształcenia, jednak bierze pod uwagę tylko plastyczną część odkształcenia. W badaniach literaturowych autorzy zastosowali kryterium, zgodnie z którym, jeśli średnia gęstość energii plastycznej na pewnym odcinku w obrębie pojedynczego połączenia zakładkowego osiągnęła wartość krytyczną, wówczas uznano, że połączenie uległo zniszczeniu [143].

Powszechnie wiadomo, że dokładność metody elementów skończonych osiąga wyższą wiarygodność, gdy interpretuje się ją poprzez wartości średnie, a nie jednostkowe pomiary punktowe. Zazwyczaj, dla uproszczenia obliczeń numerycznych, region całkowania wybiera się jako obszar obejmujący cały element. W badaniach Zhao [143] do całkowania użyto wartości g_k , co pozwoliło na uzyskanie prognoz, które znakomicie korelowały z wynikami doświadczalnymi dla klejów plastycznych. W analizie połączeń zakładkowych Crocombe [17] stwierdził, że dla klejów bardzo plastycznych, zakładka ulega zniszczeniu przed zniszczeniem spoiny klejowej. W rezultacie zaproponowano wówczas nowe kryterium zniszczenia oparte na plastyczności kleju wzdłuż długości zakładki. Według tego kryterium połączenie uznaje się za zniszczone, gdy na podstawie analizy krzywej plastyczności zakładki pod danym obciążeniem stwierdzi się nieodwracalne uszkodzenia. Jest to szczególnie przydatne w przypadku stosowania bardzo plastycznych klejów, które nie są w stanie przenieść większego obciążenia po przekroczeniu pewnego progu deformacji (ponad 20% odkształcenia niszczącego przy ścinaniu) [15,40,91]. Ponadto, kryterium to jest stosowane tylko w połączeniach zakładkowych. Niestety, w pewnych warunkach geometrycznych połączenie ma tendencję do zniszczenia zanim spoina klejowa ulegnie zniszczeniu. Należy zauważyć, że wszystkie powyższe kryteria mają zastosowanie wyłącznie do spoin

o charakterze ciągłym. Kryteria te stają się problematyczne w przypadku wystąpienia wad lub obecności więcej niż jednego materiału, ponieważ naprężenia i odkształcenia nie są dobrze zdefiniowane w pojedynczych punktach charakterystycznych.

2.6.3. Elementy mechaniki pękania w analizie połączeń klejowych

W mechanice pękania przyjęte jest założenie, że w materiale istnieją niedoskonałości w postaci szczelin. Wraz ze zwiększaniem obciążenia szczeliny te powiększają się doprowadzając do zniszczenia (dekohezji) materiału. W rozważaniach mechaniki pękania konieczne jest ustalenie jakie jest największe obciążenie materiału, w którym istnieją szczeliny o znanym rozmiarze, bądź jakie są największe szczeliny, które przy zadanym obciążeniu nie doprowadzą do dekompozycji materiału. Mechanika ośrodków ciągłych zakłada, że rozpatrywane ciała i tworzywo, z którego są zbudowane są ciągłe. W mechanice ośrodków ciągłych, często występują problemy z otrzymaniem poprawnych rozwiązań w punktach charakterystycznych co skutkuje osobliwościami naprężeń lub odkształceń. Pęknięcia są najczęstszymi defektami w konstrukcjach, dla których stosuje się elementy mechaniki pękania. W mechanice pękania przyjmuje się, że naprężenia obliczone za pomocą mechaniki ośrodków ciągłych są osobliwe (nieskończone) na końcu pęknięcia.

Na przestrzeni lat mechanika pękania była z powodzeniem stosowana do rozwiązywania wielu problemów inżynierskich. Koncepcja projektowania odporności na uszkodzenia, pierwotnie przyjęta w przemyśle lotniczym, została oparta głównie na dobrze ugruntowanej koncepcji LEFM (Linear Elastic Fracture Mechanics) stopniowo zyskała popularność w innych dziedzinach inżynierii. Wiele badań dotyczących połączeń klejowych wykorzystuje współczynnik uwalniania energii odkształcenia G , oraz odpowiednią wartość krytyczną lub odporność na pęknięcie, G_c [31,54,123] zamiast współczynników intensywności naprężeń, ponieważ nie są one łatwe do określenia, gdy pęknięcie rośnie lub znajduje się w pobliżu obszaru podziału faz. Jednakże pęknięcie połączeń klejowych z natury rzeczy odbywa się w trybie mieszanym z powodu zróżnicowanych właściwości różnych materiałów i złożonego stanu naprężeń. Kryteria zniszczenia dla pęknięć w trybie mieszanym mogą być opracowane w sposób analogiczny do klasycznych kryteriów zniszczenia, chociaż należy wprowadzić pojęcie powierzchni (lub objętości) pęknięcia. Do dopasowania wyników eksperymentalnych

zaproponowano różne matematyczne funkcje powierzchniowe, takie jak kryterium 3D (2.4) [70]:

$$\left(\frac{G_n}{G_n^c}\right)^\alpha + \left(\frac{G_s}{G_s^c}\right)^\beta + \left(\frac{G_t}{G_t^c}\right)^\gamma = 1 \quad (2.4)$$

gdzie: G_n , G_s i G_t są wartościami G przy czystym rozciąganiu, ścinaniu i rozdieraniu odpowiednio, a G_n^c , G_s^c i G_t^c to odpowiednie wartości G^c .

Bardzo często stosuje się liniowe kryterium energetyczne ($\alpha = \beta = \gamma = 1$) oraz kwadratowe ($\alpha = \beta = \gamma = 2$). Parametry powinny być dobrane tak, aby najlepiej pasowały do danych eksperymentalnych lub mogą być sformułowane na podstawie znanych zależności. Zaproponowano również alternatywne formy kryteriów obwiedni pęknięcia [29,46,79]. We wszystkich przypadkach, poprzez uwzględnienie dodatkowych stałych, można sprawić, że powierzchnia zniszczenia będzie bardzo ściśle odpowiadać wynikom doświadczalnym. W badaniach literaturowych testowano również zastosowanie uogólnionego współczynnika intensywności naprężeń, analogicznego do współczynnika intensywności naprężeń w klasycznej mechanice pęknięcia, do przewidywania inicjacji pęknięć dla połączeń klejowych w narożach interfejsu [139]. Podejścia te sprawdzają się w przypadku połączeń, które zostały wykorzystane do określenia współczynnika intensywności naprężeń krytycznych, ale ich zastosowanie jest wątpliwe w przypadku ekstrapolacji na inne rodzaje geometrii. Mechanika pęknięcia może być zatem wykorzystana do przewidywania wytrzymałości połączenia lub wytrzymałości resztkowej, jeśli istnieje znany punkt inicjacji pęknięcia lub znana osobliwość [39,131]. Gdy materiały odkształcają się plastycznie, koncepcje LEFM muszą być rozszerzone na elastoplastyczną mechanikę pęknięcia. Metoda całki J jest odpowiednia do rozwiązywania takich problemów [93,116].

Metoda całki J została wykorzystana przez wielu badaczy do przewidywania wytrzymałości połączeń klejowych [16,32,53,54,126]. Niemniej jednak, dla klejów plastycznych wartość G_c jest zależna od geometrii połączenia [69,77].

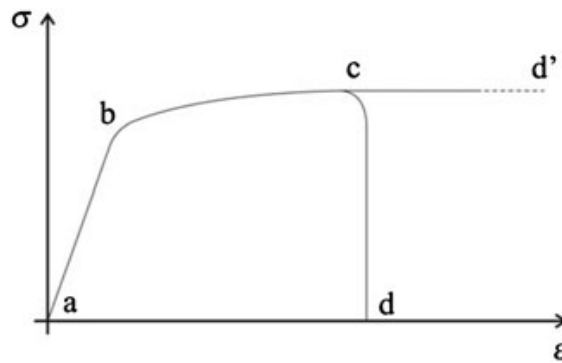
Zastosowanie mechaniki pęknięcia w modelowaniu zniszczenia klejów ciągłych sprawia, że proces jest dość skomplikowany, z uwagi na konieczność zachowania pewnego porządku postępowania. Na początku należy określić, kiedy i gdzie inicjowane jest pęknięcie o określonej wielkości. Następnie, pęknięcie to musi się stabilnie

rozchodzić w materiale i zostać zatrzymane, aby w następnym kroku nowe pęknięcie w innym miejscu mogło być zainicjowane i stało się niestabilne, powodując katastroficzne zniszczenie. Symulowanie takiego procesu jest bardzo problematyczne, ponieważ określenie rozmiarów i położenia pęknięć jest często niemożliwe. Ponadto, symulacja wymaga dużej mocy obliczeniowej, co podyktowane jest koniecznością stosowania bardzo drobnej siatki elementów skończonych, a przesunięcia i przebudowywanie siatki związane z propagacją pęknięcia są bardzo trudne do opracowania. Warto podkreślić, że klasyczne podejście do mechaniki pęknięcia zakłada analizę materiału jako jednorodnego i ciągłego. W tej metodzie zakłada się, że defekty, takie jak pęknięcia, osiągają wymiary na tyle duże, że można je modelować za pomocą mechaniki kontynualnej. Podejście to nie uwzględnia procesów mikropęknięcia, które zachodzą na poziomie atomowym czy molekularnym, takich jak tworzenie się pojedynczych wakansji. W rzeczywistości, aby dokładnie modelować inicjację i propagację pęknięć w klejach ciągliwych, należy wziąć pod uwagę zarówno mikroskalę jak również makroskalę. Mikroskopowe procesy, które prowadzą do powstawania pęknięć, mogą znacząco wpływać na makroskopowe właściwości mechaniczne materiału. Jednakże, modelowanie takich procesów jest niezwykle złożone i wymaga ogromnych zasobów obliczeniowych, jak również bardzo dokładnych danych dotyczących struktury materiału na poziomie cząsteczkowym. Dlatego też, w praktycznych zastosowaniach, często przyjmuje się uproszczenia, traktując materiał jako jednorodne continuum, co pozwala na stosowanie mechaniki pęknięcia w bardziej przewidywalny i wymagający ograniczonych mocy obliczeniowych sposób [13,18].

2.6.4. Elementy mechaniki uszkodzeń w badaniach połączeń klejowych

W celu efektywnego modelowania rozwoju uszkodzeń w materiale lub połączeniu wymagane są zaawansowane techniki modelowania, które obejmują dokładne przewidywanie uszkodzeń, przekraczające wspomniane ograniczenia związane z podejściem mechaniki ośrodków ciągłych i mechaniki pęknięcia [88]. Uszkodzenia strukturalne podczas obciążenia mogą występować w postaci mikropęknięć w skończonej objętości lub w obszarze międzyfazowym pomiędzy połączonymi elementami, co powoduje, że możliwość przenoszenia obciążeń jest lokalnie zmniejszona, a globalnie skutkuje spadkiem przyłożonego obciążenia dla danej wartości δ przyłożonej do rozpatrywanego połączenia. Rysunek 2.8 przedstawia typowy jednoosiowy wykres

$\sigma - \varepsilon$, aż do zniszczenia dla materiału plastycznego. Model MES zbudowany wyłącznie z elementów ciągłych (solid) zawierających sprężyste i plastyczne zachowania konstytutywne każdego z materiałów często błędnie podaje jako wynik modelowania krzywą $abcd'$ z powodu uogólnionego uplastycznienia bez ewolucji uszkodzenia, podczas gdy model oparty na uszkodzeniu i zniszczeniu może w rzeczywistości dostarczyć prawdziwą krzywą $abcd$, pozwalając na wzrost uszkodzenia poprzez symulację degradacji sztywności materiału pomiędzy punktem c (początek uszkodzenia) a punktem d (całkowite zniszczenie). Mechanika uszkodzeń pozwala na symulację stopniowych uszkodzeń i pęknięć na wcześniej zdefiniowanej ścieżce pęknięcia lub arbitralnie w skończonym regionie aż do całkowitego zniszczenia konstrukcji [43,49].



Rys. 2.8. Charakterystyka σ - ε dla przykładowego materiału plastycznego

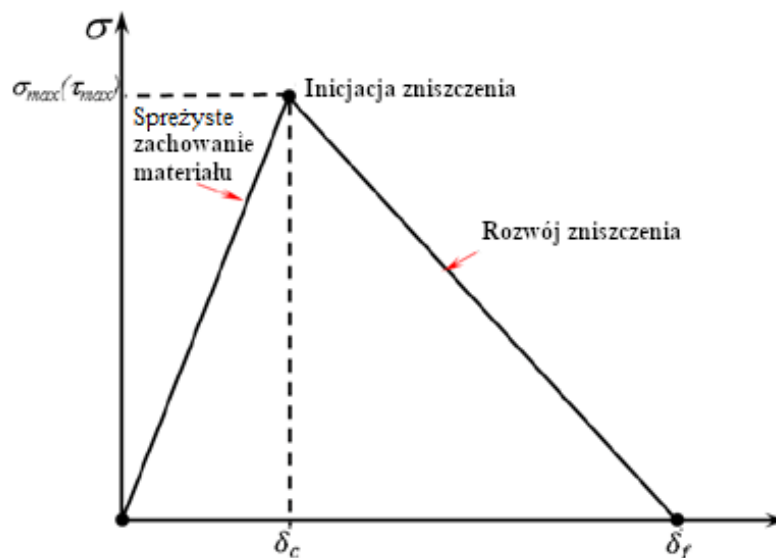
Dostępne techniki modelowania uszkodzeń można podzielić na metody lokalne i ośrodków ciągłych. W metodzie lokalnej uszkodzenie jest ograniczone do linii zerowej objętości lub powierzchni, co pozwala na symulację uszkodzenia międzyfazowego pomiędzy materiałami, np. pomiędzy spoiwem klejowym a podłożem [141], degradacji mechanicznej kompozytów [94,132]. W mechanice ośrodków ciągłych, uszkodzenie jest modelowane w skończonym regionie, w obrębie elementów skończonych konstrukcji, aby symulować uszkodzenie objętościowe [125] lub wzdłuż połączenia klejowego, aby modelować kohezyjne pęknięcie połączenia klejowego [73]. Zastosowanie modeli strefy kohezyjnej (CZM) w połączeniu z konwencjonalnymi analizami MES jest najbardziej rozpowszechnioną metodą przewidywania uszkodzeń statycznych lub zmęczeniowych w analizowanych konstrukcjach [24,26,28,51,133,134,137,140,142].

2.6.5. Modelowanie strefy kohezyjnej

Mimo, że analizy za pośrednictwem MES charakteryzują się zwykle wysoką dokładnością prognozy, mają jednak kilka ograniczeń: przewidywane naprężenia/odkształcenia zależą od wielkości siatki w regionach krytycznych, jednocześnie kryteria pęknięcia, takie jak Virtual Crack Closure Technique (VCCT) są ograniczone do Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) i wymagają inicjacji początkowego pęknięcia. CZM – Cohesive Zone Modeling jest używane do przewidywania wytrzymałości połączeń klejowych jako dodatek do analiz MES, który pozwala na symulację wzrostu uszkodzeń w obszarach objętościowych materiałów ciągłych lub stref międzyfazowych [22]. W porównaniu z konwencjonalną metodą elementów skończonych uzyskuje się znacznie dokładniejsze prognozowanie, ponieważ można opracować różny przebieg prawa spójności, w zależności od charakteru symulowanego materiału lub strefy międzyfazowej. Biliniowe i trzyliniowe charakterystyki CZM są najczęściej stosowane do prognozy wytrzymałości typowych materiałów konstrukcyjnych.

W modelowaniu połączeń klejowych z wykorzystaniem strefy kohezyjnej (CZM) wykorzystywane jest następujące założenie: w miejscu inicjacji pęknięcia, po przekroczeniu obciążeń maksymalnych σ_{\max} , powstaje strefa nieodwracalnych deformacji nazwana strefą kohezyjną. W obszarze tej strefy zachodzą mikroprocesy zniszczenia materiału, skutkuje to stopniowym, miejscowym spadkiem spójności materiału. Jako przykład procesów zniszczenia zachodzących w spoinie klejowej można przytoczyć przerywanie oddziaływań międzycząsteczkowych, rozplątywanie oraz wrywanie łańcuchów polimerów i tworzenie się pustek w spoinie. Ten fizyczny proces degradacji materiału modeluje się za pomocą elementów kohezyjnych [47]. Model strefy kohezyjnej jest połączeniem mechaniki zniszczenia uwzględniającego kryteria inicjacji pęknięcia bazujące na składowych naprężeniach oraz energetycznym kryterium mechaniki pęknięcia. W przeciwieństwie do VCCT, nie ma konieczności określenia miejsca inicjacji uszkodzenia, aby przeprowadzić analizę metodą strefy kohezyjnej. W modelowaniu materiałów kompozytowych, model kohezyjny często stosowany jest do rozwiązywania zagadnień związanych z analizą delaminacji [63], w analizie uderzeń niskoenergetycznych [89,109] analizie rozprzestrzeniania delaminacji wywołanej ściskaniem po uderzeniu [130].

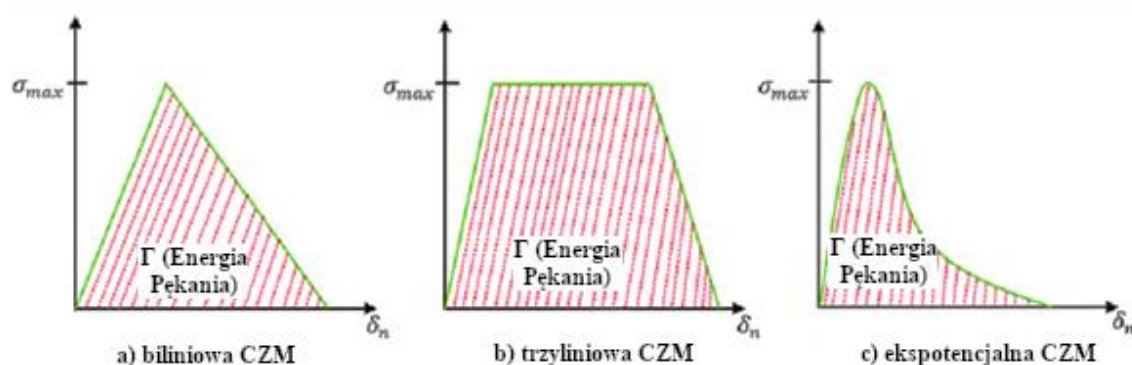
W celu zastosowania tej techniki modelowania, w przebiegu zniszczenia ustalana jest zależność pomiędzy siłą niszczącą i graniczną wartością separacji, wymagane jest określenie wartości szybkości uwalniania energii przy rozciąganiu i ścinaniu, odpowiednio: G_n i G_s , wzdłuż przebiegu zniszczenia oraz odpowiednie wartości krytyczne lub wytrzymałość (G_n^c i G_s^c). Równie istotna jest wytrzymałość kohezyjna na rozciąganie i ścinanie (odpowiednio t_n^0 i t_s^0). Wartości te odnoszą się do inicjacji uszkodzenia, tj. końca zachowania sprężystego i początku uszkodzenia. Obecnie istnieją różne techniki określania parametrów kohezji (G_n^c , G_s^c , t_n^0 i t_s^0), tj. metody identyfikacji właściwości, metoda bezpośrednia i metoda odwrotna. Metody te zwykle wymagają badań oddzierania z wykorzystaniem podwójnej próbki wspornikowej (Double-Cantilever Beam - DCB), oraz badań zginania trzypunktowego z karbem (End-Notched Flexure – ENF) lub próbek jedno-nakładkowych, których wyniki na ogół są dokładne [15,23,87]. Metoda bezpośrednia polega na określeniu każdego z parametrów spójności za pomocą odpowiednich badań, podczas gdy w metodzie odwrotnej parametry CZM są szacowane poprzez iteracyjne dopasowanie predykcji MES z danymi zmierzonymi doświadczalnie (zwykle z krzywą obciążenie-przemieszczenie) aż do osiągnięcia możliwie dokładnego odwzorowania. Obie te metody rozpoczynają się od założenia charakterystyki elementu kohezyjnego (CZM) symulującego określony materiał, który w przybliżeniu odwzorowuje go pod względem jego zachowania po odkształceniu elastycznym [101]. W metodzie bezpośredniej podaje się dokładną charakterystykę elementów kohezyjnych (CZM) dla konkretnego materiału lub interfejsu, ponieważ są one szacowane na podstawie danych doświadczalnych testów pęknięcia, takich jak DCB lub ENF [104]. Odbywa się to poprzez wyznaczenie G_n (rozciąganie) lub G_s (ściananie) w odniesieniu do względnego rozwarcia – przemieszczenia pęknięcia (δ_n dla rozciągania lub δ_s dla ścinania). Niemniej jednak, zwykle przekształca się uzyskaną charakterystykę w przybliżony kształt sparametryzowany w celu wprowadzenia do oprogramowania MES. Kształt charakterystyk CZM i odpowiednie parametry znacząco zmieniają się w zależności od grubości spoiny klejowej, od przybliżonej charakterystyki biliniowej dla małych grubości spoiny klejowej g_k do trzyliniowej charakterystyki dla większych grubości g_k . Rysunek 2.9 przedstawia przykładową charakterystykę elementu kohezyjnego z opisem istotnych elementów.



Rys. 2.9. Charakterystyka biliniowego elementu kohezyjnego

Zaleca się więc dostosowanie charakterystyk w modelu CZM w zależności od grubości spoin klejowych lub stref międzyfazowych, które są modelowane. Opracowane dotychczas charakterystyki elementów kohezyjnych obejmują: charakterystyki biliniowe, liniowo-paraboliczne, wielomianowe, wykładnicze i trzyliniowe [10,11,25]. Dlatego też CZM może być również stosowany w symulacji plastycznych warstw kleju, których zachowanie można aproksymować charakterystykami trzyliniowymi [101]. Chociaż zawsze zaleca się stosowanie najlepiej odwzorowanej charakterystyki CZM oraz przeprowadzenie dokładnego oszacowania parametrów, w nielicznych pracach wykazano akceptowalne przewidywania dla niewielkich odchyleń od optymalnych parametrów i charakterystyk CZM [88]. Z drugiej strony, wpływ charakterystyk CZM na przewidywanie wytrzymałości połączenia znacząco różni się w zależności od geometrii połączenia i zachowania materiałów po odkształceniu elastycznym. Zagadnienia te stały się istotnym tematem w badaniach eksperymentalnych oraz MES przedstawianych w literaturze, którego celem było porównanie wytrzymałości połączeń jedno-nakładkowych z różnymi klejami oraz wartościami grubości przyłączy g_p [110]. Dokładne charakterystyki elementów kohezyjnych uznano za podstawę dla przewidywania wytrzymałości i charakterystyki naprężenie-odkształcenie połączenia w przypadku stosowania sztywnych spoiw. W tych warunkach naprężenia oddzierające są minimalne, a ze względu na dużą sztywność wzdłużną, naprężenia ścinające rozkładają się bardziej równomiernie na długości spoiny.

Tym samym krzywa $P-\delta$ ma kształt bardzo zbliżony do wybranej charakterystyki elementów kohezyjnych. Niedopasowanie charakterystyk elementów kohezyjnych wzdłuż warstwy kleju, może skutkować występowaniem naprężeń, które są zawyżone w niektórych elementach i zaniżone w innych. Na rysunku 2.10. przedstawiono typowe charakterystyki elementów kohezyjnych (CZM).



Rys. 2.10. Typowe charakterystyki CZM a) biliniowa, b) trzyliniowa, c) eksponentyjna

W przypadku stosowania CZM do przewidywania wytrzymałości połączeń klejowych, charakterystyki trzyliniowe są zalecane dla klejów „elastycznych”, a jest to szczególnie krytyczne przy rozpatrywaniu sztywnych przyłączy, ze względu na brak różnic w odkształceniach w tych elementach wzdłuż zakładki [9]. Z kolei biliniowa charakterystyka CZM jest odpowiednia dla spoiw sztywnych, a także dla wewnętrznego pęknięcia kompozytowych przyłączy w konstrukcjach klejonych, ze względu na ich wewnętrzną kruchość [138]. W przypadku klejów wykazujących stosunkowo kruche zachowanie przy rozciąganiu, a jednocześnie wykazujących duże odkształcenia plastyczne przy ścinaniu, odpowiedni dobór parametrów CZM, a także minimalizacja obszaru stałego naprężenia (plastycznego płynięcia) w charakterystyce rozciągania skutkuje dobrym odwzorowaniem zachowania kleju. Zachowanie spoiny lub strefy międzyfazowej, które symulują charakterystykę CZM powinno być zawsze wiodącym czynnikiem decyzyjnym przy wyborze najbardziej odpowiedniego kształtu. W rzeczywistości charakterystyka CZM wpływa również na procedurę rozwiązywania iteracyjnego i czas potrzebny do osiągnięcia rozwiązania danego problemu inżynierskiego. Większe trudności ze zbieżnością w procedurze rozwiązywania iteracyjnego mają zwykle miejsce w przypadku trzyliniowych niż biliniowych charakterystyk CZM, ze względu na bardziej gwałtowną zmianę sztywności elementów

kohezyjnych podczas zmniejszania naprężenia. Właściwie dla stałej wartości właściwości materiałowych G_n^c i G_s^c , im większa jest długość krzywej naprężenia charakterystyki trzyliniowej, tym większe jest nachylenie krzywej powstawania uszkodzenia elementu kohezyjnego. Dodatkowo eksponentalne i trzyliniowe charakterystyki CZM są trudniejsze do sformułowania i implementacji w oprogramowaniu MES.

2.7. Zjawisko pozornego modułu Younga spoin klejowych

W literaturze można znaleźć wiele badań dedykowanych wyjaśnieniu krytycznych czynników wpływających na niezawodność i integralność połączeń klejowych. Sztywność łączonych materiałów jest bardzo ważnym czynnikiem wpływającym na wytrzymałość połączenia. Moduł Younga (E) – inaczej zwany modułem odkształcalności liniowej albo modułem sprężystości wzdłużnej, jest wielkością określającą sprężystość materiału przy rozciąganiu i ściskaniu. Moduł Younga, określa charakterystyczną dla danego materiału, zależność pomiędzy względnym odkształceniem liniowym ε materiału a naprężeniem σ , jakie w nim występuje w zakresie odkształceń sprężystych [102]. Moduł Younga wyrażony jest wzorem (2.5):

$$E = \sigma/\varepsilon \quad (2.5)$$

gdzie: E – moduł Younga, σ – naprężenie, ε – odkształcenie względne

Moduł Younga jest hipotetycznym naprężeniem, które powinno wystąpić przy dwukrotnym wydłużeniu próbki materiału, przy założeniu, że jej przekrój nie ulegnie zmianie (założenie to spełnione jest dla hipotetycznego materiału o współczynniku Poissona $\nu = 0$).

Jedną z popularnych metod wyznaczania modułu Younga materiałów, w rozpatrywanym przypadku – kleju, jest metoda osiowego rozciągania próbek odlewanych z tworzywa klejowego. Próbki są znormalizowane i mają kształt wioselka [114]. Odpowiednio przygotowaną próbkę umieszcza się w szczękach maszyny wytrzymałościowej. Aby uzyskać jak najdokładniejszą zależność σ - ε , należy stosować ekstensometr, którym mierzone jest wydłużenie próbki na przyjętym odcinku pomiarowym. Badanie skutkuje otrzymaniem charakterystyki σ - ε , na podstawie, której można wyznaczyć moduł Younga materiału kleju. Należy jednak podkreślić, że jest

to moduł Younga tworzywa klejowego i może się on różnić od modułu Younga w spoinie klejowej.

Kinloch [79] podaje definicję pozornego modułu Younga określanego jako współczynnik pomiędzy stosowanym naprężeniem ścinającym a odkształceniem na grubości spoiny klejowej, który jest większy od właściwego modułu Younga spoiny klejowej. Zwiększona wartość modułu Younga wynika z założenia, że materiał kleju w spoinie klejowej jest silnie związany z podłożem sztywnego materiału przyłącza. Jeśli przyjąć, że klej jest idealnie związany z podłożem, a podłoże jest idealnie sztywne, równocześnie odkształcenia promieniowe i obwodowe w spoinie są równe zero, wartość pozornego modułu Younga można wyrazić wzorem (2.6):

$$E'_k = \left[\frac{(1-\nu_k)}{(1+\nu_k)(1-2\nu_k)} \right] \cdot E_k \quad (2.6)$$

gdzie: E'_k – pozorny moduł Younga kleju, E_k – moduł Younga kleju, ν_k – współczynnik Poissona kleju.

Kleje konstrukcyjne osiągające wartość współczynnika Poissona 0,35 zgodnie z powyższym wzorem klej w spoinie klejowej mógłby przyjmować wartość modułu Younga nawet o 60% większą w stosunku do wartości modułu Younga tworzywa klejowego [79,80]. Podany wzór jednak nie przedstawia zależności pomiędzy wartością pozornego modułu Younga a grubością spoiny klejowej, a dokładnie uzależnieniem zmian w spoinie klejowej od odległości od granicy faz oraz potencjalnych zmian w wartości współczynnika Poissona. Należy również uwzględnić fakt, że grubość przyłączy w połączeniach klejowych jest z reguły niewielka, stąd przyjęcie założenia o ich idealnej sztywności jest dużym uproszczeniem.

Badacze często podejmowali tematykę wpływu grubości spoiny klejowej na wytrzymałość połączenia zakładkowego i dwunakładkowego blach wykorzystując obliczenia analityczne i metodę elementów skończonych. Wyniki badań pozwalają stwierdzić, że maksymalna wytrzymałość połączeń zakładkowych klejonych klejami „elastycznymi”, wzrastała wraz ze spadkiem grubości połączenia [71,72,74,76]. Inne badania przedstawiane w dostępnej literaturze, w dość wąskim zakresie podejmują tematykę zmian właściwości kleju w spoinie klejowej podczas konstytuowania spoiny. Zakres tych badań często odnosił się do porównania wytrzymałości połączenia klejowego

do wytrzymałości tworzywa klejowego w formie odlewanej próbki wioselkowej [57]. Należy podkreślić, że takie porównanie jest trudne do wykonania z uwagi na skomplikowane oddziaływania adhezyjne oraz kohezyjne w spoinie [5,85]. W tworzywie klejowym za wytrzymałość odpowiadają siły kohezji, natomiast w spoinie klejowej bardzo często dochodzi do zniszczenia adhezyjnego. Oznacza to że siły kohezji są większe od sił adhezji, determinujących przyczepność kleju do podłoża. Celem zintensyfikowania oddziaływania wytrzymałości kohezyjnej spoiny, próbki wykonano jako stos spoin doczołowych klejonych naprzemiennie. W tak przygotowanej próbce znajduje się kilkanaście lub kilkadziesiąt spoin, których deformacje, podczas rozciągania kumulują się. Wykonanie takich próbek jest problematyczne z uwagi na konieczność zachowania bardzo dokładnego przygotowania wielu powierzchni łączonych oraz problemu z utrzymaniem równej grubości spoiny w całym stosie. Należy również zachować należytą dokładność geometryczną klejenia, m.in. prostoliniowość stosu. Stos niszczone w szczękach maszyny wytrzymałościowej z wykorzystaniem ekstensometru, a wyniki porównywano do próby rozciągania tworzywa klejowego w formie odlewanej próbki wioselkowej. W ramach opracowania wyników wyznaczano moduł Younga tworzywa klejowego oraz spoiny klejowej. Badania te wskazują na drobne różnice w wartościach modułu Younga tworzywa i spoiny. Sformułowano również wniosek, że materiał łączony i co z tym związane, oddziaływanie powierzchni przyłączy może być ważnym czynnikiem wpływającym na zmiany właściwości w spoinie klejowej podczas utwardzania [74]. W badaniach przedstawionych w [129] autorzy badali wpływ grubości spoiny na połączenia kątowe przyłączy kompozytowych sklepanych dwuskładnikowym klejem konstrukcyjnym. We wnioskach autorzy wskazują na zmniejszenie naprężenia niszczącego wraz ze wzrostem grubości spoiny klejowej, mała grubość spoiny sprzyja powstawaniu płaskiego stanu naprężenia, podczas gdy większa grubość spoiny sprzyja warunkom odkształcenia płaskiego. W kolejnych badaniach porównywano zachowanie kleju w spoinie i w materiale tworzywa klejowego w próbkach wioselkowych. Na podstawie wyników tego badania wnioskowano, że obserwowane różnice w pozornej wytrzymałości na ścinanie i rozciąganie połączeń klejowych między ich cienkowarstwowymi formami in situ i próbkami z tworzywa klejowego wynikają z różnic w stanie naprężenia w konfiguracjach próbek, a nie z różnic związanych z właściwościami materiału. Ponadto sformułowano wniosek, że właściwości

mechaniczne klejów określone na podstawie badań próbek klejów w formie tworzywa nadają się do stosowania w projektowaniu i analizie struktur klejonych. W tym przypadku, istotnym jest jednak zakres badanych grubości spoin, który obejmował grubości: 0,25 mm, 1,3 mm, oraz 2,5 mm. Kolejne prace badawcze obejmują badania właściwości fizykochemicznych i mechanicznych podłoży aluminiowych łączonych dostępnymi na rynku klejami epoksydowymi. Wykonywano połączenia klejowe w kilku wariantach grubości. Autorzy zauważyli nieznaczne pogorszenie właściwości mechanicznych połączenia wraz ze wzrostem grubości spoiny. Wyjaśnili również tę cechę zmianą stanu naprężenia podczas testowania zmodyfikowanych mocowań typu Arcana z relatywnie grubą warstwą kleju w ramach wyników analizy numerycznej [45]. Reasumując powyższe, wytrzymałość spoin adhezyjnych wzrasta wraz ze zmniejszeniem grubości spoiny [8,106]. Autorzy badali „grube” połączenia zakładkowe ze stopu aluminium z czterema różnymi grubościami warstwy kleju i przewidywali wytrzymałość w oparciu o metodę zmodyfikowanego współczynnika stref uszkodzenia. Zgodnie z ich wynikami doświadczalnymi, obciążenie niszczące połączeń zakładkowych wzrasta wraz ze wzrostem grubości spoiny od 0,15 do 0,45 mm, a następnie stopniowo maleje, gdy grubość wiązania osiąga 0,9 mm. W wielu badaniach porównywano również wpływ grubości spoiny w połączeniu doczołowym, na wytrzymałość połączenia klejowego. W wynikach tych badań wskazywano na trend degradacji wytrzymałości połączenia wraz ze wzrostem grubości spoiny klejowej. Można to przypisywać, szeroko pojętemu umocnieniu spoiny klejowej w mniejszej objętości kleju. Niewątpliwie na wzrost wytrzymałości połączenia klejowego o mniejszej grubości spoiny ma również wpływ statystycznie mniejsza ilość niedoskonałości (nieciągłości) znajdujących się w mniejszej objętości (grubości) spoiny klejowej. W badaniach przeprowadzonych w [86], autorzy podejmują tematykę wpływu grubości spoiny na odporność na kruche pękanie próbek połączenia klejowego na rozciąganie ze stopem aluminium w różnych zakresach grubości. W kolejnych badaniach [1] przedstawiono wyniki wskazujące, że w przypadku plastycznego kleju epoksydowego, w doczołowym połączeniu klejowym próbki typu Iosipescu, poddanym rozciąganiu, w których występuje stan trójosiowości naprężeń powoduje nie tylko wzrost pozornego modułu Younga spoiny klejowej, ale także wzrost wytrzymałości połączenia doczołowego. Z drugiej strony, istnienie koncentracji naprężeń zmniejsza naprężenie niszczące połączenia doczołowego sklejonego kruchym klejem

epoksydowym. Należy również przytoczyć badania poświęcone badaniom cienkich powłok nakładanych na materiał macierzysty. W przedmiotowych badaniach wykazano, że cieńsze powłoki charakteryzują się wyższą twardością. Twardość powłoki, którą można również skorelować z modułem Younga materiału, który zmniejsza się wraz ze wzrostem grubości powłoki [21].

W ramach podsumowania prezentowanych badań można sformułować wniosek, że zjawisko opisywane jako pozorny moduł Younga spoiny klejowej jest ściśle zależne od grubości spoiny, sztywności kleju, konfiguracji połączenia a nawet sposobu eksploatacji spoiny klejowej [75]. Wszystkie dotychczas przedstawione opracowania badawcze należy z pewnością analizować w aspekcie zjawisk zachodzących w spoinie podczas konstytuowania połączenia, zjawisk związanych z adhezją oraz oddziaływania powierzchni łączonych elementów na klej w stanie płynnym. Wyniki przedstawionych badań często wskazywały na rozbieżności w wytrzymałości połączenia klejowego w odniesieniu do wytrzymałości tworzywa klejowego. Różnice te jednak były ściśle skorelowane z grubością warstwy klejowej oraz materiałem przyłączy.

W badaniach poświęconych porównaniu wyników wyężenia połączeń klejowych z wynikami modelowania numerycznego [58] sformułowano wnioski, wykazujące różnice w wyężeniu spoin połączeń zakładkowych rozciąganych, obciążonych na ścinanie jako zagadnienie płaskie, popełnia się błąd rzędu 10%, w ocenie stopnia wyężenia spoiny klejowej w stosunku do modelu rozpatrującego połączenie klejowe jako trójwymiarowe. Różnice w naprężeniach głównych w spoinie uzależnione są również od rodzaju obciążenia, np. w przypadku połączeń klejowych obciążanych na skręcanie i rozciąganie mogą się one różnić nawet o 20%.

Jak już wcześniej wspomniano struktura geometryczna połączenia klejowego, złożona z elementów łączonych i znajdującej się między nimi bardzo cienkiej warstwy kleju jest istotna dla rozpatrywania potencjalnych zmian w wartościach modułu Younga spoiny. Materiał przyłączy, szczególnie jeśli jest to metal, silnie oddziałuje na klej w stanie płynnym. Sprawia to, że przy całkowitym utwardzeniu spoiny klejowej, materiał kleju w spoinie klejowej może osiągać odmienne właściwości materiałowe, w stosunku do materiału w formie odlewanego wiosełka – tworzywa klejowego [5,57]. W przypadku spoin w połączeniach klejowych wyznaczenie prawidłowych wartości modułu Younga

czy współczynnika Poissona utwardzonego kleju, może okazać się złożonym, lecz bardzo istotnym problemem. Klej w stanie płynnym, który znajduje się w kontakcie z powierzchnią metalu, o silnie rozwiniętej powierzchni, jest poddawany oddziaływaniu sił fizysoorpcyjnych i chemisorpcyjnych na granicy faz. Dodatkowo z uwagi na dużą pojemność cieplną metalu, odbiera on silnie ciepło od utwardzanego kleju, reakcja ta ma najczęściej charakter egzotermiczny. Może mieć to bezpośredni skutek w postaci zróżnicowania cech fizycznych kleju, w tym gęstości usieciowania oraz pewnego „porządkowania” struktury w klejach chemoutwardzalnych w obszarze położonym w strefie granicy faz w porównaniu do materiału w środku spoiny. Gęstość usieciowania żywicy epoksydowej ma bezpośredni wpływ na właściwości kleju i wpływa na zmianę jego sztywności oraz wytrzymałości. W przeciwieństwie do próbki wiosełkowej, w spoinach o małej grubości klej utwardza się w obecności oddziaływania energetycznego sztywnych elementów przyłączy oraz zróżnicowanych termicznych warunków utwardzania w strefie przyściennej i środkowej skleiny. Prowadzi to do skomplikowanego stanu naprężenia w obciążonej spoinie jako następstwa zmian struktury w przekroju poprzecznym skleiny [20,27,92]. Adsorpcja fizyczna powoduje zagęszczenie substancji (kleju) na powierzchni adsorbentu, co odbywa się dzięki działaniu sił przyciągania międzycząsteczkowego. Oddziaływanie to powoduje specyficzne uporządkowanie struktury kleju w strefie przyściennej (międzyfazowej), będącej w bezpośrednim kontakcie z klejoną powierzchnią. Nastęstwem adsorpcji fizycznej może być adsorpcja chemiczna, jednak zjawiska te mogą również występować oddzielnie. Dzieje się to w przypadku, gdy zostanie dostarczona wystarczająco wysoka energia aktywacji rzędu 20–80 kJ/mol. Siły te oddziałując na cząstki żywicy epoksydowej powodują ich koncentrację [42]. Nastęstwa przedstawionych zjawisk nazywane są pozornym modułem Younga E' . W pewnym zakresie zastosowań oraz grubości spoin klejowych zmiany te mogą powodować błędy w procesie projektowania połączeń klejowych oraz niedokładności w obliczaniu ich wytrzymałości.

2.8. Modele analityczne połączeń klejowych

Większość formuł analitycznych dedykowanych przewidywaniu naprężeń i odkształceń uwzględnia wartości maksymalne jako kryteria zniszczenia połączenia klejowego. W literaturze dostępnych jest również kilka kryteriów zniszczenia opartych

na mechanice pękania i obszernej ocenie danych eksperymentalnych [128]. Główną trudnością związaną z tymi dwoma kryteriami jest konieczność przeprowadzenia licznych testów, co skutkuje kosztownymi metodami i zwykle ma zastosowanie do określonej kombinacji materiałów. W niektórych modelach analitycznych rozkładów naprężeń w spoinie klejowej, przyjmuje się często pewien stopień uproszczenia, np. traktowanie charakterystyki spoiny klejowej jako liniowej lub ograniczanie stosowania modelu analitycznego tylko do określonych typów, grubości i jednoimienności łączonych materiałów [90]. Poniżej przedstawiono popularne liniowe i nieliniowe modele analitycznych rozkładów naprężeń w połączeniach klejowych.

2.9. Model Volkersena

Model Volkersena [5], zakłada pominięcie odkształceń wynikających ze zginania elementów klejonych i wywołanych nimi naprężeń normalnych inicjowanych w spoinie klejowej. Spoina klejowa, traktowana jest jako ciało poddawane odkształceniom postaciowym, o zmiennej wartości wzdłuż zakładki. W modelu Volkersena przyjęte jest założenie osiowości obciążenia, przy czym elementy łączone są sprężyste, posiadają więc sztywność o pewnej ustalonej wartości. Efekt zginania spowodowany mimośrodowym obciążeniem nie jest brany pod uwagę. Naprężenie ścinające w spoinie τ określone jest wzorem 2.7:

$$\tau = \frac{P\omega \cosh(\omega x)}{2b \sinh\left(\frac{\omega l}{2}\right)} + \frac{g_t - g_b}{g_t + g_b} \left(\frac{\omega l}{2}\right) \frac{\sinh(\omega x)}{\cosh\left(\frac{\omega l}{2}\right)} \quad (2.7)$$

$$\omega = \sqrt{\frac{G_a}{E g_t g_k} \left(1 + \frac{g_t}{g_b}\right)} \quad (2.8)$$

gdzie: ω – charakterystyczna odległość ścinania; g_t – grubość górnego przyłącza (zakładki); g_b – grubość dolnego przyłącza (zakładki); g_k – grubość kleju; b – szerokość obszaru klejonego; l – długość obszaru klejonego (długość zakładki); E – moduł sprężystości przyłączy; G_a – moduł ścinania kleju; P – przyłożona siła; x – środek zakładki.

Równanie (2.7) przedstawia, że dla połączenia z przyłączami o różnych grubościach naprężenie w spoinie jest największe na końcu cieńszej zakładki obciążonej spoiny klejowej, a zatem uszkodzenie spoiny jest tam najbardziej prawdopodobne. Ponadto, naprężenia w spoinie są najniższe, gdy połączenia są identyczne, $t_t = t_b = t$. Przy założeniu idealnego przylegania kleju do płaskowników, niejednorodny rozkład odkształceń podłużnych elementów łączonych przekłada się na zróżnicowanie odkształceń postaciowych spoiny. Rozkład naprężeń jest wówczas zbliżony do rzeczywistego – wartości maksymalne występują przy krawędziach zakładki, a minimalna wartość osiągnięta jest w środku połączenia klejowego. Zakładając, że połączenie jest wystarczająco długie, aby $\sinh(\omega l) = \cosh(\omega l)$, równanie (2.7) przyjmie postać 2.9:

$$\tau = \frac{\omega P}{2} = \sqrt{\frac{G_a}{E g_t g_k} \left(1 + \frac{g_t}{g_b}\right)} \frac{P}{2} \quad (2.9)$$

Jest to wzór, który przedstawia ważne zależności wielkości maksymalnego naprężenia w pojedynczym klejowym połączeniu zakładkowym. W przypadku długich połączeń jest ono niezależne od długości zakładki. Zwiększa się wraz ze wzrostem modułu ścinania kleju jak również wraz ze zmniejszaniem modułu Younga i grubości przyłącza oraz grubości kleju.

2.9.1. Model Golanda i Reissnera

Goland i Reissner [59] jako pierwsi wzięli pod uwagę skutki spowodowane odkształceniem elementów łączonych. Podzielili oni problem na dwie części (a) wyznaczenie obciążeń na krawędziach połączeń, wykorzystując teorię skończonego ugięcia płyt giętych cylindrycznie oraz (b) wyznaczenie naprężeń w połączeniach spowodowanych przyłożonymi obciążeniami. Adhezyjny rozkład naprężeń ścinających τ znaleziony przez Golanda i Reissnera jest określony przez:

$$\tau = -\frac{1}{8} \frac{\bar{P}}{C} \left\{ \frac{\beta_c}{g_p} (1 + 3k) \frac{\cosh\left(\left(\beta_c/g_p\right)(x/c)\right)}{\sinh(\beta_c/g_p)} + 3(1 - k) \right\} \quad (2.10)$$

gdzie: P – jest naprężeniem rozciągającym przypadającym na szerokość połączenia, c – połowa długości zakładki, g_p – grubość przyłącza, ν – współczynnik Poissona, k – współczynnik momentu zginającego.

$$k = \frac{\cosh(u_2 c)}{\cos h(u_2 c) + 2\sqrt{2} \sin h(u_2 c)} \quad (2.11)$$

$$u_2 = \sqrt{\frac{3(1 - \nu^2)}{2}} \frac{1}{g_p} \sqrt{\frac{\bar{P}}{g_p E}} \quad (2.12)$$

$$\beta^2 = 8 \frac{G_a g_p}{E g_k} \quad (2.13)$$

Rozkład naprężenia odrywającego σ w spoinie klejowej jest określony jako:

$$\sigma = \frac{1}{\Delta} \frac{\bar{P} g_p}{c^2} [A + B] \quad (2.14)$$

gdzie:

$$A = \left(R_2 \lambda^2 \frac{k}{2} + \lambda k' \cos h(\lambda) \cos(\lambda) \right) \cos h\left(\frac{\lambda x}{c}\right) \cos\left(\frac{\lambda x}{c}\right) \quad (2.15)$$

$$k^1 = \frac{kC}{g_p} \sqrt{3(1 - \nu^2) \frac{\bar{P}}{g_p E}} \quad (2.16)$$

W przypadku gdy spoina klejowa nie jest obciążona momentem, wartość maksymalnego naprężenia stycznego obliczanego według teorii Golanda-Reisnera jest zwykle mniejsza niż wartość obliczona z wykorzystaniem teorii Volkersena.

2.9.2. Model Hart'a-Smith'a

W przeciwieństwie do Volkersena [136] oraz Golanda i Reissnera [59], model Harta-Smitha [65] uwzględnia plastyczność kleju. Autorzy modelu przeanalizowali zarówno pojedyncze połączenie zakładkowe (single-overlap), jak i podwójne połączenie zakładkowe (double-overlap). Dla obu analiz połączyli oni naprężenia sprężyste odrywania z naprężeniami plastycznymi ścinania. Według Harta-Smitha rozkład naprężeń ścinających $\tau_{(x)}$ w spoinie klejowej jest wyrażony jako:

$$\tau_{(x)} = A_2 \cosh(2\lambda' x) + C_2 \quad (2.17)$$

gdzie:

$$\lambda' = \sqrt{\left[\frac{1 + 3(1 - \nu^2)}{4} \right] \frac{2G_Q}{g_k E_t}} \quad (2.18)$$

$$A_2 = \frac{G_a}{g_k E g_p} \left[\bar{P} + \frac{6(1 - \nu^2)M}{g_p} \right] \frac{1}{2\lambda' \sin h(2\lambda'c)} \quad (2.19)$$

$$C_2 = \frac{1}{2c} \left[\bar{P} - \frac{A_2}{\lambda'} \sin h(2\lambda'c) \right] \quad (2.20)$$

$$M = \bar{P} \left(\frac{g_p + g_k}{2} \right) \frac{1}{1 + \xi c + \left(\frac{\xi^2 c^2}{6} \right)} \quad (2.21)$$

$$\xi^2 = \frac{\bar{P}}{D} \quad (2.22)$$

gdzie: D – sztywność zginania przyłącza określona przez $D = E_t^3/12(1-\nu^2)$. Zmienne P , G_a , g_k , E , E_a , ν , g_p , c mają takie samo znaczenie jak w modelach Volkersena, Golanda i Reissnera.

Rozkład naprężenia odrywającego $\sigma_{(x)}$ w spoinie jest określony przez wzór:

$$\sigma_{(x)} = A \cos h(\chi x) \cos(\chi x) + B \sin h(\chi x) \sin(\chi x) \quad (2.23)$$

Naprężenie plastyczne ścinające zostało zamodelowane przy użyciu przybliżenia bi-liniowego elastyczno-plastycznego. Zakładka została podzielona na trzy obszary, centralny obszar sprężysty o długości l i dwa zewnętrzne obszary plastyczne. Problem jest rozwiązywany w obszarze sprężystym w kategoriach naprężenia ścinającego zgodnie z poniższym wzorem:

$$\tau_{(x)} = A_2 \cosh(2\lambda'x) + \tau_p(1 - K) \quad (2.24)$$

Odształcenie ścinające w obszarze plastycznym wyrażone jest wzorem:

$$\gamma_{(x')} = \gamma_e \{1 + 2k[(\lambda' x')^2 + \lambda' x] \tanh(\lambda' d)\} \quad (2.25)$$

gdzie: τ_p – jest plastycznym naprężeniem ścinającym, a $A_2 = K \tau_p / \cosh(\lambda' d)$. K i d są rozwiązywane metodą iteracyjną przy użyciu następujących równań:

$$\frac{\bar{P}}{l\tau_p}(\lambda'l) = 2\lambda' \left(\frac{l-d}{2}\right) + (1-K)(\lambda'd) + K \tanh(\lambda'd) \quad (2.26)$$

$$\left[1 + 3k(1 - \nu^2) \left(1 + \frac{t_a}{t}\right)\right] \frac{\bar{P}}{\tau_p} \lambda^2 \left(\frac{l-d}{2}\right) = 2 \left(\frac{\gamma_p}{\gamma_e}\right) + K \left[2\lambda' \left(\frac{l-d}{2}\right)\right]^2 \quad (2.27)$$

$$2 \left(\frac{\gamma_p}{\gamma_e}\right) = K \left\{ \left[2\lambda' \left(\frac{l-d}{2}\right) + \tanh(\lambda'd)\right]^2 - \tanh^2(\lambda'd) \right\} \quad (2.28)$$

gdzie: γ_e i γ_p – są odpowiednio sprężystym i plastycznym odkształceniem spoiny klejowej.

2.10. Podsumowanie

W powyższym przeglądzie literatury przedstawiono podstawowe zagadnienia dotyczące klejów oraz klejenia konstrukcyjnego i zjawisk towarzyszących, ponadto uwzględniono różne metody modelowania połączeń klejowych, omówiono problematykę pozornego modułu Younga spoin klejowych oraz przedstawiono modele analityczne spoin klejowych. W opracowaniach literaturowych autorzy zajmują się różnymi aspektami związanymi z połączeniami klejowymi, zarówno ich wytrzymałością doraźną, zmęczeniową, wpływem przygotowania powierzchni na wytrzymałość połączenia, jak również symulacją wyężenia spoin klejowych, jednak niewiele prac badawczych zajmuje się problematyką właściwości materiałowych samej spoiny klejowej oraz ich potencjalnych różnic na grubości spoiny klejowej, a co z tym związane zjawiska pozornego modułu Younga. Należy również zwrócić uwagę na powiązanie wytrzymałości doraźnej połączenia klejowego z grubością spoiny klejowej w połączeniu. Konieczne jest podkreślenie, że badania literaturowe nie podejmują problematyki spoin klejowych bardzo cienkich. Zwykle spoiny analizowane w badaniach mają grubości większe niż 0,1 mm. Może to sprawiać, że zjawiska związane z umocnieniem spoiny klejowej – powstawaniem zjawiska pozornego modułu Younga, nie są uwzględniane w badaniach i analizie wyników. Jak już wcześniej wspomniano w modelowaniu oprócz odpowiednich charakterystyk materiału spoiny, istotne jest, aby uwzględnić min. grubość i sztywność przyłączy oraz grubość spoiny. W mechanice uszkodzeń poruszany jest

problem obszaru międzyfazowego – strefy kleju znajdującej się w bezpośrednim kontakcie z materiałem łączonym, w którym propagacja uszkodzeń w materiale może być ograniczona, z uwagi na kontakt z materiałem łączonym. Zakładając że tzw. strefa przyścienna (obszar międzyfazowy kleju w spoinie, w kontakcie z materiałem przyłącza) charakteryzuje się zmienionymi właściwościami, w porównaniu z materiałem kleju znajdującym się w środku spoiny klejowej, można sformułować wstępny wniosek, że uwzględnienie tych zmian w spoinie, w połączeniu z stosowaniem odpowiednich metod modelowania, może poprawić dokładność i uprościć modelowanie połączeń klejowych metodą elementów skończonych, jednak ta tematyka nie jest szerzej uwzględniana w badaniach literaturowych. Modelowanie spoin klejowych jest dość zaawansowane jednak prezentowane metody często przyjmują pewien określony stopień uproszczenia. Szczególnie metody CZM oraz XFEM pozwalają na dość dokładne prognozowanie wyężenia połączeń klejowych. W metodach analitycznych np. Hart-Smith, rozróżniają strefy w spoinie, jako obszary sprężyste i plastyczne, jednak jest to uzależnione od położenia tego obszaru wzdłuż zakładki, a nie na grubości spoiny. Mimo często dostatecznej dokładności wyników, uzyskiwanych przedstawionymi metodami, nie uwzględniają oraz nie rozpatrują one zmian właściwości materiałowych – szczególnie sztywności spoiny klejowej na jej grubości.

Jednocześnie można nakreślić konkluzję, że zjawisko opisywane jako pozorny moduł Younga spoiny klejowej jest ściśle zależne od rodzaju łączonego materiału, grubości spoiny, rodzaju kleju a nawet sposobu eksploatacji spoiny klejowej.

Wszystkie dotychczas przedstawione opracowania badawcze należy z pewnością analizować w aspekcie zjawisk zachodzących w spoinie podczas konstituowania połączenia, zjawisk związanych z adhezją oraz oddziaływania powierzchni łączonych elementów na klej w stanie płynnym. Wyniki przedstawionych badań często wskazywały na rozbieżności w wytrzymałości połączenia klejowego w odniesieniu do wytrzymałości tworzywa klejowego. Różnice te jednak były ściśle skorelowane z grubością warstwy klejowej oraz materiałem przyłączy. Nowoczesne połączenia klejowe mające charakter połączeń konstrukcyjnych, z reguły posiadają grubości skleiny poniżej 0,1 mm. W takich połączeniach wpływ pozornego modułu Younga na sztywność połączenia jako całości może być istotny. Problematyka ta jest przedmiotem badań analizowanych w tej rozprawie doktorskiej.

3. PROBLEMY ANALIZOWANE W BADANIACH

3.1. Uzasadnienie podjęcia tematu rozprawy

Uwzględniając aktualny stan wiedzy w problematyce połączeń klejowych, należy podkreślić, że mimo wieloletnich badań, metodyka prognozowania wytrzymałości połączeń jest ciągle rozwijana, a pewne zjawiska związane z konstytuowaniem połączeń klejowych w dalszym ciągu wymagają wyjaśnienia. W badaniach literaturowych trudno jest odnaleźć prace dotyczące modułu Younga spoiny klejowej oraz potencjalnych różnic modułu Younga spoiny na jej grubości oraz ewentualnej różnicy w odniesieniu do modułu Younga tworzywa klejowego jako odrębnej struktury. Wydaje się być istotne dla prognozowania wytrzymałości spoin klejowych, aby określić czy różnice w wartości modułu Younga występują w spoinie i w funkcji jej grubości. Z uwagi na relatywnie niewielkie grubości spoin klejowych określenie tych wartości jest problemem. Należy również wyznaczyć potencjalną zmienność wartości modułu Younga w funkcji grubości spoiny oraz charakter zależności pomiędzy zmianami w wartości modułu Younga, a grubością spoiny klejowej. Jednym z problemów jest również zaadaptowanie uzyskanych wyników w oprogramowaniu MES. Wiąże się to z modelowaniem materiału o nieliniowych właściwościach odpowiadających rzeczywistemu materiałowi, co z kolei wymaga utworzenia odpowiedniego podprogramu, którego zadaniem będzie odwzorowanie zmian we właściwościach kleju w spoinie.

3.2. Cel i zakres pracy

Głównym celem pracy jest określenie czy możliwe jest poprawienie dokładności prognozowania wytrzymałości połączeń klejowych w modelowaniu metodą elementów skończonych w oparciu o uwzględnienie w modelowaniu następstw zjawiska pozornego modułu Younga na grubości spoiny klejowej. Celem dodatkowym jest określenie wielkości oraz zasięgu zmian, znanych pod nazwą pozornego modułu Younga, w spoinie.

Zakres pracy obejmuje:

- Przegląd aktualnego stanu wiedzy dotyczącego klejów konstrukcyjnych, mechanizmów zachodzących w spoinie klejowej podczas konstytuowania połączenia klejowego, metod modelowania numerycznego połączeń klejowych, zjawiska pozornego modułu Younga,

- Wyznaczenie rozkładu modułu Younga w funkcji grubości spoiny metodą nanoindentacji w wybranych kompozycjach klejowych,
- Badania wytrzymałości połączeń klejowych próbek double-overlap w wybranych konfiguracjach grubości spoin oraz sztywności kleju,
- Opracowanie i konfiguracja modelu numerycznego wyężenia połączenia klejowego w oparciu o badania eksperymentalne,
- Opracowanie wyników badań eksperymentalnych i symulacji numerycznych,
- Statystyczne opracowanie wyników,
- Sformułowanie wniosków końcowych.

Cele pracy doktorskiej określono szczegółowo. Zdefiniowany przez autora plan badawczy i jego realizacja pozwoli na osiągnięcie przedstawionych celów.

3.3. Hipotezy rozprawy doktorskiej

Uwzględniając stan wiedzy przedstawionej w rozdziale 2 oraz cele podejmowane w rozprawie doktorskiej sformułowano poniższe hipotezy badawcze:

1. Zjawiska związane z adhezją na granicy faz metal-klej w sposób specyficzny wpływają na strukturę i właściwości strefy przyściennej utwardzonego kleju, zwłaszcza na jego sztywność.
2. Istnieje możliwość zwiększenia dokładności prognozowania wytrzymałości połączeń klejowych, metodą symulacji numerycznej, poprzez uwzględnienie zjawisk zachodzących w strefie przyściennej spoiny klejowej.

Uwzględniając teoretyczne oraz eksperymentalne opracowania naukowe można sformułować wniosek, że właściwości mechaniczne cienkich spoin klejowych różnią się od właściwości materiału kleju odlanego i utwardzonego w postaci próbek wiosełkowych. Zmienione właściwości spoiny klejowej w stosunku do materiału kleju w formie tworzywa są tym bardziej zauważalne w przypadku cienkich spoin klejowych i właśnie w takich przypadkach mają istotny wpływ na wytrzymałość i zachowanie spoiny klejowej podczas obciążenia. Wraz ze zwiększaniem grubości spoiny klejowej wpływ zmienionej warstwy przyściennej na wytrzymałość połączenia klejowego zmienia się.

4. OPIS PROWADZONYCH BADAŃ

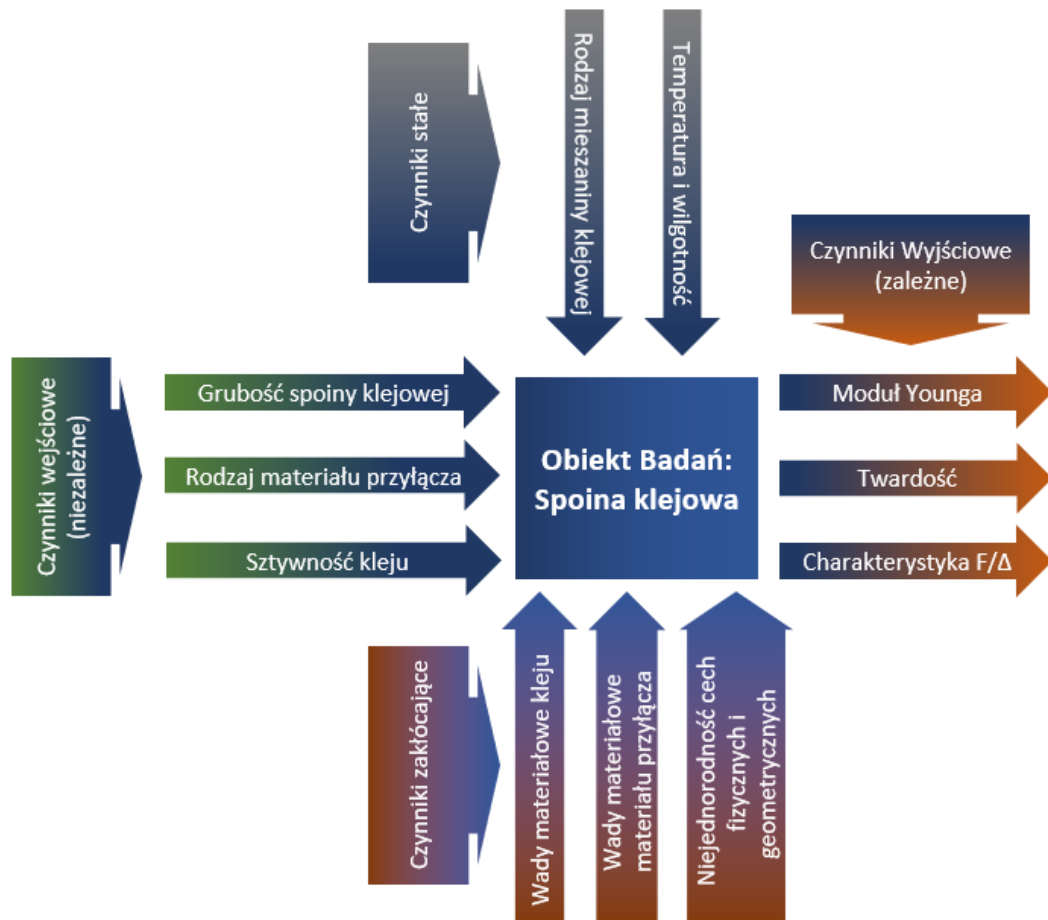
4.1. Obiekt badań

Bazując na treściach przedstawionych w badaniach literaturowych, dotyczących zjawiska pozornego modułu Younga oraz zagadnień dotyczących planowania eksperymentu opracowano metodologię badań doświadczalnych realizowanych w niniejszej pracy.

Badania zostały podzielone na trzy główne części. Pierwsza część obejmuje doświadczalne wyznaczenie różnic w wartościach modułu Younga różnych spoin klejowych na ich grubości w badaniach nanoindentacyjnych. W drugiej części wyznaczano charakterystyki naprężenie-odkształcenie dla wybranych kompozycji klejowych. W trzeciej części bazując na otrzymanych danych doświadczalnych opracowano modele numeryczne połączeń klejowych, w których skupiono się na określeniu zmian w wartości modułu Younga spoiny klejowej w jej objętości, oraz określenie wpływu potencjalnych zmian na prognozowanie wytrzymałości połączenia klejowego. W badaniach nanoindentacyjnych, obiektem badań były próbki przygotowane jako zgłady z wyeksponowanymi spoinami klejowymi. Model obiektu badań nanoindentacyjnych wraz z oddziałującymi na niego czynnikami i analizowanymi zmiennymi przedstawiono na rysunku 4.1.

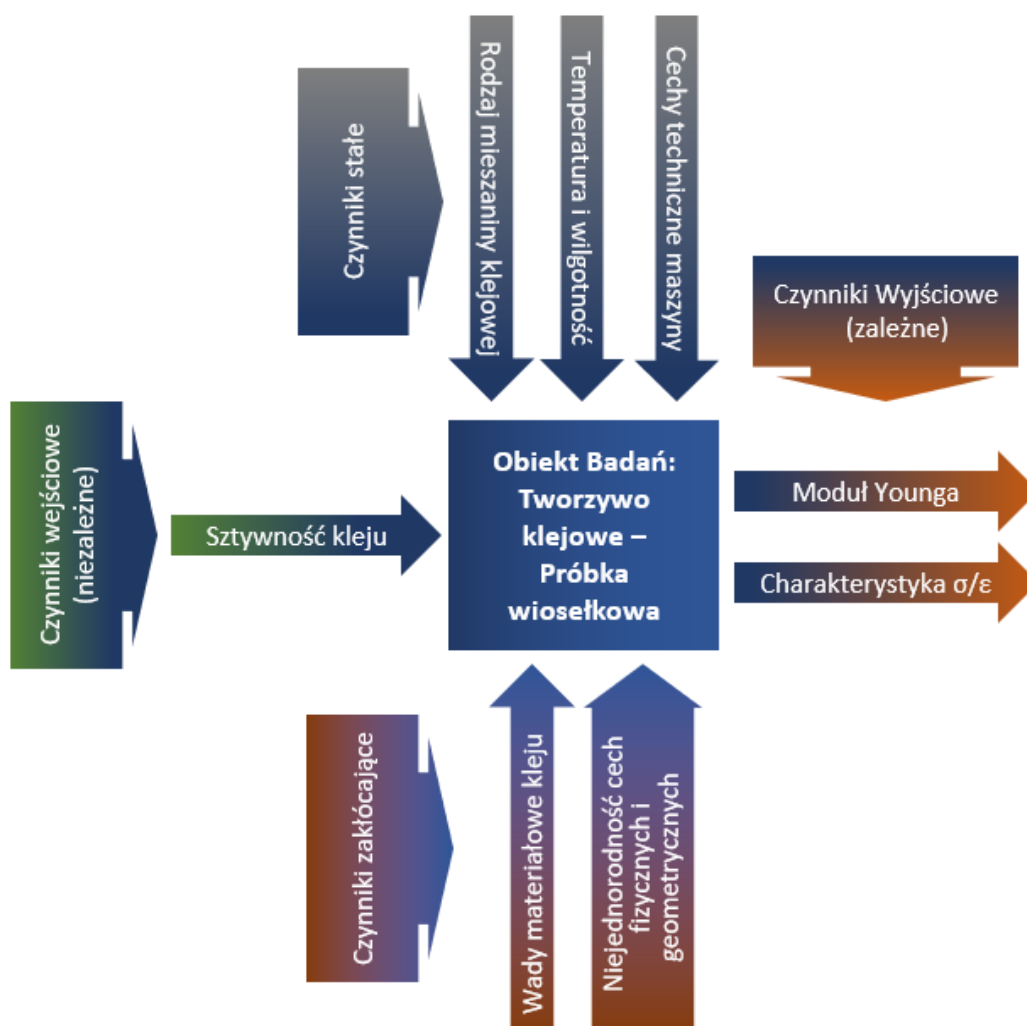
Do czynników wejściowych zaliczono: grubość spoiny klejowej, materiał przyłącza: stal 1.4301 lub stop aluminium EN AW-2024 T3 oraz pierwotną sztywność kleju. Rozpatrywane czynniki wyjściowe (zależne) to moduł Younga spoiny, twardość oraz charakterystyka siła-przemieszczenie. Jako czynniki stałe, oddziałujące na obiekt, przyjęto warunki środowiskowe – temperaturę oraz wilgotność i mieszaninę klejową w rozumieniu zastosowanych proporcji żywicy i utwardzacza. Do czynników zakłócających zaliczono wady materiałowe kleju, wady materiałowe materiału przyłącza oraz niejednorodność cech fizycznych i geometrycznych. W celu określenia istotności wpływu grubości spoiny klejowej, materiału przyłącza oraz sztywności kleju na wartość modułu Younga w przekroju poprzecznym spoiny, wykorzystano program statystyczny randomizowany kompletny [82]. Eksperyment zrealizowano z wykorzystaniem dwóch popularnych materiałów konstrukcyjnych jako materiałów przyłączy, grubość spoiny

klejowej przyjęto z zakresu 0,02–0,1 mm, oraz kleje konstrukcyjne podzielono na dwie grupy: kleje „sztywne” oraz „elastyczne”. W sposób istotny różnią się one wartością modułu Younga.



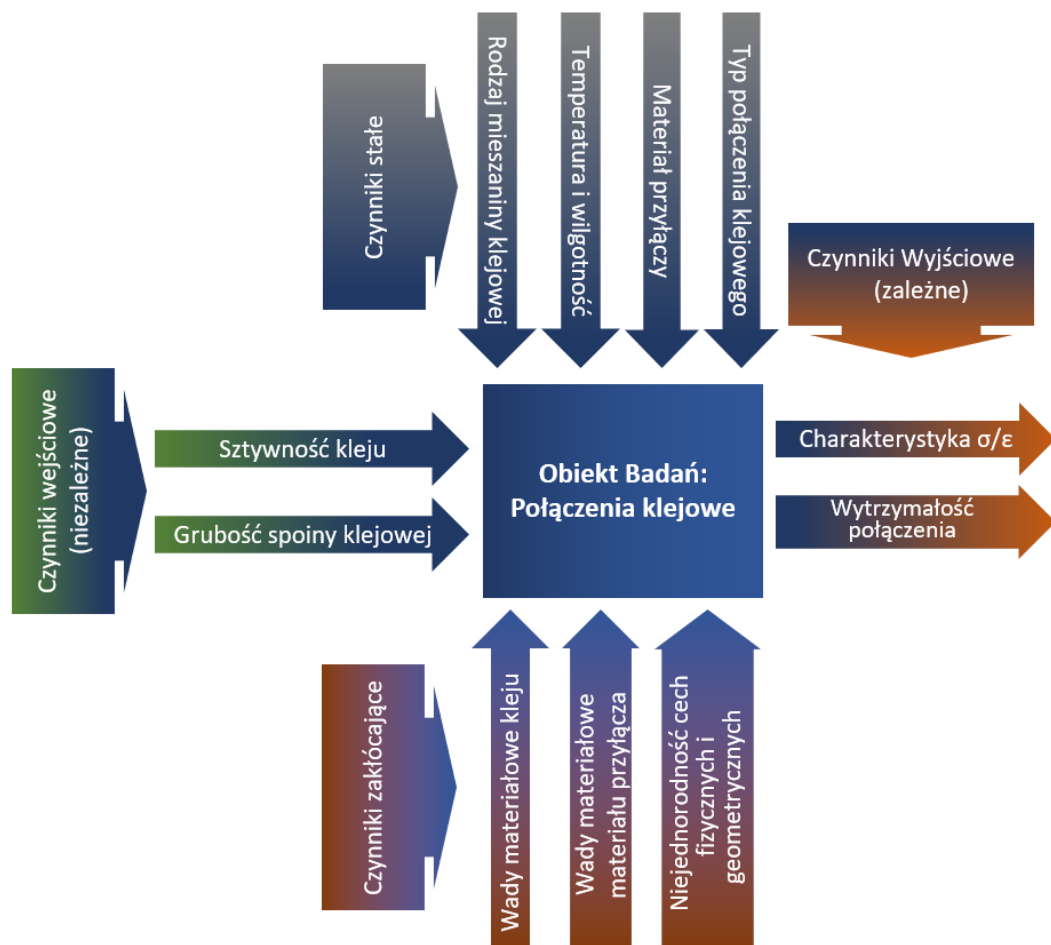
Rys. 4.1. Model pierwszej części badań

W drugiej i trzeciej części badań obiektem były próbki z wybranych tworzyw klejowych oraz połączenia klejowe wykonane wybranymi klejami. Model obiektu badań rozciągania osiowego wraz z oddziałującymi na niego czynnikami i analizowanymi zmiennymi przedstawiono na rysunku 4.2 oraz 4.3.



Rys. 4.2. Model drugiej części badań

Spośród czynników wejściowych dla drugiego modelu wytypowano pierwotną sztywność kleju, uzależnioną od wybranej do badań kompozycji klejowej – żywicy epoksydowej i utwardzacza. Rozpatrywane czynniki wyjściowe (zależne) to moduł Younga tworzywa klejowego i charakterystyka naprężenie / odkształcenie. Jako czynniki stałe oddziałujące na obiekt przyjęto warunki środowiskowe – temperaturę oraz wilgotność i mieszankę klejową w rozumieniu zastosowanych proporcji żywicy i utwardzacza oraz cechy techniczne maszyny wytrzymałościowej, na której prowadzone są badania. Do czynników zakłócających zaliczono wady materiałowe kleju oraz niejednorodność cech fizycznych i geometrycznych próbek. W celu określenia istotności wpływu sztywności kleju na wartość modułu Younga tworzywa klejowego oraz charakterystykę σ/ϵ , wykorzystano program statystyczny randomizowany kompletny.

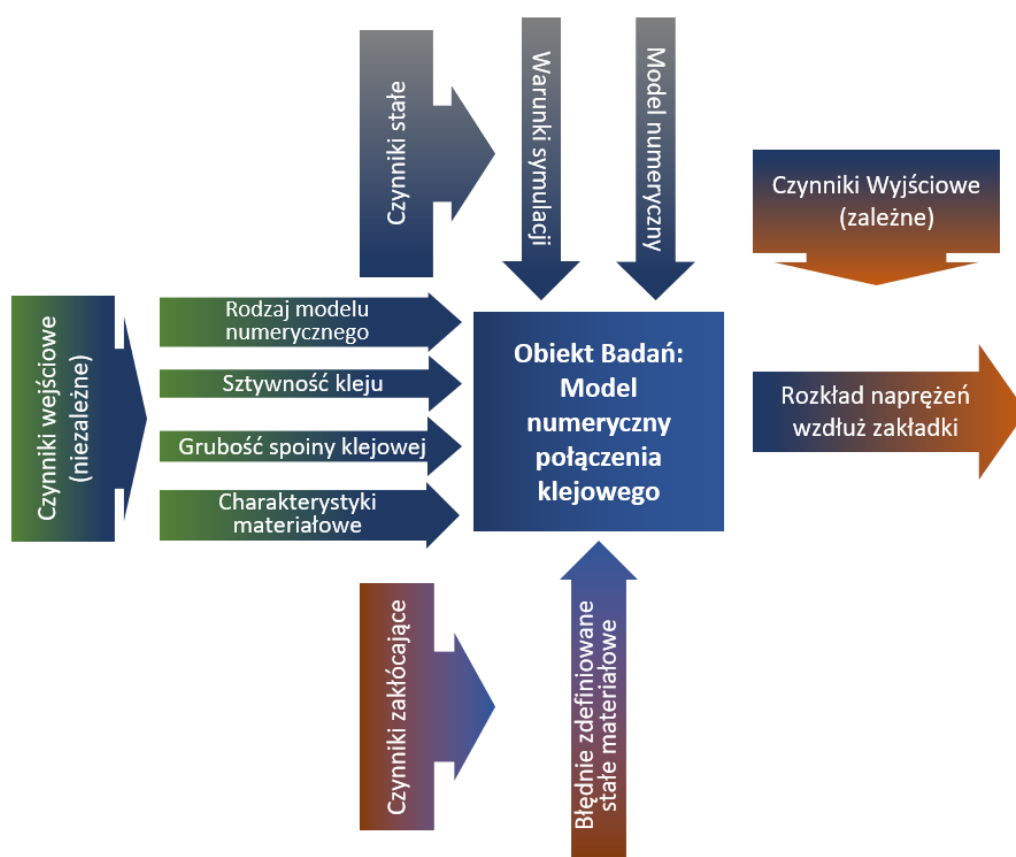


Rys. 4.3. Model trzeciej części badań

Spośród czynników wejściowych dla trzeciej części badań wytypowano: grubość spoiny klejowej oraz pierwotną sztywność kleju uzależnioną od wybranej do badań kompozycji klejowej – żywicy epoksydowej i utwardzacza. Rozpatrywane czynniki wyjściowe (zależne) to: moduł Younga tworzywa klejowego, charakterystyka naprężenie/odkształcenie oraz wytrzymałość połączenia klejowego. Jako czynniki stałe oddziałujące na obiekt przyjęto: materiał przyłączy: stop aluminium EN AW-2024 T3, warunki środowiskowe – temperaturę oraz wilgotność i mieszankę klejową w rozumieniu zastosowanych proporcji żywicy i utwardzacza oraz typ połączenia klejowego. Do czynników zakłócających zaliczono wady materiałowe kleju, wady materiałowe materiału przyłącza oraz niejednorodność cech fizycznych i geometrycznych. W celu określenia istotności wpływu grubości spoiny klejowej oraz sztywności kleju na wartość modułu Younga tworzywa klejowego oraz wytrzymałości

połączenia klejowego wykorzystano program statystyczny randomizowany kompletny. Do wyznaczenia charakterystyk σ/ε oraz wytrzymałości połączenia klejowego wytypowano dwa popularne kleje epoksydowe, którymi wykonano połączenia klejowe ze zdefiniowanymi grubościami spoiny klejowej, łącząc blachy ze stopu aluminium.

W czwartej części badań obiektem analizy był model numeryczny wyężenia połączenia klejowego wykonany w oparciu o uzyskane dane eksperymentalne. Model obiektu badań symulacyjnych wraz z oddziałującymi na niego czynnikami i analizowanymi zmiennymi przedstawiono na rysunku 4.4.



Rys. 4.4. Model czwartej części badań

Jako czynniki wejściowe wytypowano rodzaj modelu numerycznego, sztywność kleju w spoinie, grubość spoiny klejowej oraz charakterystyki materiałowe wykorzystanych w obliczeniach numerycznych materiałów. Czynniki wyjściowe (zależne) to rozkład naprężeń wzdłuż zakładki oraz wytrzymałość połączenia klejowego. Jako czynniki stałe oddziałujące na obiekt przyjęto warunki symulacji oraz model numeryczny.

Do czynników zakłócających zaliczono potencjalne błędy w zdefiniowaniu stałych materiałowych wykorzystanych w symulacji. W celu określenia istotności wpływu grubości spoiny klejowej, pozornego modułu Younga, rodzaju proponowanego modelu numerycznego na rozkład naprężeń wzdłuż długości zakładki, charakterystyka naprężenie / odkształcenie oraz wytrzymałość połączenia klejowego wykorzystano program statystyczny randomizowany kompletny. W celu przeprowadzenia eksperymentu wytypowano dwa popularne kleje konstrukcyjne, na których bazie opracowano modele połączeń klejowych w kilku konfiguracjach grubości spoiny oraz modyfikacji właściwości materiałowych spoiny klejowej w oparciu o dane eksperymentalne.

4.2. Materiały stosowane w badaniach

W badaniach wykorzystano próbki połączeń klejowych oraz kleje epoksydowe. Wykonywano połączenia klejowe stosując dwa materiały przyłączy: stop aluminium EN AW-2024 T3 oraz stal o podwyższonej odporności na korozję 1.4301. Stosowano żywice epoksydowe Epidian 5, Epidian 57, Epidian 6, mieszane z utwardzaczami PAC oraz Z1, produkcji CIECH Sarzyna S.A. [121], oraz klej epoksydowy dwuskładnikowy LOCTITE EA 9392 AERO [103]. Poniżej scharakteryzowano wykorzystane w badaniach materiały. Do badań wytypowano 4 popularne żywice epoksydowe oraz utwardzacze.

Pierwszą żywicą epoksydową jest Epidian 5, która jest niemodyfikowaną (bezrozpuszczalnikową) żywicą epoksydową na bazie Bisfenolu A i epichlorohydryny, w formie klarownej, bursztynowej, gęstej cieczy. W szczególności wykorzystywana jest do klejenia drewna, metali, tworzyw sztucznych oraz szkła. Żywica epoksydowa Epidian 5 charakteryzuje się: bardzo małym skurczem podczas utwardzania, a przy tym możliwością utwardzania w temperaturze pokojowej, dobrymi właściwościami mechanicznymi. Jest odporna na działanie wielu czynników chemicznych takich jak oleje, smary, rozcieńczone ługi i kwasy oraz odpornością na krótkotrwałe działanie temperatury do 80 °C [34].

Poniżej przedstawiono ważniejsze właściwości fizyczne żywicy epoksydowej Epidian 5:

- gęstość w 25 °C: ok. 1,17 g/cm³,

- lepkość w 25 °C: 20000–30000 mPas,
- liczba epoksydowa: 0,48–0,51 mol/100g,
- barwa: jasnożółta. Barwa w skali Gardnera: max. 2,
- zapach: słabo wyczuwalny,
- temperatura wrzenia: > 200 °C,
- temperatura zapłonu: > 200 °C,
- temperatura samozapłonu: > 500 °C,
- równoważnik epoksydowy: 196–208,
- zawartość części nielotnych: min. 99,0%,
- rozpuszczalność w wodzie: nie rozpuszcza się,
- rozpuszczalność w innych rozpuszczalnikach: rozpuszcza się w: ketonach, estrach, alkoholach i węglowodorach aromatycznych.

Druga z żywic to Epidian 57. Jest to żywica na bazie Bisfenolu A i epichlorohydryny oraz rozcieńczalnika poliestrowego. Cechuje się dużą odpornością na oddzieranie (po utwardzeniu). Stosowana jest do przygotowania klejów do łączenia metali, szkła, ceramiki, skóry, a także termoutwardzalnych tworzyw polimerowych [33].

Właściwości fizykochemiczne żywicy epoksydowej Epidian 57:

- postać: lepka ciecz,
- barwa: jasnożółta do jasnobrazowej,
- liczba epoksydowa min. 0,40 mol/100g,
- temperatura zapłonu: > 200 °C,
- gęstość w 20 °C: 1,14–1,17 g/cm³,
- lepkość w 25 °C: 13000–19000 mPas,
- rozpuszczalność w wodzie: nie rozpuszcza się,
- rozpuszczalność w innych rozpuszczalnikach: rozpuszcza się w: ketonach, estrach, alkoholach i węglowodorach aromatycznych.

Epidian 6 jest trzecią wykorzystywaną żywicą. Jest to ciekła, niemodyfikowana, niskocząsteczkowa żywica epoksydowa otrzymywana z bisfenolu A i epichlorohydryny. Zawiera również hydrolizat, chlor, eter krezolowo-glicydowy i alkohol benzyłowy. Jest podstawową żywicą epoksydową o 2-krotnie niższej lepkości od Epidianu 5. Jest bazą

dla nowoczesnych materiałów adhezyjnych używanych do produkcji laminatów, farb i lakierów chemoodpornych, spoiw, zalew, kompozycji posadzkowych, impregnatów, klejów utwardzanych na zimno do metalu, szkła ceramiki i większości tworzyw. Epidian 6 stosowany jest również do wytwarzania kompozycji utwardzanych w wyższej temperaturze utwardzaczami, jak aminy aromatyczne, bezwodniki kwasowe, imidazole, dicyjanodiamid itp., do zastosowań wymagających dużej odporności termicznej, chemicznej i wytrzymałości dielektrycznej [35].

Parametry techniczne:

- barwa: jasnożółta, barwa żywicy w skali Gardnera: max 1
- zapach: słabo wyczuwalny
- temperatura wrzenia: > 200 °C
- temperatura zapłonu: > 200 °C
- temperatura samozapłonu: > 500 °C
- równoważnik epoksydowy: 185–196
- liczba epoksydowa: 0,510–0,540 mol/100g
- gęstość w 20 °C: ok. 1,17 g/cm³
- lepkość w 25 °C: 10000–15000 mPas
- rozpuszczalność w wodzie: nie rozpuszcza się
- rozpuszczalność w innych rozpuszczalnikach: rozpuszcza się w: ketonach, estrach, alkoholach i węglowodorach aromatycznych

Powyższe żywice epoksydowe mieszano w stosunkach stechiometrycznych z dwoma wybranymi utwardzaczami.

Utwardzacz PAC to poliaminoamidowy (Poliaminoamid C) utwardzacz do żywic epoksydowych, na bazie nienasyconych kwasów tłuszczowych C18, dimerów oraz polimerycznych produktów reakcji z trietylenotetraaminą. Jest lepką cieczą o barwie bursztynowej, charakterystycznym zapachu aminy i stosunkowo niską reaktywnością. Kompozycje żywic epoksydowych z utwardzaczem PAC znajdują zastosowanie w łączeniu elementów ekspozowanych na odkształcenie. Utwardzacz PAC powoduje wzrost elastyczności i udurości kompozycji, dlatego znajduje zastosowanie do połączeń narażonych na odkształcenia np. w szklenictwie do łączenia elementów drewnianych lub

wykonanych z laminatu poliestrowo-szklanego, do łączenia gumy z metalem, cienkich blach, sklejki oraz izolacji w elektronice. Stosunek wagowy utwardzacza PAC w stosunku do żywicy można zmieniać w szerokim zakresie regulując szybkość reakcji i właściwości utwardzonego tworzywa. Kompozycje bogatsze w utwardzacz PAC są bardziej elastyczne i odporne na uderzenia, ale mniej twarde i mniej odporne na działanie podwyższonej temperatury [36].

Ważniejsze parametry fizyczne i chemiczne:

- lepkość w temp. 25 °C: 10 000–27 000 mPas
- liczba aminowa: 290–360 mg KOH/g
- barwa w skali Gardnera: max. 12

Utwardzacz Z-1 [trietylenotetraamina, Polietylenopoli-aminy, frakcja tetraetylenopenta-aminowa, 1-(2-aminoetylo)-piperazyna; 2-piperazyn-1-yloetyloamina, dietylenotriamina, 2-(2-aminoetyloamino)-etanol], jest płynnym utwardzaczem poliamidowym o barwie transparentnej. Głównie stosowany jest do utwardzania żywic epoksydowych i ich kompozycji. Jest jednorodną klarowną cieczą o barwie jasnożółtej i ma charakterystyczny zapach aminy [37].

Parametry fizyczne i chemiczne:

- gęstość w temp. 20 °C: 0,978–0,983 g/cm³
- czas żelowania 10 g Epidianu 5 + 1,2 g Utwardzacza Z-1, w temp. 20 °C: 90 minut
- liczba aminowa: min. 1100 mg KOH/g

W badaniach wykorzystywano ponadto strukturalny klej epoksydowy LOCTITE EA 9392 AERO. Jest to dwuskładnikowy klej epoksydowy w formie pasty, utwardzany w temperaturze pokojowej lub pod wpływem podwyższonej temperatury. Klej ten tworzy wytrzymałe, odporne na uderzenia połączenie oraz charakteryzuje się znakomitą adhezją do różnych podłoży, m.in. do metali, szkła, ceramiki oraz tworzyw sztucznych, w tym do GFRP oraz CFRP. Po utwardzeniu zapewnia wysoką odporność na siły ścinające i zrywające, w dużym zakresie temperaturowym. Klej charakteryzuje się dużą odpornością na trudne warunki środowiskowe i chemikalia. Klej używany jest powszechnie w przemyśle lotniczym. W tabeli 4.1. zamieszczono podstawowe

właściwości fizyczne epoksydowego kleju dwuskładnikowego LOCTITE EA 9392 AERO [66].

Tab. 4.1. Podstawowe właściwości fizyczne kleju dwuskładnikowego LOCTITE EA 9392 AERO

Właściwości fizyczne	Część A	Część B
Główne składniki	Tetraglicydylo-diaminodifenylo- metan, aluminium, epichlorohydryna-4,4'- izopropylidenu, żywica difenolowa,	Pentamina tetraetylenowa N,N'-bis(3-aminopropyl)pi- perazyna tetraazatetradekametyleno- diamina 3,6-diazaoktanotetyleno- diamina
Kolor	Szary	Bursztynowy
Baza	Żywica modyfikowana	Amina modyfikowana
Gęstość przed utwardzaniem	1,37 g/ml	1,0 g/ml
Lepkość w 25 °C	420 Pas	660 Pas

W badaniach połączeń klejowych oraz nanoindentacji wykorzystano próbki, w których materiałem przyłączy był stop aluminium EN AW-2024 w stanie T3. Materiał ten jest jednym z najpopularniejszych wieloskładnikowych stopów aluminium, który ze względu na jego wysoką wytrzymałość wykorzystywany jest powszechnie w przemyśle lotniczym do produkcji m.in. poszycia skrzydeł i kadłubów płatowców. Stop EN AW-2024 T3 cechuje się dobrą skrawalnością i jest dostarczany w różnych stanach obróbki cieplnej. Do wad tego materiału należy zaliczyć niską odporność na korozję oraz ograniczoną spawalność. Skład chemiczny stopu aluminium EN AW-2024 T3 przedstawiono w tabeli 4.2.

Tab. 4.2. Skład chemiczny stopu aluminium EN AW-2024 T3 [113]

Oznaczenie symboliczne					EN AW-2024 T3					
Oznaczenie składu chemicznego					EN AW-AlCu4Mg1					
Skład chemiczny, %										
Si	Fe	Mg	Cu	Mn	Zn	Cr	Zr+Ti	Ti	Inne	Al.
≤0,5	≤0,5	1,2 – 1,8	3,8 – 4,9	0,3 – 0,9	≤0,25	≤0,1	≤0,2	≤0,15	≤0,15	pozost.

Stop aluminium EN AW-2024 w stanie T3 charakteryzują następujące właściwości [112]:

- gęstość, $\rho = 2,78 \text{ g/cm}^3$,
- twardość Brinella: 120 HB,
- moduł Younga, $E = 73 \text{ GPa}$,
- wytrzymałość na rozciąganie, $R_m = 469 \text{ MPa}$,
- umowna granica plastyczności, $R_{p0,2} = 324 \text{ MPa}$.

Do określenia modułu Younga spoiny klejowej, w badaniach nanoindentacyjnych, jako materiał przyłącza wykorzystywano stal o podwyższonej odporności na korozję 1.4301 (X5CrNi18-10) [111]. Jest to gatunek standardowy z grupy austenitycznych stali chromowo – niklowych. Materiał ten wykazuje dobrą odporność na korozję w środowisku naturalnym. Nie powinno się go stosować w środowisku zasolonym oraz o wysokim stężeniu chloru. Spawany materiał 1.4301 nie jest odporny na korozję międzykrystaliczną. Stosowanie stali 1.4301 zaleca się jeśli wymagana jest wysoka odporność na korozję, dobra skrawalność i estetyka. 1.4301 stosuje się w przemyśle budowlanym, samochodowym, elementach architektury, przemyśle spożywczym, chemicznym i w budowie pojemników. Gatunek ten nadają się również do celów dekoracyjnych i wyposażenia kuchni, jak również na elementy sprzętu elektronicznego. Popularnie stosowany jest również w przemyśle naftowym i petrochemicznym. Skład chemiczny 1.4301 przedstawiono w tabeli 4.3.

Tab. 4.3. Skład chemiczny stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301 [111]

Oznaczenie symboliczne				1.4301 (AISI 304)			
Oznaczenie składu chemicznego				X5CrNi1810			
Skład chemiczny [%]							
C	Cr	Ni	Fe	Mn	P	S	Si
Max 0,08	18 – 20	8 – 10,5	66,35 – 74	Max 2	Max 0,045	Max 0,03	Max 1

Podstawowe właściwości mechaniczne gatunku 1.4301, w postaci blach o podwyższonej odporności na korozję zamieszczono poniżej.

- Wytrzymałość na rozciąganie, R_m : 520–750 N/mm²
- Granica plastyczności, $R_{p0,2}$: > 210 N/mm²
- Wydłużenie, A : > 45%
- Moduł Younga, E = 200 GPa
- Twardość, HB: ≤ 215

4.3. Opis eksperymentu

W ramach badań realizowanych w rozprawie doktorskiej wykonano następujące zadania badawcze:

- badania nanoindentacyjne,
- wyznaczenie Modułu Younga tworzywa klejowego,
- określenie wytrzymałości połączeń dwunakładowych klejonych wybranymi klejami,
- weryfikacja numeryczna wyężenia połączeń klejowych.

Mieszaninę klejową przygotowano do wykonania próbek do badań nanoindentacyjnych, wyznaczania modułu Younga oraz próby rozciągania osiowego połączeń klejowych, dlatego na wstępie zostanie przedstawiona procedura przygotowania mieszanin klejowych niezbędnych do wykonania badań spoin, tworzyw i połączeń klejowych. Mieszaniny klejowe przygotowano z zachowaniem procedur dobrej praktyki technologicznej oraz z zachowaniem najwyższej staranności.

Do badań wytypowano 3 żywice epoksydowe Epidian 5, Epidian 57 oraz Epidian 6, oraz klej Loctite Hysol EA 9392 Aero. W przygotowaniu mieszanki klejowej z żywicami Epidian wykorzystywano dwa utwardzacze o oznaczeniu PAC oraz Z1. Proporcje masowe wykorzystanych mieszanin klejowych klejów z serii Epidian przedstawiono w Tabeli 4.4.

Tab. 4.4. Tabela proporcji wagowych wykorzystywanych mieszanin klejowych

Żywica epoksydowa	Utwardzacz [g/100g]	
	PAC	Z1
Epidian 5	80	12
Epidian 57	65	10
Epidian 6	80	12

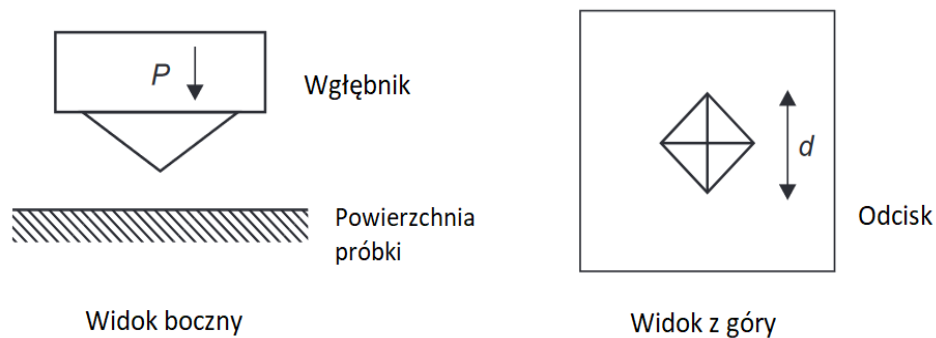
Klej Loctite Hysol EA 9392 Aero mieszano w proporcjach zalecanych przez producenta kleju. Proporcje masowe wynosiły 100:32. Aby przygotować wytypowane kompozycje klejowe składniki kleju nakładano do naczynia, w którym ręcznie szpatułką wstępnie łączono składniki. Następnie przygotowane w ten sposób kompozycje klejowe mieszano mechanicznie, mieszadłem tarczowym przez czas 3 minut, stosując prędkość obrotową mieszadła równą 400 obr./min., w trakcie mieszania zmieniano sześciokrotnie kierunek obrotów mieszadła. Po zakończeniu mieszania odgazowywano mieszaninę przez czas 5 minut, z wykorzystaniem pompy próżniowej, w celu usunięcia pęcherzyków powietrza z objętości kleju w stanie ciekłym. Przygotowana w ten sposób mieszanina klejowa dla każdego z wytypowanych klejów była gotowa do aplikacji.

4.4. Badania nanoindentacyjne

Jedną z dostępnych technik służących do ilościowego pomiaru właściwości mechanicznych materiałów na bardzo małych powierzchniach jest badanie nanoindentacyjne. Badanie to polega na wprowadzaniu wgłębniaka (indentera) o określonej geometrii w badany materiał, prostopadle do jego powierzchni. W badaniu wyznaczana jest zależność pomiędzy indukowaną siłą a drogą jaką pokonuje wgłębniak wciskany w materiał. Opracowana w ten sposób krzywa zależności siły w funkcji przemieszczenia określa odpowiedź materiału na odkształcenie oraz pozwala

na wyznaczenie wielu właściwości mechanicznych materiału, takich jak moduł Younga i twardość.

Modele stosowane do wyznaczania nanotwardości badanego materiału zwykle zakładają, że powierzchnia próbki jest płaska oraz jednorodna. Jednakże, zwłaszcza w nanoskali, założenie to jest niepoprawne z uwagi na obecność defektów, rzadzisz, wydzieleni i wtrąceń. Oznacza to że określenie właściwości badanego materiału na podstawie pojedynczych pomiarów nanoindentacyjnych jest zbyt daleko idącym uśrednieniem, gdyż w rzeczywistości na powierzchni możemy mieć do czynienia ze zmiennością tych parametrów. Dlatego, do pełniejszej charakterystyki pomocne jest mapowanie właściwości mechanicznych – tzn. konieczność ich określenia dla wielu punktów na powierzchni badanego materiału.



Rys. 4.5. Schemat badania nanoindentacyjnego

Pomiar wgłębniakiem realizowany jest poprzez kontroler i przetwornik, który zadaje obciążenie i kontroluje przemieszczenie wgłębniaka, który zwykle ma kształt piramidy wykonanej z diamentu, o znanych właściwościach mechanicznych i parametrach geometrycznych. Generowane w przetworniku siły elektrostatyczne pomiędzy elektrodami przyjmują stosunkowo małe wartości i są łatwe do kontrolowania, co pozwala uzyskać rozdzielczość zadawanych obciążeń na poziomie nanoniutonów. Ten rodzaj czujników pojemnościowych umożliwia również pomiar przemieszczeń z bardzo wysoką dokładnością, nawet w skali subnanometrycznej. Przetwornik zwykle sprzężony jest z mikroskopem cyfrowym lub skanerem, co umożliwia dokładne pozycjonowanie wgłębniaka w kluczowych miejscach np. na granicy faz. Rysunek 4.5. przedstawia schematycznie badanie nanoindentacyjne.

Aby wyznaczyć moduł Younga badanego metodą nanoindentacji materiału, stosuje się metodę Olivera-Pharra. Zasada wykorzystywana w metodzie Olivera-Pharra polega na wyznaczeniu krzywej naprężenie-odkształcenie podczas wykonywania testu nanoindentacji, oraz zastosowaniu modelu matematycznego Hertziana. Model ten opisuje deformację materiału na podstawie geometrycznych parametrów indentera i właściwości sprężystych materiału [100].

Do badań nanoindentacyjnych przygotowano próbki w ilości trzynastu sztuk – po dwie dla każdej z mieszanin klejowych klejów z serii Epidian i odpowiednio po jednej dla każdego z klejonych materiałów (stal o podwyższonej odporności na korozję 1.4301 oraz stop aluminium EN AW-2024 T3), oraz dodatkową próbkę dla kleju Loctite Hysol EA 9392 Aero, łączącego blachy ze stopu aluminium (EN AW-2024 T3). Próbki miały formę dwóch sklejonych blach, o wstępnych wymiarach 40 x 60 mm. Blachy wycięto wstępnie przy pomocy strumienia hydroabrazyjnego. Powierzchnię blach oczyszczono czyszczywem oraz zmywaczem. Dla obu łączonych materiałów technologia przygotowania powierzchni do klejenia była inna. Powierzchnię blachy ze stali nierdzewnej szlifowano ręcznie papierem ściernym o gradacji 320, wykonując okrężne ruchy w taki sposób, aby uzyskać losową kierunkowość nierówności na powierzchni przygotowywanej blachy. W przypadku przygotowania powierzchni blach ze stopu aluminium wykorzystano włókninę P320, powierzchnię szlifowano ręcznie w taki sposób, aby uzyskać losowy rozkład nierówności na powierzchni blachy. Po rozwinięciu powierzchni blach poprzez szlifowanie, powierzchnię czyszczono czyszczywem oraz dwukrotnie zmywaczem Loctite 7061. Nadmiar ścierano czyszczywem, próbkę pozostawiono do wyschnięcia.

Wybraną kompozycję klejową przygotowaną zgodnie z procedurą przedstawioną wcześniej, nakładano na oczyszczoną powierzchnię próbki za pomocą szpательki, równomiernie rozprowadzając klej na obu łączonych powierzchniach. Nakładając warstwę kleju na łączone blachy starano się dodatkowo „wciskać” klej w powierzchnię łączonego materiału. W następnym kroku blachy łączono razem, połączenie zabezpieczano przed przesunięciem i umieszczano w specjalnie przygotowanym worku próżniowym, gdzie poprzez zastosowanie podciśnienia uzyskano nacisk na łączone próbki równy 0,1 MPa. Z uwagi na różną gęstość mieszaniny klejowej uzyskiwano zróżnicowane grubości spoin. Starano się uzyskiwać jak najcieńsze grubości spoin, aby móc zaobserwować możliwie największe „umocnienie” w obszarze spoiny klejowej.

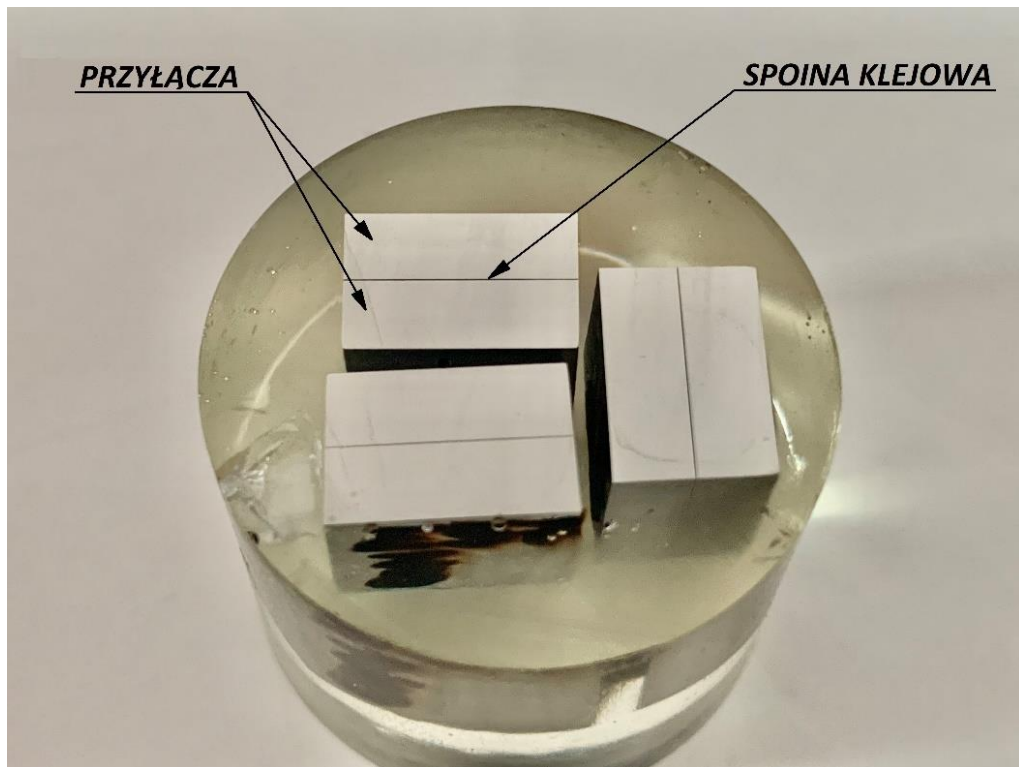
Próbki z naciskiem 0,1 MPa utwardzono przez okres 24 godzin, w stałych warunkach środowiskowych: temperatura 18–20 °C i wilgotność względna 38–40%. Następnie, po wyjęciu z worka próżniowego sezonowano je przez okres minimum 168 godz. Na rysunku 4.6. zamieszczono zdjęcie w trakcie przygotowania próbek w worku próżniowym, przeznaczonych do badań nanoindentacyjnych.



Rys. 4.6. Próbki przeznaczone do badań nanoindentacji w trakcie procesu utwardzania w worku próżniowym

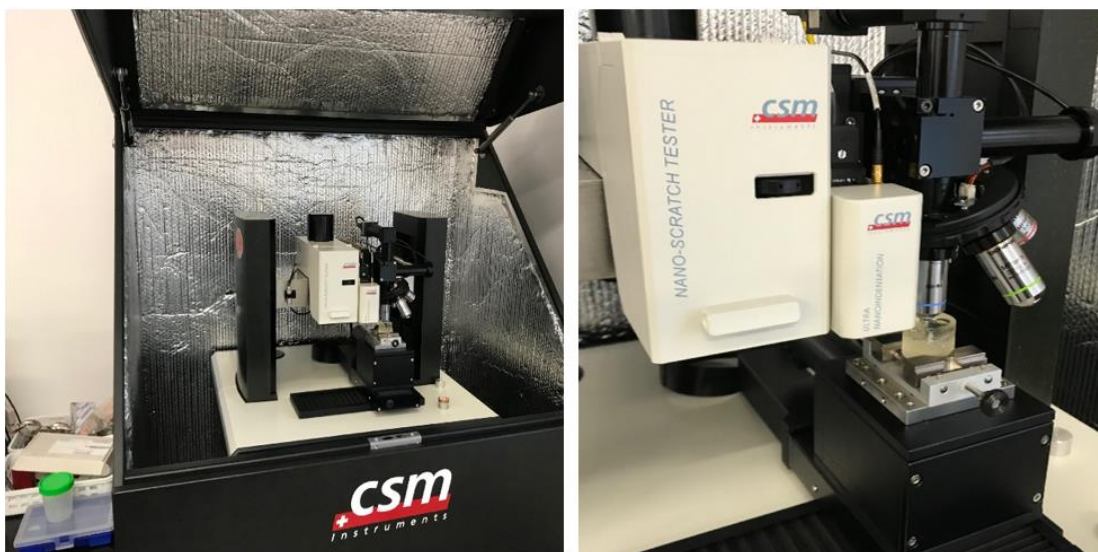
Po czasie sezonowania ze środka blachy, wykorzystując proces cięcia strumieniem hydroabrazyjnym wycinano próbki o wielkości 10x15 mm do badań nanoindentacyjnych. Cięcie z wykorzystaniem strumienia hydroabrazyjnego umożliwia wykonanie próbek połączeń klejowych eliminując do minimum ryzyko zniszczenia połączenia, z uwagi na brak oddziaływania cieplnego w strefie cięcia. Tak przygotowane próbki z wyeksponowaną do badania powierzchnią umieszczono w formach i zalewano żywicą. Próbki ze zglądami spoin klejowych przygotowywano poprzez wstępne szlifowanie na tarczach szlifierskich, równocześnie stosowano intensywne chłodzenie. Proces przygotowania powierzchni kontynuowano z wykorzystaniem papierów ściernych, rozpoczynając od papieru o grubym ziarnie (180, 240), obróbkę bardzo dokładną prowadzono używając papierów o drobnej granulacji ziarna (1000, 1200). Podczas

szlifowania utrzymywano warunki minimalizujące oddziaływanie cieplne na spoinę klejową. Po szlifowaniu próbki poddano polerowaniu sposobem mechanicznym, na poziomo ustawionych tarczach obrotowych wyłożonych filcem, pokrytych zawiesiną wodną Al_2O_3 . Polerowanie realizowano aż do uzyskania lustrzanej powierzchni, pozbawionej rys. Gotową próbkę przemywano w wodzie oraz alkoholu etylowym, a następnie suszono w strumieniu sprężonego powietrza. Na rysunku 4.7 zamieszczono zdjęcie zglądów spoin klejowych przygotowanych do badań nanoindentacyjnych.



Rys. 4.7. Zglądy spoin klejowych przygotowane do badań nanoindentacyjnych

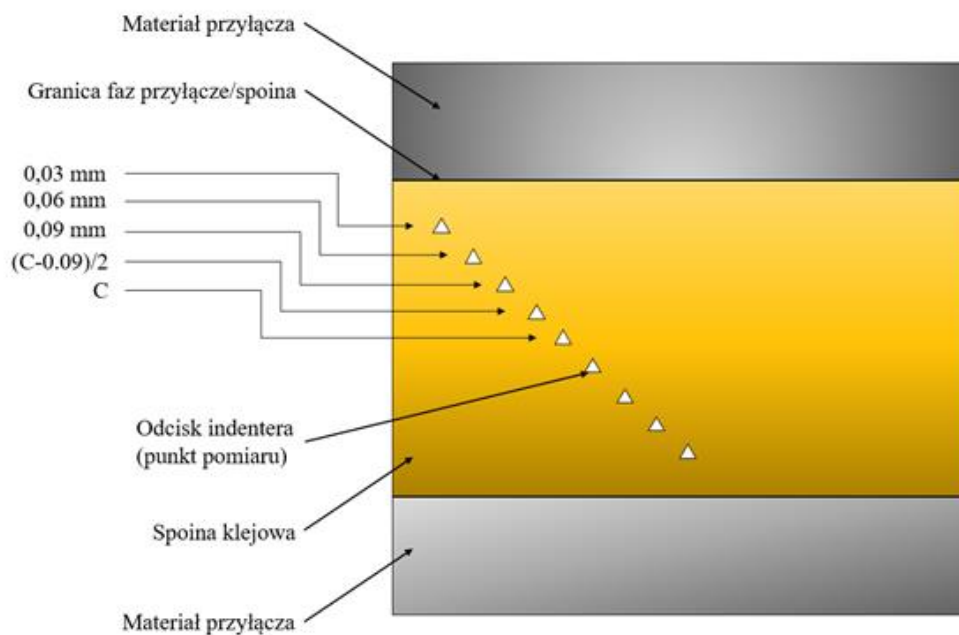
Badanie, które miało na celu określenie różnic w wartościach modułu Younga na grubości kleju w zależności od odległości od granicy faz przeprowadzono z użyciem ultrananoindentera CSM instruments. Rysunek 4.8 przedstawia stanowisko badawcze z zamontowaną próbką.



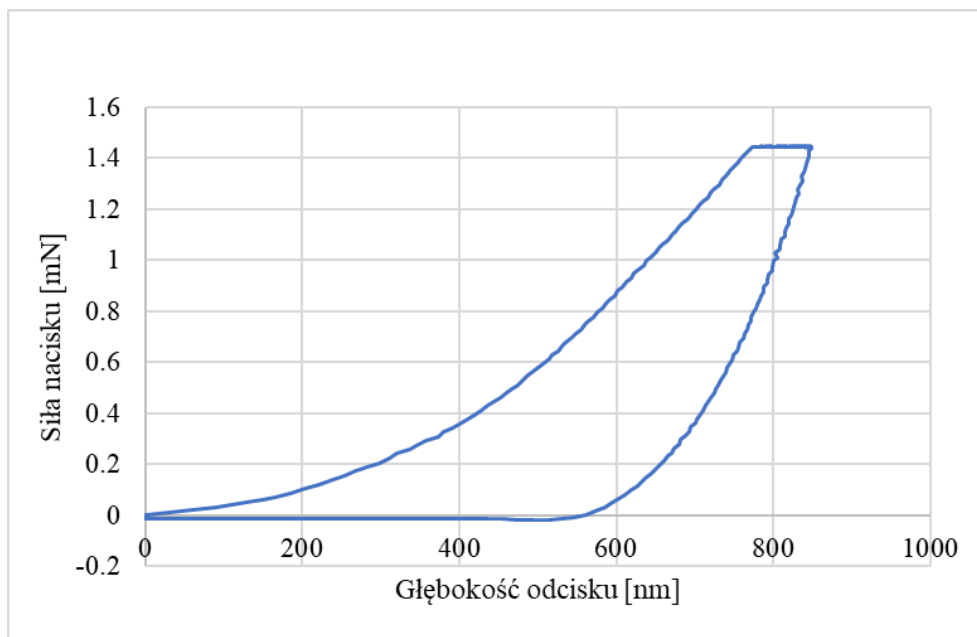
Rys. 4.8. Stanowisko badawcze z ultrananoindenterem CSM Instruments

Wykorzystując ultrananoindenter CSM instruments można realizować pomiar mikrotwardości i obliczyć twardość oraz moduł Younga metodą Oliviera-Pharr'a z wysoką dokładnością [41]. Nanotwardość definiowana jest jako miara oporu materiału w czasie wprowadzania prostopadle do jego powierzchni wgłębnika, o zdefiniowanej geometrii i ściśle określonych właściwościach materiału.

Badanie prowadzono na przekroju poprzecznym (grubości) spoiny klejowej, począwszy od granicy faz metal-klej do środka spoiny, z wykorzystaniem głowicy referencyjnej, pozwalającej na utrzymywanie stałych zagłębień indentera w stosunku do powierzchni materiału. Indentacje wykonano w 5 punktach, począwszy od odległości 3 μm , 6 μm , 9 μm , w środku grubości spoiny oraz punkcie pomiędzy środkiem spoiny a punktem 9 μm . Indentacje wykonywano do połowy grubości każdej ze spoin, zakładając symetrię. Aby zapewnić uśrednienie wyników wykonano 10 powtórzeń dla każdego z punktów pomiarowych, w różnych miejscach spoiny klejowej. Nanoindentacje wykonywano stosując wgłębnik diamentowy o geometrii Berkovicha na ustaloną głębokość 800 nm. Rysunek 4.9 przedstawia przykładową krzywą obciążania i odciążania podczas wykonywania nanoindentacji. Pierwszy z pomiarów wykonano możliwie jak najbliżej granicy faz metal-klej, w odległości 3 μm . Na rysunku 4.10 przedstawiono schemat wykonywania indentacji na grubości spoiny klejowej, wraz z naniesionymi wymiarami.



Rys. 4.9. Schemat wykonywania indentacji na grubości spoiny klejowej, wraz z naniesionymi odległościami od brzegu spoiny. C – punkt pomiarowy w środku spoiny



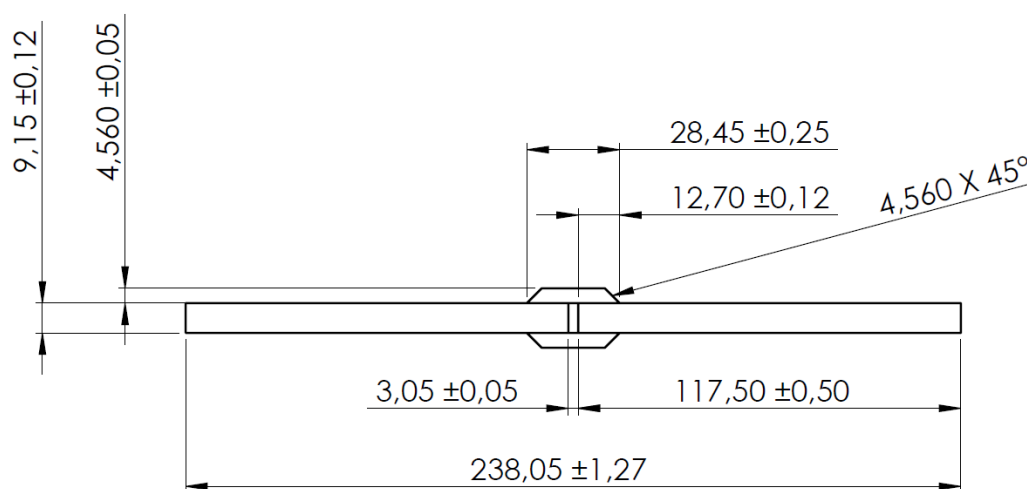
Rys. 4.10. Przykładowa krzywa obciążania i odciążania podczas wykonywania nanoindentacji

Z uwagi na konieczność zachowania odpowiedniej odległości pomiędzy kolejnymi odciskami, co wiązało się z koniecznością wyeliminowania wpływu kolejnych odcisków na siebie, odciski przemieszczano względem siebie pod kątem ok. 45° , zamiast ustawiać je w linii prostopadłej do łączonych przyłączy. Jest to praktyka zgodna z zaleceniami producenta urządzenia. Po zakończonym badaniu otrzymano charakterystyki siła

przemieszczenie dla wszystkich mierzonych punktów w ustalonych odległościach od granicy faz. Na podstawie uzyskanych danych wyznaczono moduł Younga i nanotwardość w badanych punktach. Metodę nanoindentacji jako metodę wyznaczania modułu Younga walidowano poprzez wyznaczenie modułu Younga tą metodą na tworzywie klejowym i porównaniu go z wartością wyznaczoną na podstawie badania rozciągania próbki wioselkowej z wykorzystaniem ekstensometru.

4.5. Badania wyężenia połączeń klejowych

Do badań wyężenia połączeń klejowych wytypowano próbki dwunakładkowe według normy ASTM D3528. Są to próbki w których występują cztery spoiny klejowe o równej długości zakładki. Próbki dwunakładkowe charakteryzują się symetrycznością obciążenia we wszystkich spoinach z uwagi na budowę próbki oraz sposób przyłożenia obciążenia. Na rysunku 4.11 przedstawiono szkic próbki dwunakładkowej wykorzystanej w badaniach wraz z naniesionymi istotnymi wymiarami.



Rys. 4.11. Szkic próbki dwunakładkowej

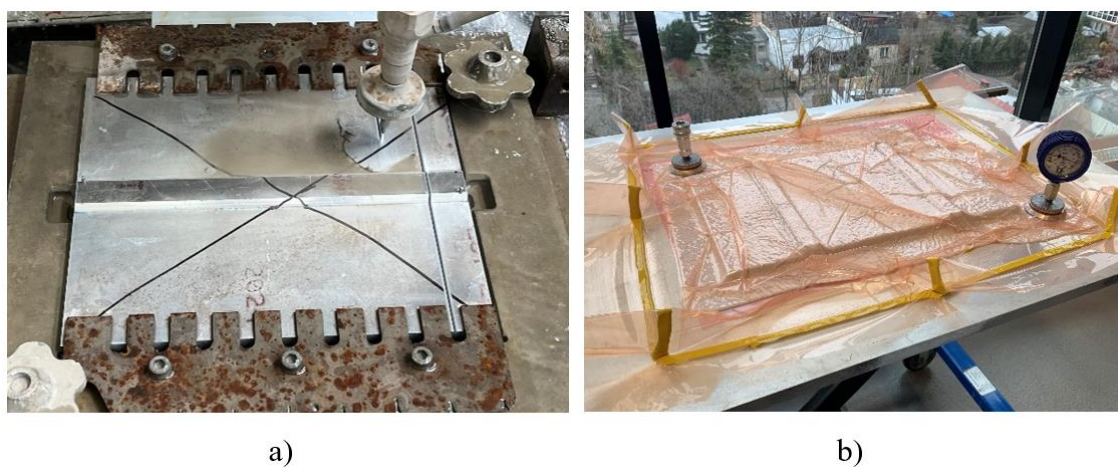
Próbki do badań osiowego rozciągania połączeń klejowych wykonywano ze stopu aluminium EN AW-2024 T3, łączonego wytypowanymi do badań klejami. Do wykonywania próbek wykorzystano dwie grubości blach ze stopu aluminium. Na przylączka wykorzystano blachę o grubości 9,15 mm, natomiast na nakładki zastosowano blachy o dwa razy mniejszej grubości 4,56 mm. Próbki przygotowano z zachowaniem wysokiej dokładności wytwarzania. Nakładki oraz przylączka wycinano wstępnie strumieniem hydroabrazyjnym, zachowując naddatki technologiczne.

Następnie na frezarce CNC AVIA VMC 800 HS, frezowano istotne geometryczne cechy warunkujące powtarzalność wykonywanych próbek. Opracowano technologię wytwarzania próbek zapewniającą możliwie najwyższą precyzję wykonania przyłączy i nakładek. Próbki wykonywano w formie panelu zawierającego do 8 próbek. Przyłącza wykonywano jako jeden element, w którego środku frezowano rowek, oraz wiercono otwory pozycjonujące, blachę przyłączy względem nakładek, co jest konieczne, aby zachować odpowiednią długość zakładki. Próbki po obróbce frezarskiej, przygotowane do klejenia przedstawiono na rysunku 4.12



Rys. 4.12. Próbki w formie panelu przygotowane do klejenia, z widocznymi cechami technologicznymi: rowkiem oraz otworami pozycjonującymi

Na rysunku 4.12 zaznaczono również powierzchnie, które zostały przygotowane do klejenia. Powierzchnie te przygotowywano w analogiczny sposób jak w przypadku próbek klejonych doczołowo, przeznaczonych do badań nanoindentacyjnych. Na tak przygotowaną powierzchnię szpatułką nakładano kompozycję przygotowaną zgodnie z procedurą przedstawioną w rozdziale 4. Nadmiar kleju usuwano. Aby zachować pustą przestrzeń pomiędzy przyłączami i uniemożliwić jej wypełnienie przez klej, w wykonanym wcześniej rowku umieszczano specjalnie przygotowaną silikonową wkładkę, która w całości wypełniała wspomnianą przestrzeń, uniemożliwiając wnikięcie w nią kleju. Aby zapewnić otrzymanie stałej i określonej grubości spoiny we wszystkich przygotowywanych próbkach stosowano dystanse. Przygotowywano próbki połączeń klejonych klejem „elastycznym” oraz „sztywnym” o dwóch grubościach spoin, wytypowanych jako graniczne. Docelowa grubości spoin była równa 0,05 mm oraz 0,1 mm. Dystanse równe planowanej grubości spoiny, w postaci precyzyjnych blaszek stalowych, umieszczano w trzech miejscach, na końcach oraz w środku panelu. W miejscach stosowania dystansów nie nakładano kleju, aby uzyskać grubość spoiny klejowej możliwie jak najbliższej wartości oczekiwanej. Przygotowane w ten sposób próbki umieszczano w worku próżniowym i utwardzano je stosując nacisk równy 0,1 MPa, przez okres 24 godzin. Po tym czasie otwierano worek próżniowy i sezonowano próbki przez okres minimum 168 godzin. Po tym okresie panele cięto na próbki w dedykowanym przyrządzie, z wykorzystaniem strumienia hydroabrazyjnego, gwarantującego zachowanie integralności spoiny klejowej. Na rysunku 4.13 przedstawiono utwardzanie paneli w worku próżniowym oraz cięcie paneli na próbki strumieniem hydroabrazyjnym.



Rys. 4.13. a) Cięcie paneli na próbki strumieniem wodnościernym, b) Proces utwardzania paneli w worku próżniowym

Próbki z brzegów oraz ze środka, w których znajdowały się dystanse, odrzucano. Próbki oczyszczano z zabezpieczenia taśmą, wypłytki oraz wypełnienia silikonowego pomiędzy przyłączami. Przed przystąpieniem do wykonania próby rozciągania osiowego kontrolowano pod mikroskopem grubość spoiny klejowej badanych próbek. Mierzono każdą z czterech spoin, wyniki uśredniono. W ten sposób przygotowane próbki poddawano próbie osiowego rozciągania na maszynie wytrzymałościowej. Na rysunku 4.14 przedstawiono próbkę dwunakładkową umieszczoną w szczękach maszyny wytrzymałościowej.



Rys. 4.14. Próbkę dwunakładkową w szczękach maszyny wytrzymałościowej z zapiętym ekstensometrem

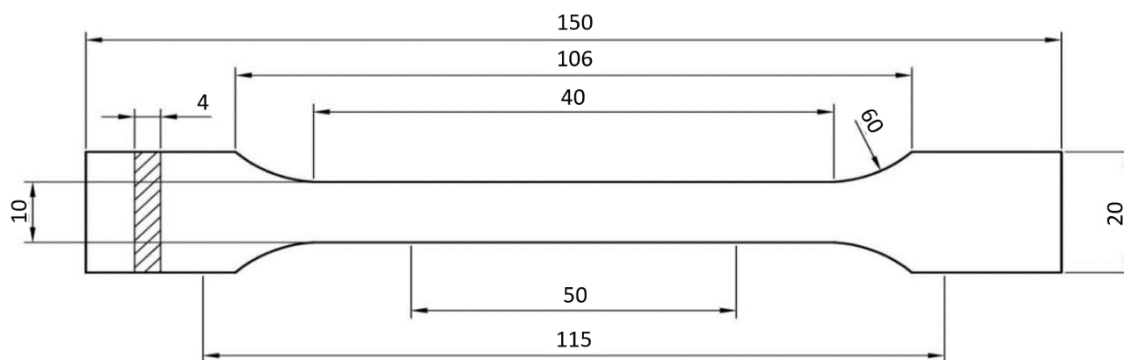
Badanie wykonywano z wykorzystaniem ekstensometru, gwarantującego dokładny pomiar przemieszczenia na odcinku 50 mm. Badanie realizowano zgodnie z normą ASTM D3528, stosując siłę wstępną równą 50 N, nadając przemieszczenie trawersy maszyny wytrzymałościowej równe 2 mm/min. Badanie realizowano aż do zniszczenia próbki.

Po przeprowadzeniu badania niszczącego próbki posegregowano w pary, aby porównać ich powierzchnie zniszczenia. Próbki badano pod mikroskopem Keyence VHX-5000 z obiektywem makro. Do przeprowadzenia porównania charakteru zniszczenia spoin wykorzystano powiększenie 10 x.

4.6. Badania modułu Younga tworzywa klejowego

Moduł Younga tworzywa klejowego wyznaczano w klasycznej próbie rozciągania osiowego próbek wiosełkowych. Podstawowa próba rozciągania nazywana jest próbą statyczną, mimo że obciążenie powoli narasta ze stałą zdefiniowaną prędkością. Niemniej jednak przyjmuje się, że odpowiadające w stanie spoczynku znanym naprężeniom odkształcenia pojawiają się natychmiast po zadziałaniu obciążenia, tzn. w każdej chwili istnieje równowaga w stanie naprężenia i odkształcenia. W dużej mierze jest to słuszne dla odkształceń sprężystych. W zakresie jednak odkształceń plastycznych dla wielu materiałów przyjęcie takiego założenia jest niezgodne z prawdą.

Celem przeprowadzenia badania, kompozycję klejową przygotowaną w analogiczny sposób jak w przypadku wykonywanych próbek do badań nanoindentacji oraz wyężenia połączeń klejowych, odlewano w formie silikonowej w kształcie wiosełek. W ten sposób przygotowane próbki pozostawiono do utwardzenia przez okres minimum 168 godzin. Po tym czasie próbki wyjmowano z formy, a następnie frezowano, aby nadać im jednakową grubość 4 mm. W ten sposób wykonane próbki poddawano próbie osiowego rozciągania mającej na celu wyznaczenie modułu Younga. Próbę realizowano wg normy DIN EN ISO 527-1 [114], z wykorzystaniem ekstensometru zapewniającego precyzyjny pomiar wydłużenia próbki na odcinku 50 mm. Na rysunku 4.15 przedstawiono próbkę wiosełkową z naniesionymi wymiarami.



Rys. 4.15. Próbką wioselkowa z tworzywa klejowego wg normy DIN EN ISO 527-1 [105]

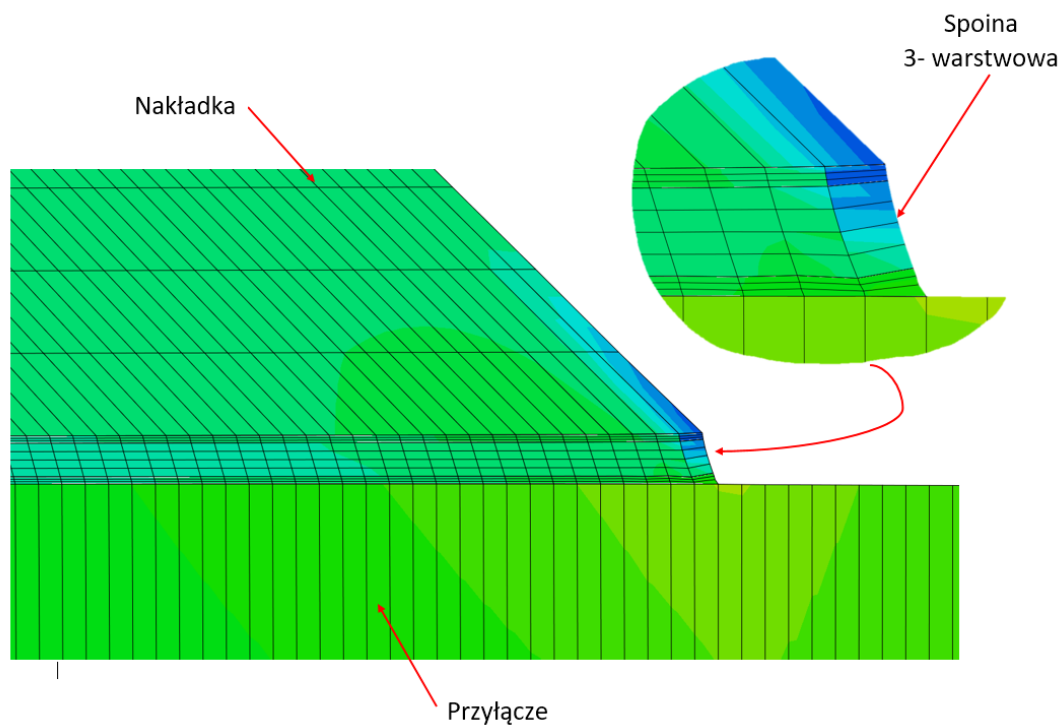
W przedmiotowej próbie rozciągania wyznaczano również charakterystykę naprężeniowo-odkształceniową oraz określono wytrzymałość na zniszczenie tworzywa klejowego. Na podstawie uzyskanych krzywych rozciągania wyliczono wartości modułu Younga tworzyw klejowych.

4.7. Modelowanie numeryczne wyteżenia spoin klejowych

Na podstawie uzyskanych wyników eksperymentu przygotowano model numeryczny w programie Abaqus. Celem badania jest porównanie stanu naprężeń w połączeniu klejowym w modelu uwzględniającym zróżnicowanie we właściwościach materiału na grubości spoiny oraz w modelu z jednorodnymi właściwościami w całej objętości spoiny klejowej. W celu zdefiniowania istotności różnic w wartościach modułu Younga na grubości spoiny klejowej, zbudowano model numeryczny z uwzględnieniem zmienionych wartości modułu Younga otrzymanych w badaniu nanoindentacyjnym. Do weryfikacji wybrano próbkę dwunakładkową w reprezentacji 2D w dwóch wariantach, o wymiarach zgodnych z normą ASTM D3528 [127]. W pierwszym wariacie spoinę klejową o grubości 0,05 mm i 0,1 mm, przedstawiono jako jednostrefową z jednakową wartością modułu Younga spoiny klejowej w całej objętości spoiny klejowej. W drugim wariacie moduł Younga spoiny, zmieniano w funkcji grubości spoiny poprzez stosowanie podprogramu.

Opracowując modele spoin klejowych, na potrzeby symulacji poziomego wyteżenia połączenia starano się przyjąć różne warianty modelowania. Jednym z wariantów było podzielenie spoiny klejowej na jej grubości na odrębne bryły, dla których niezależnie można zdefiniować zmienione właściwości spoin. W przypadku spoin klejowych taki

sposób modelowania może być problematyczny z uwagi na ich bardzo małe grubości. Często może prowadzić to do powstawania osobliwości naprężeń w spoinie, wywołanych podziałem spoiny na coraz mniejsze elementy skończone. W modelowaniu numerycznym, im gęstszą siatkę MESH zastosujemy w miejscu działania obciążenia, tym bardziej rozpatrywany obszar oddziaływania naprężenia będzie zbliżał się do zera. Oznacza to, że każda kolejna iteracja będzie generować coraz większe wartości naprężeń, mimo że wartość działającego obciążenia nie zmienia się. Powoduje to otrzymywanie niepoprawnych wartości naprężeń w istotnych punktach geometrii modelu. Powyższe jest prawdziwe w przypadku, gdy spoinę np. o grubości 0.1 mm podzielimy na części reprezentujące zmiany wartości modułu Younga na jej grubości. Podział na mniejsze bryły skutkuje koniecznością ich podziału na co najmniej 3 elementy skończone co wiąże się z nadmiernym zagęszczeniem siatki w obszarze spoiny. Na rysunku 4.16 przedstawiono podział spoiny na trzy bryły, z widoczną zagęszczoną siatką elementów skończonych w obszarze stref przyściennych.



Rys. 4.16. Podział spoiny na trzy bryły, z widoczną zagęszczoną siatką elementów skończonych w obszarze stref przyściennych

Przykładowo podział spoiny o grubości 0,1 mm na trzy strefy – dwie strefy przyścienne o grubości 0,015 mm każda oraz rdzeń spoiny o grubości 0,07 mm będzie

skutkował maksymalną wartością poszczególnego elementu skończonego w obszarze strefy przyściennej równo 0,005 mm.

Aby odwzorować faktyczne zmiany w wartości modułu Younga na grubości spoiny konieczne jest lepiej dopasowane podejście. Zaproponowano wykorzystanie podprogramów użytkownika do opisu stałych materiałowych w oprogramowaniu Abaqus. Do opisu materiału spoiny wykorzystano podprogram użytkownika USDFLD, który umożliwia zdefiniowanie zmiennych pola w punkcie materiałowym jako funkcji czasu lub dowolnej z dostępnych wielkości punktu materiałowego wymienionych w tabeli zmiennych. Podprogram umożliwia również wprowadzenie właściwości materiału zależnych od otrzymanego rozwiązania, ponieważ takie właściwości można łatwo zdefiniować jako funkcje zmiennych pola. Podprogram jest wywoływany we wszystkich punktach materiałowych elementów (węzłach), dla których definicja materiału zawiera zmienne polowe zdefiniowane przez użytkownika. Podprogram może wykorzystywać i na bieżąco aktualizować zmienne stanu. W powyższy sposób można uzależnić wartość modułu Younga od grubości spoiny klejowej w sposób dowolny. Polega to na opisie zmian wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej zgodnie z wartościami otrzymanymi w badaniach nanoindentacji. Z uwagi na konieczność ciągłego przeliczania stałych materiałowych w deformowanym materiale konieczna jest odpowiednia konfiguracja programu Abaqus do pracy z językiem programowania Fortran, poprzez program MS Visual Studio oraz modyfikację zmiennych środowiskowych, aby zapewnić poprawne działanie programu Abaqus z podprogramami. Po zakończeniu konfiguracji programu przygotowano podprogram uzależniający wartość modułu Younga ze współrzędną na grubości spoiny klejowej. Na rysunku 4.17 przedstawiono wykorzystany w obliczeniach numerycznych podprogram.

Stałe materiałowe wykorzystane w opisie właściwości spoiny klejowej oraz sposób ich wprowadzania zostanie opisany w następnym rozdziale z uwagi na fakt, że zostały one wyznaczone doświadczalnie.

```

C-----
SUBROUTINE USDFLD(FIELD, STATEV, PNEWDT, DIRECT, T, CELENT,
1 TIME, DTIME, CMNAME, ORNAME, NFIELD, NSTATV, NOEL, NPT, LAYER,
2 KSPT, KSTEP, KINC, NDI, NSHR, COORD, JMAC, JMATYP, MATLAYO, LACCFLA)
C
INCLUDE 'ABA_PARAM.INC'
C
CHARACTER*80 CMNAME, ORNAME
CHARACTER*3 FLGRAY(15)
DIMENSION FIELD(NFIELD), STATEV(NSTATV), DIRECT(3,3),
1 T(3,3), TIME(2)
DIMENSION ARRAY(15), JARRAY(15), JMAC(*), JMATYP(*), COORD(*)

C-----
C Deklaracje zmiennych
REAL THICKNESS, E_MODULUS
INTEGER N, I

C N - liczba węzłów na grubości spoiny klejowej
N = STATEV(1)

C Dynamiczne określenie wartości grubości i modułu Younga
REAL, DIMENSION(N) :: THICKNESS_TABLE, MODULUS_TABLE

C Pobierz grubość spoiny klejowej z trzeciej współrzędnej
THICKNESS = COORD(2)

C Przypisanie wartości do tablic THICKNESS_TABLE i MODULUS_TABLE z danych materiałowych
DO I = 1, N
    THICKNESS_TABLE(I) = STATEV(1 + 2 * I)
    MODULUS_TABLE(I) = STATEV(2 + 2 * I)
END DO

C-----
C Interpolacja wartości modułu Younga z tabeli
IF (THICKNESS .LE. THICKNESS_TABLE(1)) THEN
    E_MODULUS = MODULUS_TABLE(1)
ELSE IF (THICKNESS .GE. THICKNESS_TABLE(N)) THEN
    E_MODULUS = MODULUS_TABLE(N)
ELSE
    DO I = 1, N-1
        IF (THICKNESS .GE. THICKNESS_TABLE(I) .AND. THICKNESS .LT. THICKNESS_TABLE(I+1)) THEN
            E_MODULUS = MODULUS_TABLE(I) +
                & (MODULUS_TABLE(I+1) - MODULUS_TABLE(I)) /
                & (THICKNESS_TABLE(I+1) - THICKNESS_TABLE(I)) *
                & (THICKNESS - THICKNESS_TABLE(I))
        END IF
    END DO
END IF

C-----
C Ustawienie wartości modułu Younga w pierwszej zmiennej pola
FIELD(1) = E_MODULUS

C-----
RETURN
END

```

Rys. 4.17. Podprogram wykorzystany w obliczeniach numerycznych połączeń klejowych do uzależnienia wartości modułu Younga od grubości spoiny klejowej

Model połączenia dwunakładkowego opracowano w reprezentacji dwuwymiarowej. W modelu nadano ograniczenia odzwierciedlające rozciąganie w szczękach maszyny wytrzymałościowej. Dla jednego z chwytów przyłącza zdefiniowano określoną wartość siły rozciągającej połączenia. Drugi z chwytów przyłącza unieruchomiono poleceniem „Encastre”, uniemożliwiając ruch oraz obrót w osiach x, y i z. Materiałem przyłączy i zakładek był stop aluminium EN AW-2024 T3. Długość każdej zakładki wynosiła 12,7 mm. Dla materiału kleju zastosowano numeryczny model sprężysto-plastyczny.

Połączenia między powierzchniami kleju a przyłączami zostały zdefiniowane jako styk powierzchnia-powierzchnia, a połączenia między nimi zostały ustawione jako "Tie", co spowodowało, że wszystkie węzły elementów łączonych zostały przymocowane do powierzchni przylegania. Uniemożliwia to przesuwanie się powierzchni względem siebie oraz ich wzajemne przenikanie.

Poszczególne części połączenia klejowego, w tym zakładki, przyłącza i spoina klejowa, są oparte na strukturalnej siatce objętościowej czworobocznych elementów skończonych. Bryły zostały podzielone na elementy skończone typu "plane strain", odpowiednie do modelowania cienkich geometrii, a także reprezentujące płaski stan naprężenia. Do wygenerowania siatki użyto elementów skończonych CPE4R. Geometrie przyłączy, zakładek i spoiny klejowej zostały opracowane z uwzględnieniem rzeczywistych wymiarów i ich wzajemnego rozmieszczenia. Uwzględniono odkształcenia przyłączy i zakładek. Materiał spoiny klejowej miał właściwości sprężysto-plastyczne zdefiniowane przez charakterystykę naprężenie-odkształcenie $\sigma = \sigma(\epsilon)$, uzyskaną eksperymentalnie. W połączeniu klejowym panował płaski stan odkształcenia [1].

Tab. 4.5. Stałe materiałowe wykorzystane w modelu numerycznym

Element	Material	Grubość spoiny	Moduł Younga [GPa]	Współczynnik Poissona [-]	Naprężenie niszczące [MPa]
Spoina klejowa jednowarstwowa	Epidian 57/PAC	0,05	0,979	0,34	36
		0,1	0,979		
	Epidian 57/Z1	0,05	1,71	0,34	55
		0,1	1,71		
Spoina klejowa wielowarstwowa	Epidian 57/PAC	0,05	1,99-2,48	0,34	36
		0,1	0,98-2,48		
	Epidian 57/Z1	0,05	3,31-4,54	0,34	55
		0,1	1,71-4,54		
Material przyłączy	EN-AW 2024	-	73 000	0,3	435

W modelowaniu połączeń z wykorzystaniem spoiny wielowarstwowej zastosowano zmienną wartość modułu Younga na jej grubości. Zmianę modułu Younga kleju wzdłuż

grubości kleju opisano zgodnie z wartościami uzyskanymi w badaniach nanoindentacji dla spoin wykonanych klejem Epidian 57/PAC oraz Epidian 57/Z1.

4.8. Wyznaczenie liczebności próby

W celu określenia liczby próbek wymaganych do prowadzenia badania kierowano się normatywami, wg których prowadzone są badania wytrzymałości połączeń klejowych, wyznaczenia modułu Younga oraz wytrzymałości tworzywa klejowego. W przypadku wyznaczenia liczebności próby w badaniu nanoindentacji posłużono się metodami statystycznymi. Liczebność próby do badań wytrzymałości połączeń klejowych przyjęto zgodnie z normą ASTM D3528 określającą warunki prowadzenia badania wytrzymałości dwunakładkowych połączeń klejowych. W przypadku wyznaczenia wytrzymałości oraz modułu Younga tworzywa klejowego w postaci próbki wiosełkowej wykorzystano zapisy normy DIN EN ISO 527-1. Aby wyznaczyć liczebność próby w badaniu nanoindentacji wykonano sprawdzenie za pomocą testu W Shapiro-Wilka normalności rozkładów analizowanych zmiennych. Liczebność próby n wyznaczano na podstawie badań wstępnych oraz zależności 4.1 [82]:

$$n = \frac{t_{(\alpha;f)}^2 S_x^2}{\varepsilon^2}, \quad 4.1$$

gdzie: S_x^2 – wariancja badanej cechy określona na podstawie wyników badań wstępnych, ε – dokładność oceny, t – wartość krytyczna rozkładu t-Studenta, (α – poziom istotności, f – liczba stopni swobody).

Wstępne badania nanoindentacji przeprowadzono dla próbek połączenia klejowego, o grubości 0,1 mm łączącego blachy ze stopu aluminium. Badanie wykonano dla całej grubości spoiny klejowej w łącznie 10 punktach w kolejnych odstępach od brzegu spoiny klejowej, dla każdej z rozpatrywanych odległości wykonano 10 powtórzeń. Uzyskane wyniki dla modułu Younga E oraz twardości spoiny, przeanalizowano i określono rozrzut otrzymanych wyników. Dokładność oceny ε założono na poziomie 5% uzyskiwanych wartości średnich. Na podstawie przyjętego poziomu istotności $\alpha = 0,05$ i liczby stopni swobody równej $f = 7$, z tablicy rozkładu t-Studenta, odczytano współczynnik $t = 2,365$. W tabeli 4.6 przedstawiono wyznaczenie liczebności próby n do dalszych badań nanoindentacji.

Tab. 4.6. Wyznaczenie liczebności próby n w badaniach modułu Younga spoiny klejowej w badaniu nanoindentacji

Parametr	Moduł Younga E spoiny, [GPa]
Średnia \bar{x}	2,402
Odchylenie standardowe σ	0,153
Wariancja S^2_x	0,023
Dokładność oceny ε	0,120
Współczynnik $t \alpha = 0,05; f = 7$	2,365
Liczebność próby n	9,10

Do wykonywania kolejnych badań nanoindentacji na wybranych spoinach klejowych przyjęto liczebność próby $n = 10$.

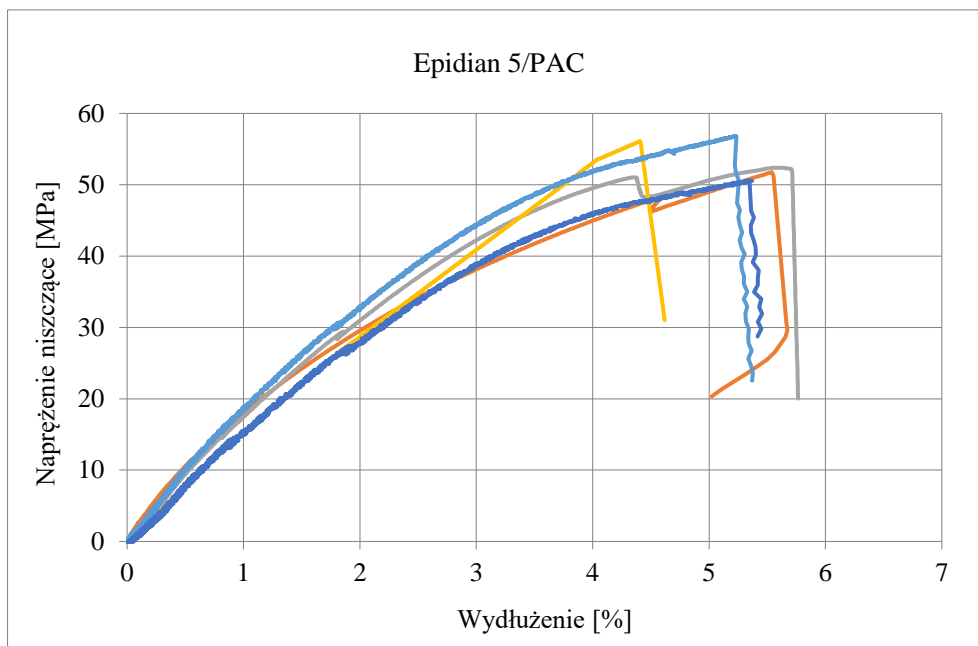
5. WYNIKI BADAŃ WŁASNYCH

W rozdziale 5 przedstawiono wyniki badań własnych dotyczących: wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej, wartości modułu Younga oraz charakterystyki σ/ε wybranych klejów w formie próbek wiosełkowych (Rys. 4.15.), charakterystyki σ/ε , wytrzymałości połączenia klejowego próbek dwunakładkowych oraz wyników symulacji numerycznej wyężenia połączeń klejowych w różnych konfiguracjach. Uzyskane wyniki prac badawczych analizowano w aspekcie postawionych celów głównych pracy doktorskiej.

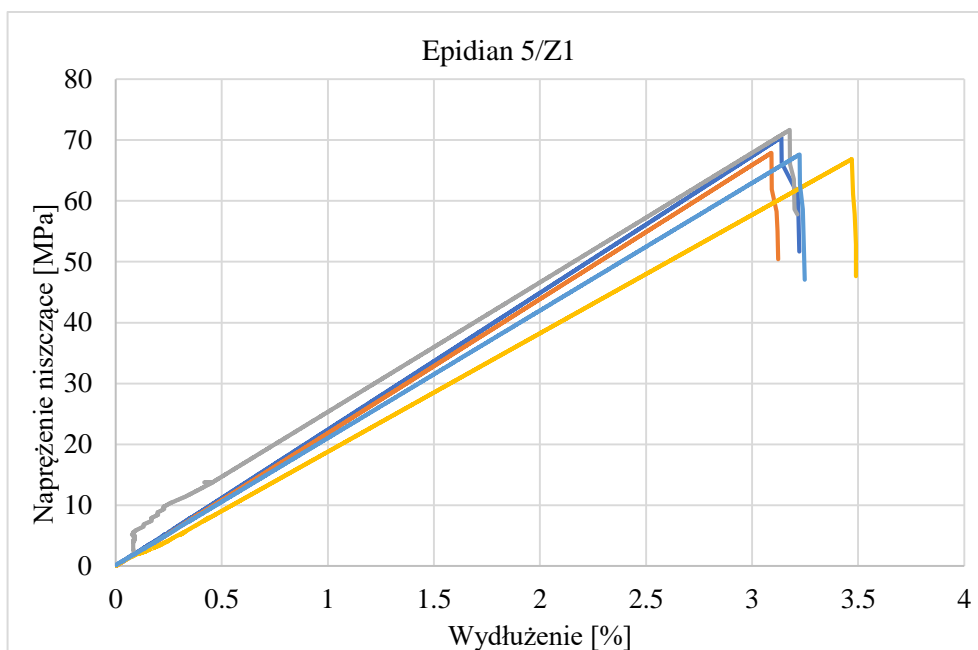
Autor przyjął konwencję nazewnictwa w taki sposób, aby ułatwić prezentację i zrozumienie przedstawianych wyników badań. W odniesieniu do kompozycji klejowych nazwa Epidian 5/PAC, oznacza kompozycję klejową wykonaną zgodnie z procedurą przedstawioną w rozdziale 4. W analogiczny sposób nazywane są pozostałe kompozycje klejowe. Z uwagi na podział spoiny na strefy, autor rozróżnia strefę przyścienną, oznaczoną symbolem „SP”, oraz rdzeń spoiny oznaczony symbolem „R”. W przypadku próbek wykorzystanych w badaniu nanoindentacyjnym autor rozróżnia próbki z przyłączami ze stopu aluminium poprzez wyróżnik „A”, natomiast próbki z przyłączami ze stali o podwyższonej odporności na korozję poprzez wyróżnik „S”.

5.1. Wyniki badań modułu Younga tworzywa klejowego

W badaniach rozciągania osiowego próbek wiosełkowych wykonanych z wybranych klejów, odlewanych w formach silikonowych, wyznaczono naprężenie niszczące próbkę oraz wydłużenie przy zniszczeniu. Na podstawie przebiegu krzywych wyznaczono moduł Younga tworzywa klejowego. Wyniki badań przedstawiono na rysunkach 5.1–5.6. oraz w tabeli 5.1. Pewne rozbieżności w przebiegach krzywych można przypisywać przemieszczeniu się próbki w szczękach maszyny wytrzymałościowej podczas trwania badania.



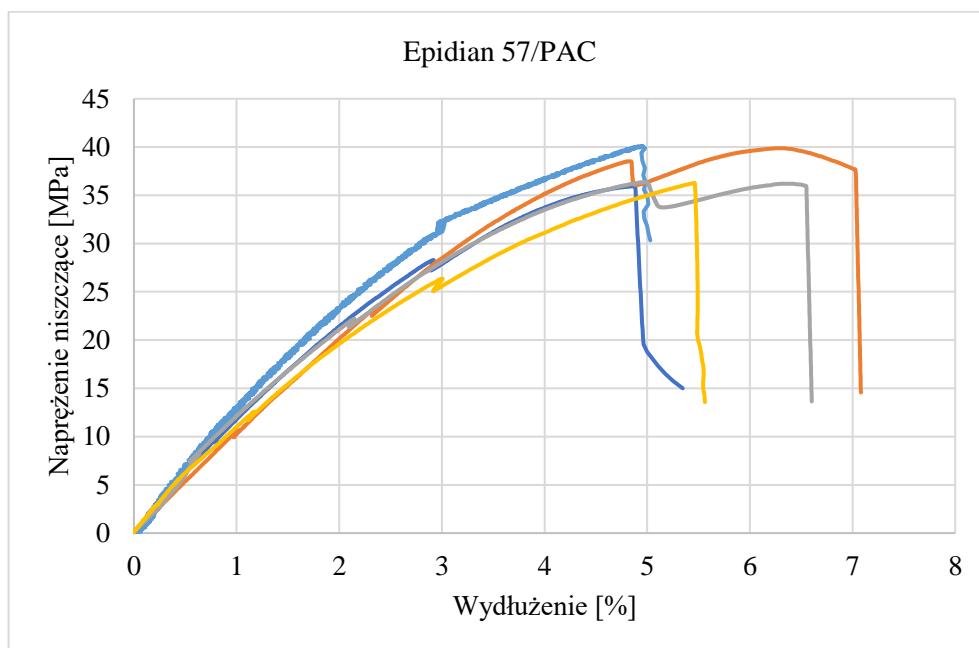
Rys. 5.1. Wykres rozciągania próbek wiósełkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 5/PAC



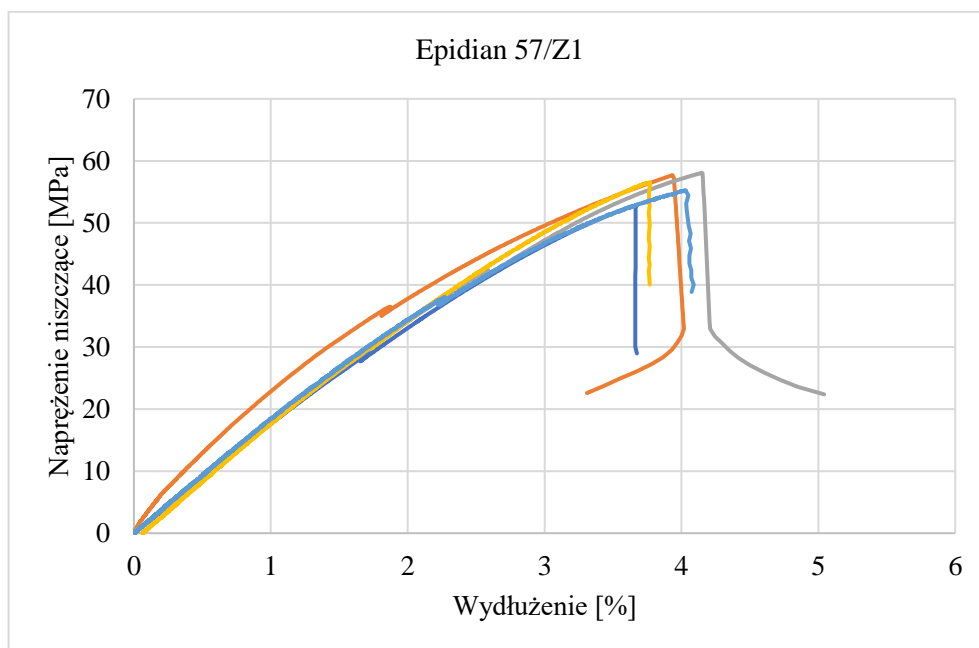
Rys. 5.2. Wykres rozciągania próbek wiósełkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 5/Z1

Wykres krzywych rozciągania serii dla kleju „elastycznego” Epidian 5/PAC przyjmuje charakterystyczny dla klejów elastycznych kształt. Początkowa część wykresu może być opisana, z pewnym uproszczeniem, liniową proporcjonalnością. Współczynnik kierunkowy prostej, czyli tangens kąta, pod którym odcinek wykresu funkcji nachylony jest do osi ϵ , nazywany jest modułem sprężystości wzdłużnej. Krzywizna wykresu nie

przyjmuje jednak kształtu prostoliniowego, dlatego charakterystykę materiału można określić za pomocą modułu Younga w sposób przybliżony.

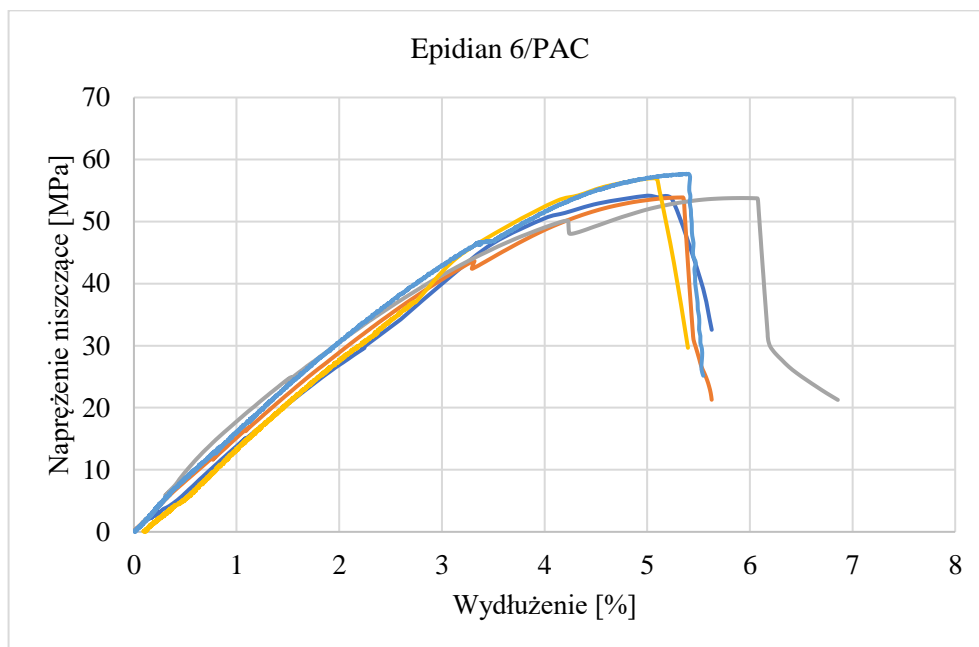


Rys. 5.3. Wykres rozciągania próbek wiósełkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 57/PAC

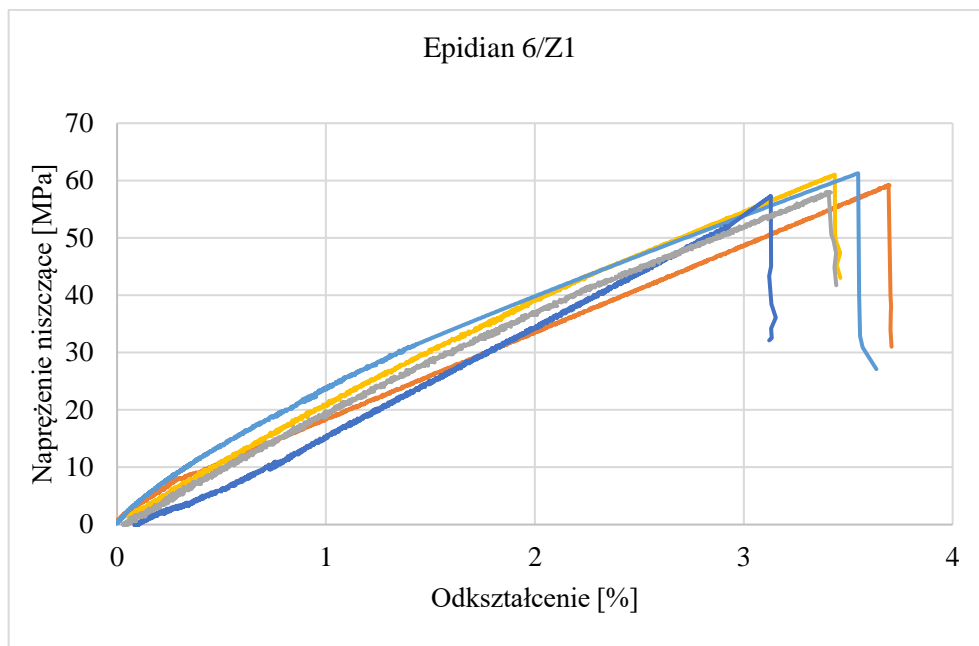


Rys. 5.4. Wykres rozciągania próbek wiósełkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 57/Z1

W przeciwieństwie do klejów „elastycznych” kleje „sztywne” zwykle charakteryzują się liniową charakterystyką σ/ε . Porównując wykresy klejów „elastycznych” oraz klejów „sztywnych”, w przebiegu krzywych klejów „elastycznych” można zauważyć charakterystyczne nieciągłości (uskoki). Korekta w przebiegu krzywej wiąże się ze zmniejszeniem naprężenia przy niewielkim wzroście wydłużenia próbki. Jest to związane z osiągnięciem granicy proporcjonalności oraz powstawaniem mikrouszkodzeń w materiale próbki. Mimo częściowego uszkodzenia próbki, tworzywo klejowe jest zdolne do dalszego przenoszenia obciążenia rozciągającego. Podobne charakterystyczne nieciągłości przebiegu σ/ε nie występują lub są bardzo trudne do zaobserwowania w przypadku klejów sztywnych.



Rys. 5.5. Wykres rozciągania próbek wiósełkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 6/PAC



Rys. 5.6. Wykres rozciągania próbek wiósełkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 6/Z1

W przypadku kleju Epidian 6/Z1, można zaobserwować niemal zupełnie prostoliniową charakterystykę σ/ϵ , aż do zniszczenia materiału kleju. Powyższa charakterystyka materiału adhezyjnego jest znacznie prostsza do odtworzenia w prognozowaniu wytrzymałości połączeń klejowych w badaniach numerycznych.

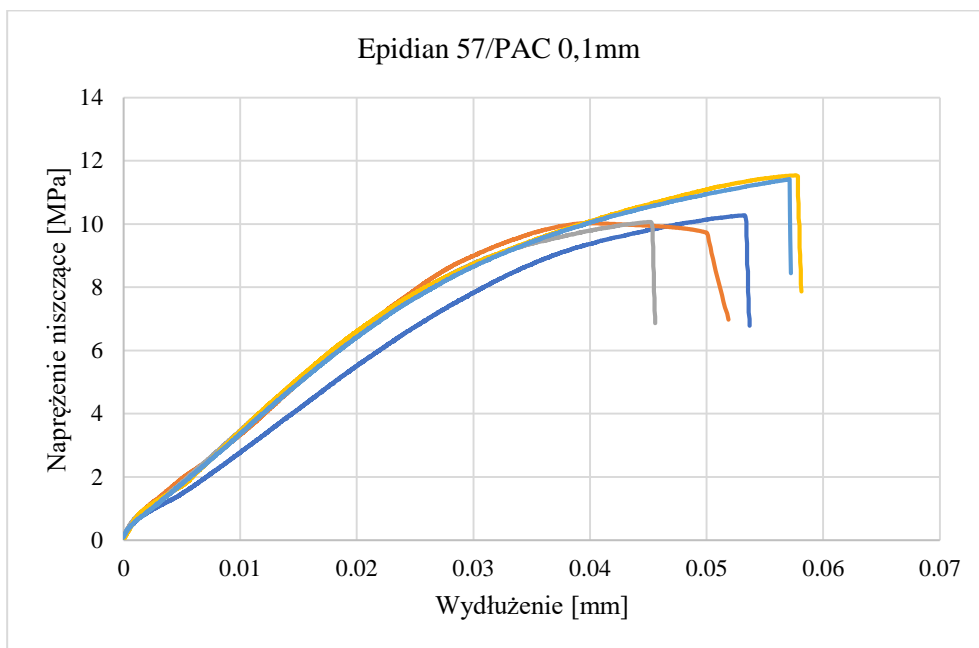
Tab. 5.1. Średnie wartości wytrzymałości na rozciąganie oraz modułu Younga tworzywa klejowego

Klej	Średnia wytrzymałość na rozciąganie [MPa]	Odchylenie standardowe [MPa]	Średni moduł Younga [MPa]	Odchylenie standardowe [MPa]
Epidian 5/PAC	53,54	2,77	1285	47,47
Epidian 5/Z1	68,92	2,06	2029	53,34
Epidian 57/PAC	37,71	2,08	979	40,60
Epidian 57/Z1	56,08	2,14	1701	20,73
Epidian 6/PAC	55,3	1,88	1531	39,21
Epidian 6/Z1	59,38	1,76	1810	32,18

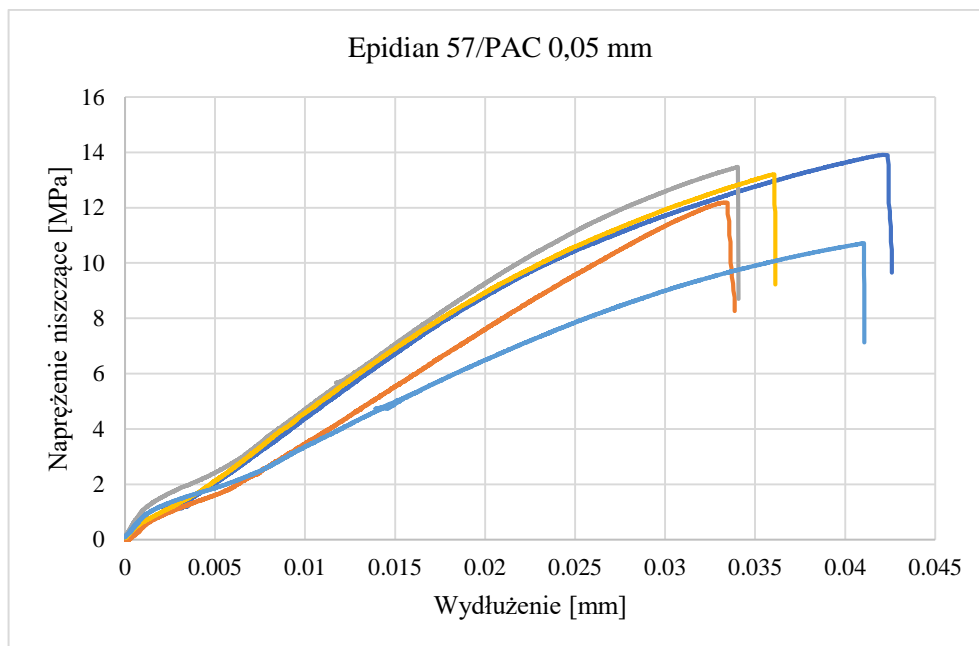
W tabeli 5.1 przedstawiono wartości średniej wytrzymałości tworzywa klejowego oraz modułu Younga wraz z wartościami odchylenia standardowego.

5.2. Wyniki badań wytrzymałości połączeń klejowych

Charakterystykę σ/ε oraz wytrzymałość połączenia klejowego wyznaczono na podstawie próby rozciągania osiowego z ekstensometrem. Po przeprowadzonych badaniach dla wszystkich serii próbek, otrzymane wyniki opracowano i przedstawiono na rysunkach 5.1–5.4 oraz w formie tabelaryzowanej. Na rysunkach zestawiono kolejno wyniki rozciągania osiowego dla próbki dwunakładkowej łączonej klejem „elastycznym”, dla spoin o przybliżonej grubości 0,05 mm oraz 0,1 mm. Aby zachować przejrzystość w przekazie autor zdecydował się przyjąć konwencję nazewnictwa spoin jako 0,05 i 0,1 mm, jako wartości przybliżone rozpatrywanych w badaniach spoin klejowych.

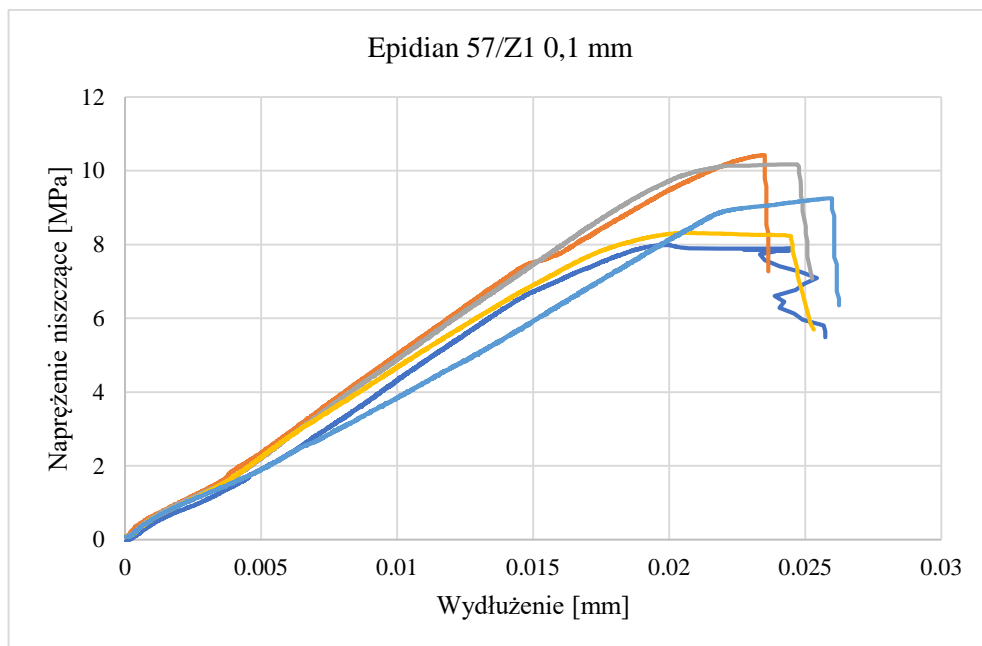


Rys. 5.7. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładkowych klejonych klejem Epidian 57/PAC, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,1 mm

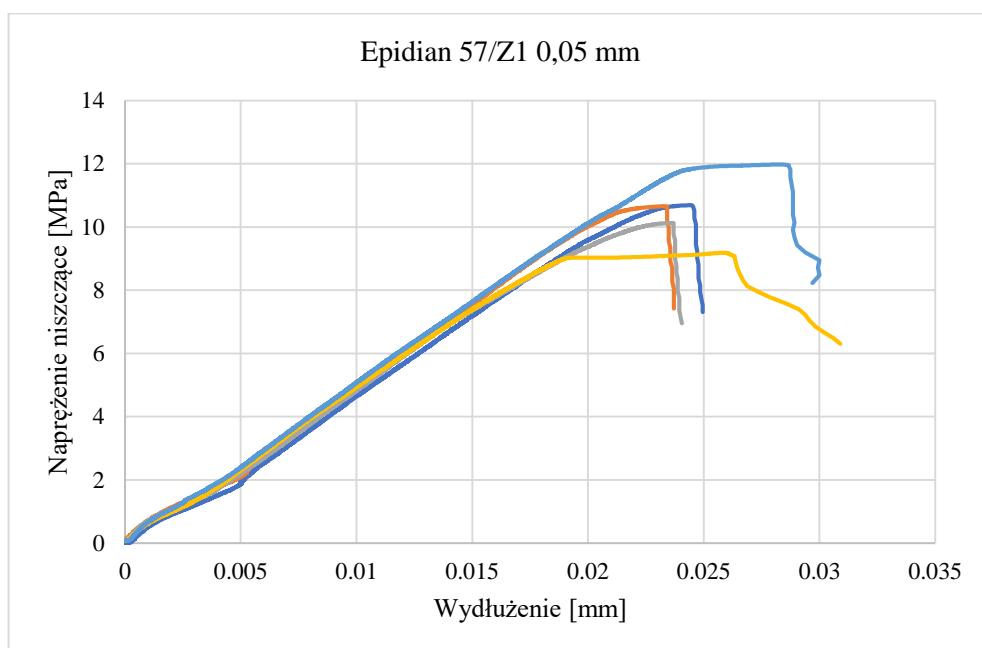


Rys. 5.8. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładkowych klejonych klejem Epidian 57/PAC, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,05 mm

Analizując powyższe wykresy należy zwrócić uwagę na wartość wydłużenia przy zniszczeniu połączenia klejowego. W przypadku spoiny o grubość zbliżonej do 0,05 mm średnie maksymalne wydłużenie przy zniszczeniu jest znacznie mniejsze w stosunku do średniego maksymalnego wydłużenia przy zniszczeniu spoiny o przybliżonej grubości 0,1 mm, jest to powiązane z kątem odkształcenia postaciowego spoiny klejowej. Jeśli jednak analizować odkształcenie w kontekście umocnienia spoiny, tzn. występowania zjawiska pozornego modułu Younga spoiny w jej małej objętości, mniejsze wydłużenie względne może mieć związek z większym modułem Younga spoiny klejowej w porównaniu do modułu Younga tworzywa klejowego. Na wykresie zwraca uwagę również wyraźnie zaznaczona granica proporcjonalności, a następnie przy dalszym rozciąganiu próbki, wzrostowi odkształcenia towarzyszy znacznie powolniejszy wzrost naprężenia. Wykres rozciągania odchyła się od linii prostej. W tym obszarze odkształceń pojawiają się odkształcenia trwałe (plastyczne) spoiny o grubości 0,1 mm. W przypadku spoiny cieńszej, o grubości 0,05 mm, w przebiegu krzywych nie można wyodrębnić wyraźnej części plastycznej a przebieg krzywej jest bardziej podobny do krzywych charakterystycznych dla klejów sztywnych.



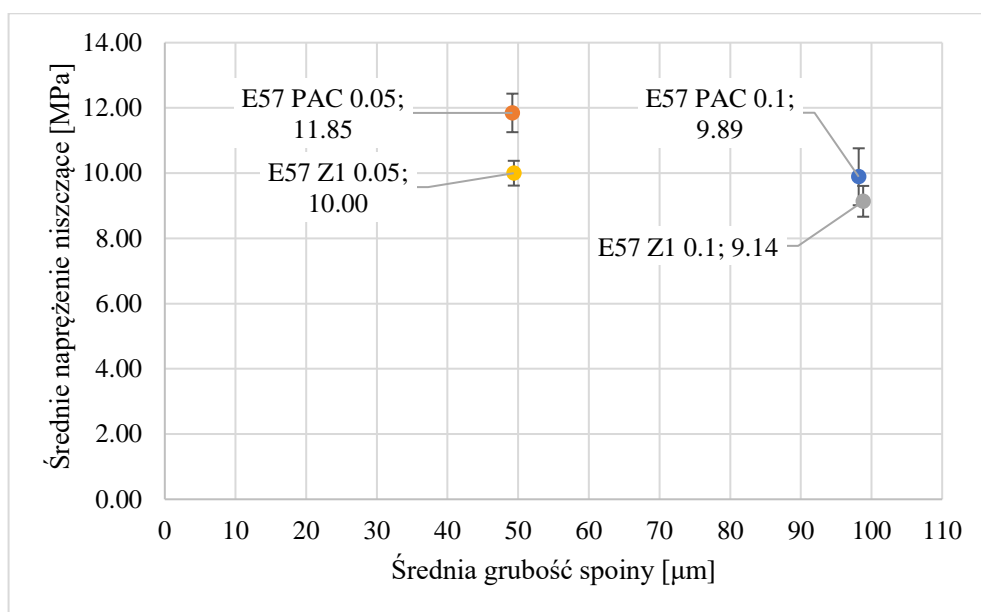
Rys. 5.9. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładkowych klejonych klejem Epidian 57/Z1, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,1 mm



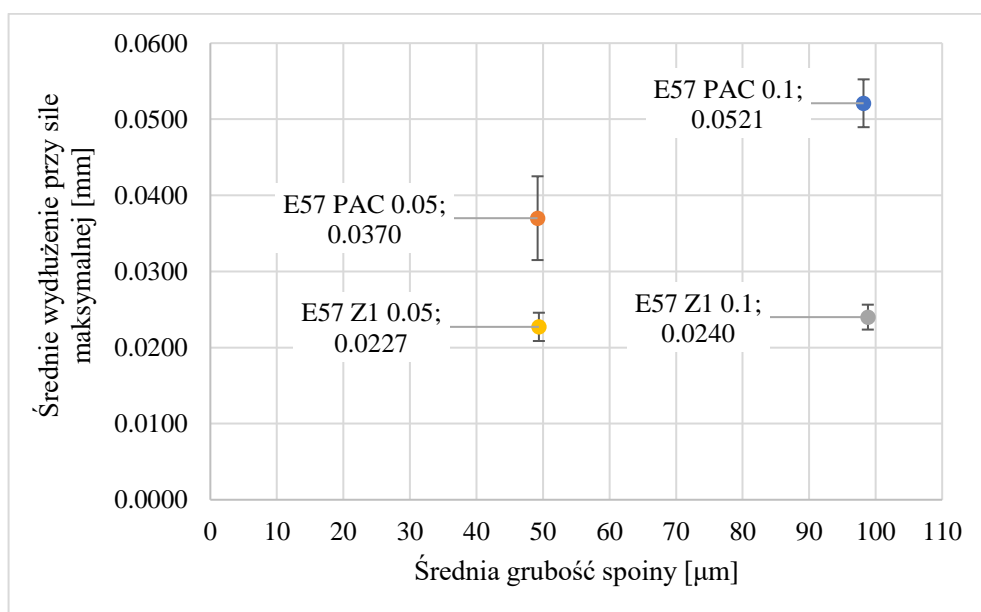
Rys. 5.10. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładkowych klejonych klejem Epidian 57/Z1, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,05 mm

W przypadku spoiny klejowej wykonanej klejem „sztywnym” Epidian 57/Z1, tak jak w przypadku klejów „elastycznych” obserwowane jest mniejsze średnie wydłużenie przy sile niszczącej spoiny o grubości 0,05 mm, w porównaniu do spoiny o grubości 0,1 mm. Krzywe rozciągania połączenia wykonanego klejem „sztywnym” charakteryzują się

znacznie bardziej liniowym przebiegiem, z niewielką częścią odkształcenia plastycznego zakończoną zniszczeniem połączenia. Mimo to porównując wykresy dla obu grubości spoin, w krzywych rozciągania grubszej spoiny można zauważyć że obszar odkształcenia plastycznego jest zauważalnie większy. Obserwowane jest zwiększające się odkształcenie przy nieproporcjonalnie zwiększającym się naprężeniu.



Rys. 5.11. Porównanie średnich wartości naprężenia niszczącego połączenia klejowego w odniesieniu do średniej grubości spoiny klejowej



Rys. 5.12. Porównanie średnich wartości wydłużenia przy sile maksymalnej niszczącej połączenia klejowego w odniesieniu do średniej grubości spoiny klejowej

Na rysunkach 5.11 i 5.12 porównano średnie naprężenia niszczące połączenie klejowe oraz średnie wydłużenie przy zniszczeniu dla obu analizowanych klejów w odniesieniu do grubości spoiny w połączeniu klejowym. Można zaobserwować większe różnice w analizowanych wartościach pomiędzy spoinami wykonanymi klejem „elastycznym”, w porównaniu do spoin wykonywanych klejem „sztywnym”. Porównując średnią wytrzymałość połączeń klejowych, wykonywanych klejem „elastycznym” Epidian 57/PAC ze spoiną o grubości 0,05 mm, można obserwować wytrzymałość o 19,14% większą w porównaniu do spoiny o grubości 0,1 mm. Odpowiednio dla kleju „sztywnego” Epidian 57/Z1 otrzymano wyniki o 14,08% większe dla spoiny cieńszej. Dokonując zestawienia wyników średniego wydłużenia przy zniszczeniu połączenia można zauważyć analogiczne podobieństwo pomiędzy klejami „elastycznymi” i „sztywnymi”. Połączenie klejowe ze spoiną wykonaną klejem Epidian 57/PAC, o grubości 0,1 mm, osiąga średnie wydłużenie przy zniszczeniu o 41,3% większe niż dla połączenia ze spoiną o grubości 0,05 mm. W przypadku kleju „sztywnego” Epidian 57/Z1, połączenie klejowe o grubości 0,1 mm charakteryzuje średnie wydłużenie o 6,3% większe w porównaniu do połączenia ze spoiną o grubości 0,05 mm. W tabeli 5.2 zamieszczono średnie wartości wytrzymałości oraz wydłużenia przy zniszczeniu połączeń klejowych, wykonanych analizowanymi klejami.

Tab. 5.2. Zestawienie tabelaryczne wyników rozciągania próbek dwunakładkowych

Kompozycja klejowa	Grubość spoiny	Średnia wytrzymałość połączenia [MPa]	Odchylenie standardowe [MPa]	Średnie wydłużenie przy zniszczeniu połączenia [MPa]	Odchylenie standardowe [MPa]
Epidian 57/PAC	0,1	10,66	0,75161	0,05254	0,0048
	0,05	12,7	1,27508	0,03719	0,00369
Epidian 57/Z1	0,1	9,23	1,08312	0,02524	0,00098
	0,05	10,53	1,01375	0,02508	0,00207

Analizując przedstawione wyniki należy zwrócić uwagę na odchylenia standardowe. W przypadku kleju „sztywnego” odchylenie standardowe jest nieznacznie mniejsze w przypadku mniejszej grubości spoiny klejowej 0,05mm. Jest to spodziewany wynik z uwagi na oczekiwaną mniejszą ilość niedoskonałości w mniejszej objętości spoiny. W przypadku spoin wykonywanych klejem „elastycznym” odchylenie standardowe

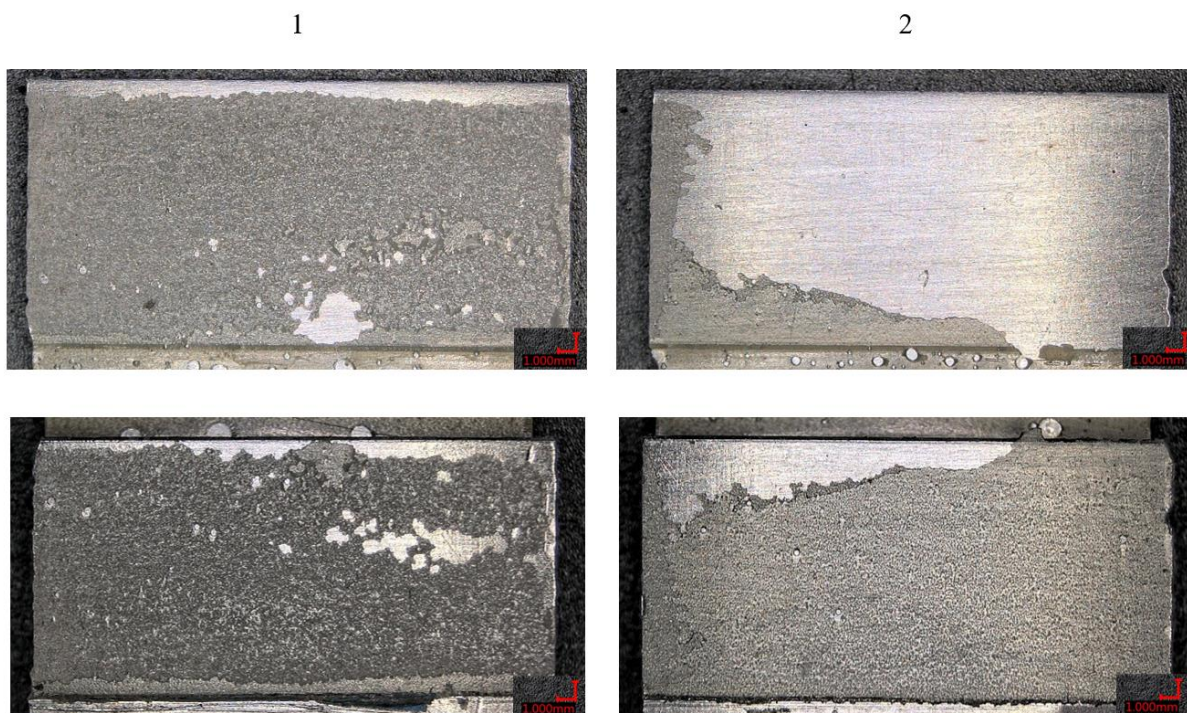
wytrzymałości połączenia spoin wykonanych spoiną o grubości 0,1 mm jest mniejsze niż w przypadku spoiny o grubości 0,05 mm.

5.3. Charakter zniszczenia spoin klejowych

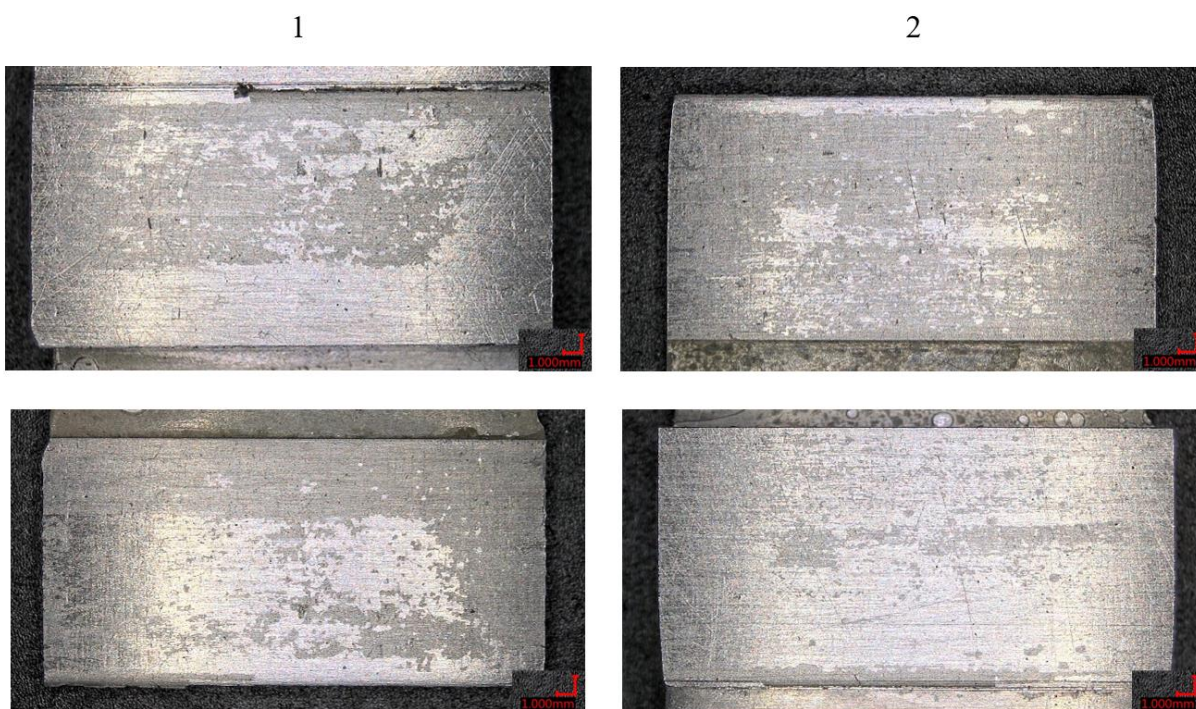
Na podstawie analizy zniszczenia spoin klejowych można zauważyć korelację pomiędzy charakterem zniszczenia spoin klejowych, ich grubością oraz potencjalnymi zmianami wartości modułu Younga na grubości spoiny co jest wynikiem interakcji powierzchniowych metal-klej. Można postawić wstępny wniosek, że zjawisko pozornego modułu Younga odgrywa istotną rolę w kształtowaniu tych właściwości.

W spoinach o grubości 0,05 mm obserwowana jest wyższa wytrzymałość na zniszczenie zarówno dla klejów „sztywnych” (E57/Z1), jak i „elastycznych” (E57/PAC). Tę wyższą wytrzymałość można tłumaczyć wyższą wytrzymałością kohezyjną spoiny wynikającą z mniejszej ilości niejednorodności w objętości skleiny oraz zmianą cech fizycznych wynikających z wpływu przyłączy na strukturę spoiny klejowej. Zdjęcia zniszczonych powierzchni po próbie niszczącej zamieszczono na rysunkach 5.13–5.16. Prezentowane na zdjęciach makroskopowych powierzchnie zniszczenia mają charakter głównie kohezyjny lub mieszany kohezyjno-adhezyjny, co wskazuje na bardzo dobre przygotowanie podłoża do klejenia oraz sugeruje, że przy cienkich spoinach mechanizmy zniszczenia są bardziej związane z samym materiałem kleju niż z interfejsem klej-podłoże. Obserwowane zniszczenia adhezyjne i mieszane kohezyjno-adhezyjne w grubszych spoinach wskazują na większą wrażliwość na nierówności powierzchni klejonej oraz lokalne defekty w spoinie. Taką charakterystykę zniszczenia można również przypisywać, wyraźniejszemu podziałowi na strefy w spoinach o większej grubości. W spoinach wykonanych klejami „elastycznymi” również obserwowano wyraźniejszy podział na strefy o zmienionych właściwościach niż jest to w przypadku spoin wykonanych klejami „sztywnymi”, co znajduje potwierdzenie w zdjęciach złomów klejonych powierzchni. Zniszczenie spoiny o grubości 0,1 mm wykonanej klejem „elastycznym” wykazuje głównie charakter kohezyjny, co oznacza, że zniszczenie nastąpiło wewnątrz spoiny klejowej. Na obu powierzchniach zniszczenia można obserwować znaczną ilość pozostałości kleju, co sugeruje dobrą adhezję do łączonego materiału. Na zamieszczonych zdjęciach widać równomierne rozłożenie kleju, co może wskazywać, że grubsza warstwa kleju zapewnia lepszą absorpcję

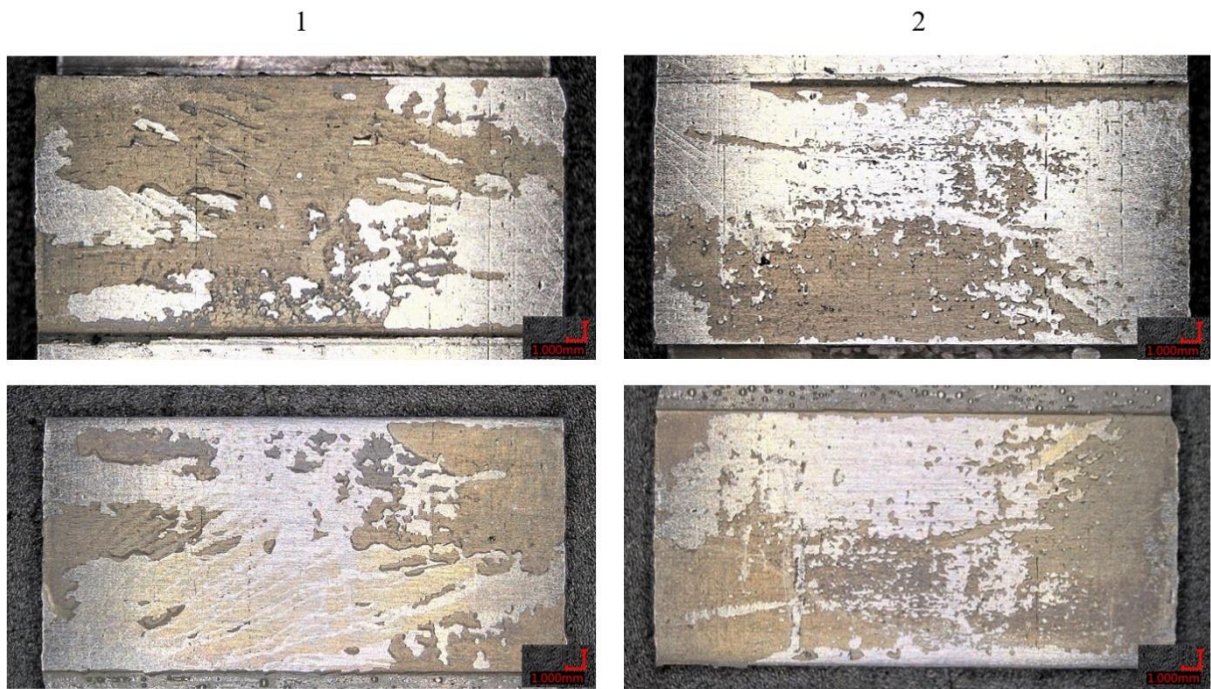
obciążeń. Zniszczenie spoiny wykonanej klejem „elastycznym” o grubości 0,05 mm ma bardziej mieszany charakter, z widocznymi obszarami zarówno zniszczenia adhezyjnego, jak i kohezyjnego. Część kleju pozostała na obu powierzchniach, ale są też obszary, gdzie klej częściowo oddzielił się od powierzchni. W spoinach o grubości 0,05 mm na prezentowanych zdjęciach bardzo dobrze widoczna jest cieńsza warstwa kleju. W obszarach zniszczenia cieńszych spoin można obserwować bardzo dobrze rozwiniętą powierzchnię skleiny, charakteryzującą się swoistą „porowatością”. Jest to oznaką bardzo dobrego wnikania materiału kleju w powierzchnię łączonego metalu. Z uwagi na bardzo małą grubość warstwy skleiny trudniejsze jest uzyskanie w pełni kohezyjnego zniszczenia spoiny. Jest to również związane z większą jednorodnością spoiny cieńszej, co sprawia, że potencjalne zainicjowane w spoinie klejowej pęknięcie rozchodzi się swobodnie w każdym kierunku i nie jest, w takim stopniu jak w klejach „elastycznych”, ograniczane przez umocnione warstwy przyścienne. W charakterze zniszczenia spoiny o grubości 0,1 mm wykonanej klejem „sztywnym” przeważa zniszczenie adhezyjne. Klej oddziela się częściowo po jednej i drugiej stronie łączonych powierzchni. Zniszczenie spoiny ma charakter mieszany, adhezyjno - kohezyjny, z występującymi niewielkimi obszarami zniszczenia kohezyjnego. Klej oddziela się niemal proporcjonalnie od jednej i drugiej powierzchni zniszczenia, tworząc symetryczne obszary. Cieńsza warstwa kleju może lepiej przylegać do powierzchni, ale jej sztywność ogranicza zdolność do absorpcji obciążeń dynamicznych oraz dużych odkształceń. W zniszczeniu spoin klejowych wykonanych klejem „elastycznym” przeważa charakter kohezyjny. Oznacza to, że klej ma dobrą przyczepność do powierzchni, ale jego wewnętrzna wytrzymałość może być niewystarczająca przy większych grubościach.



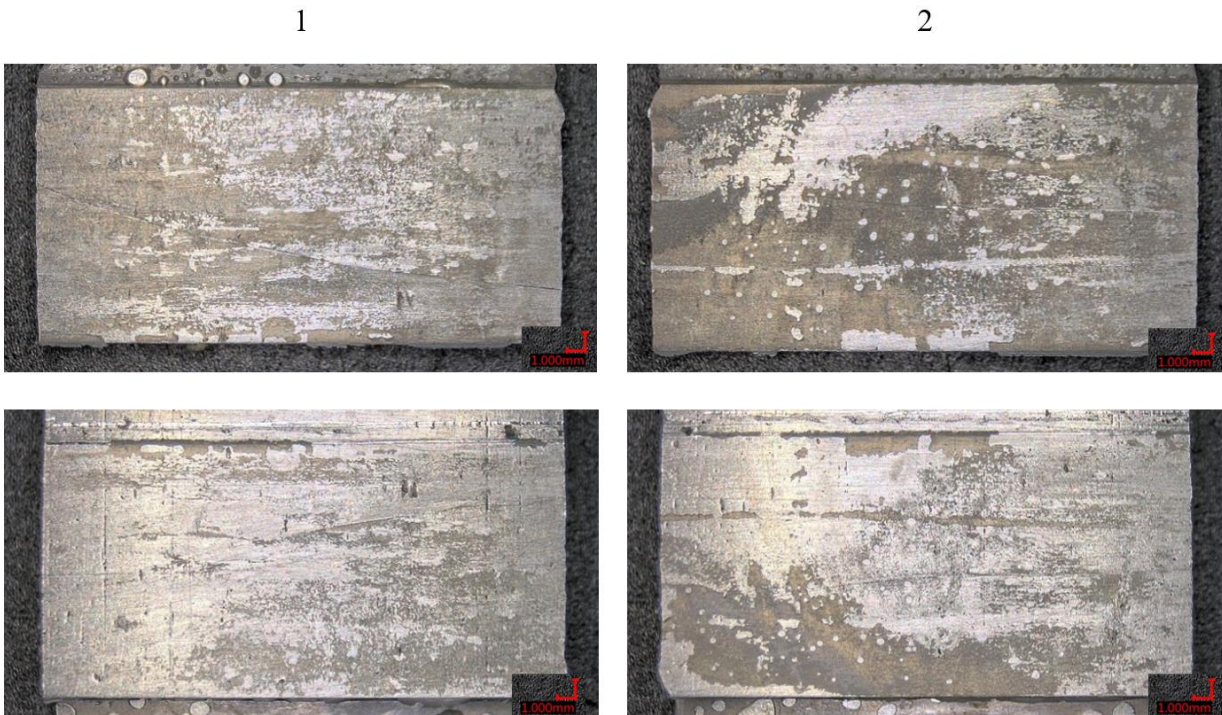
Rys. 5.13 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładkowych ze spoiną o grubości 0,1 mm, wykonaną klejem Epidian 57/PAC (1-2 numer próbki)



Rys. 5.14 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładkowych ze spoiną o grubości 0,05 mm, wykonaną klejem Epidian 57/PAC (1-2 numer próbki)



Rys. 5.15 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładkowych ze spoiną o grubości 0,1 mm, wykonaną klejem Epidian 57/Z1 (1-2 numer próbki)



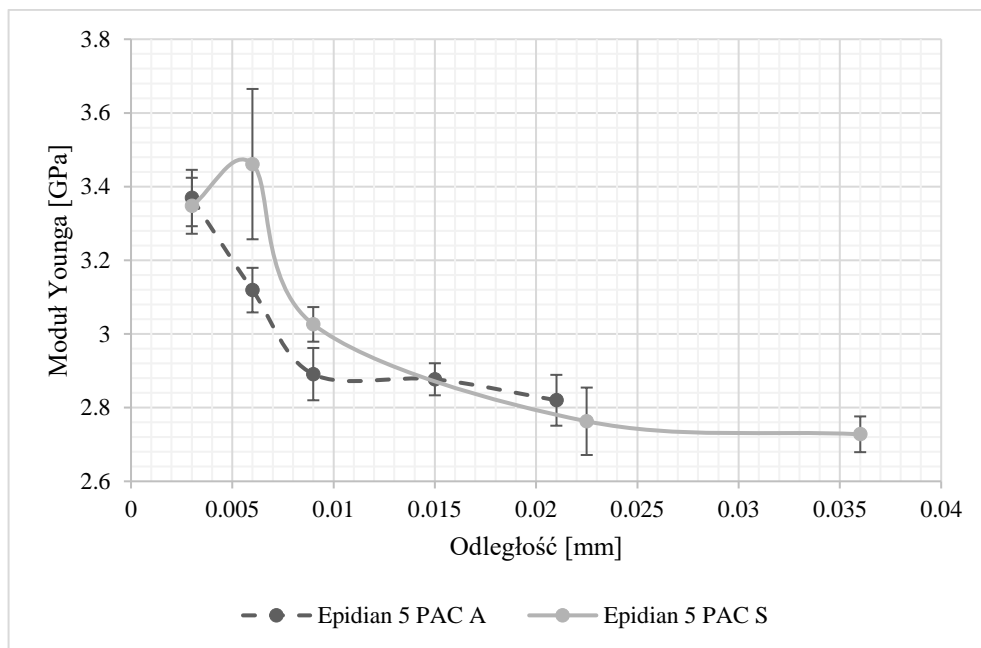
Rys. 5.16 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładkowych ze spoiną o grubości 0,05 mm, wykonaną klejem Epidian 57/Z1 (1-2 numer próbki)

Klej „elastyczny” pozwala na lepsze rozłożenie obciążeń, co może zmniejszać prawdopodobieństwo zniszczenia adhezyjnego. Taką charakterystykę zniszczenia można również przypisywać, wyraźniejszemu podziałowi na strefy w spoinach o większej grubości. W spoinach wykonanych klejami „elastycznymi” obserwowano bardziej wyraźny podział na strefy o zmienionych właściwościach, niż jest to w przypadku spoin wykonanych klejami „sztywnymi”, co znajduje potwierdzenie w zdjęciach złomów klejonych powierzchni. W charakterze zniszczenia spoin klejowych wykonanych klejem „sztywnym” obserwowane jest zniszczenie adhezyjne z częściowym zniszczeniem kohezyjnym w spoinach o mniejszej grubości. Wpływa na to większa „szkliwość” kleju, która utrudnia powstawanie złomów kohezyjnych. Należy zauważyć, że wyższa sztywność kleju ogranicza jego zdolność do absorpcji dynamicznych obciążeń. Może to prowadzić do wcześniejszego zniszczenia adhezyjnego grubszych spoin.

Pozorny moduł Younga to zjawisko, które powstaje w wyniku interakcji pomiędzy klejem a podłożem, które wpływają na sieciowanie i mikrostrukturę kleju. Zjawisko to odgrywa kluczową rolę w kształtowaniu właściwości mechanicznych spoin klejowych. Umocnienie w strefie przyściennej może zwiększać wytrzymałość spoiny, ale również prowadzić do lokalnych koncentracji naprężeń, które inicjują pęknięcia. Prezentowany powyżej wygląd powierzchni zniszczenia spoin klejowych można skorelować z następstwami zmian w strukturze spoiny związanymi z występowaniem zjawiska pozornego modułu Younga.

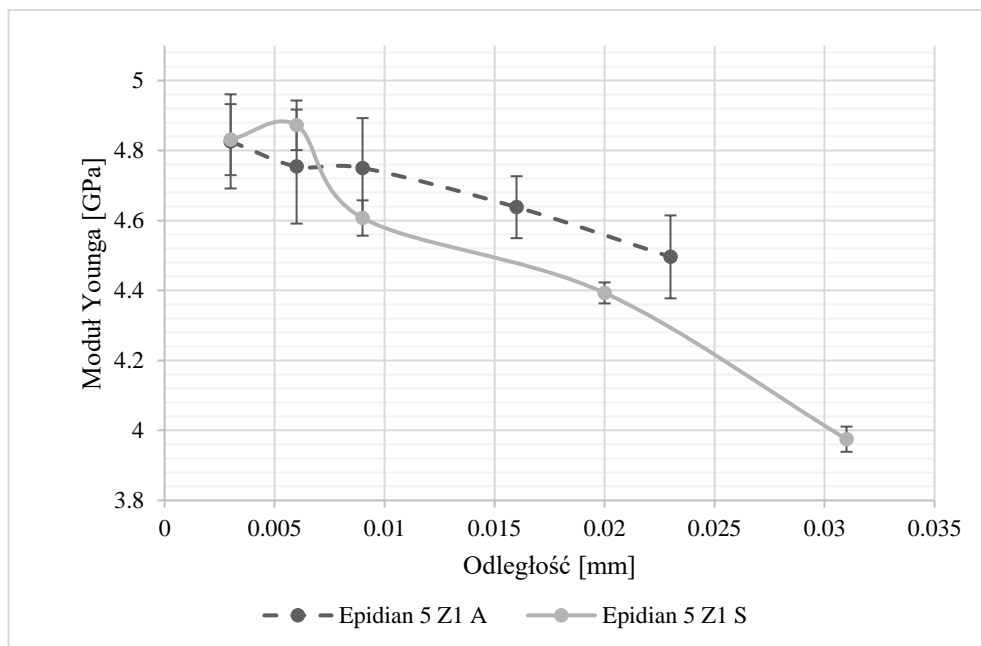
5.4. Wyniki badań nanoindentacyjnych

Na zamieszczonych poniżej rysunkach 5.17–5.23 przedstawiono zależność pomiędzy wartością modułu Younga a odległością od brzegu spoiny klejowej uzyskaną w badaniach nanoindentacyjnych na grubości spoiny klejowej. Na osi poziomej wykresu przedstawiono odległość punktu pomiarowego od granicy faz metal-klej, w którym wykonywano badanie nanoindentacyjne, aż do połowy grubości spoiny klejowej. Natomiast na osi pionowej znajduje się wartość Modułu Younga wyznaczona metodą Olivera-Pharra. W oznaczeniu serii ujęto nazwę kompozycji klejowej np. Epidian 5/PAC oraz oznaczenie klejonego materiału A – stop aluminium, S – stal o podwyższonej odporności na korozję. Na wykresach, w każdym z punktów pomiarowych ujęto słupki błędów.



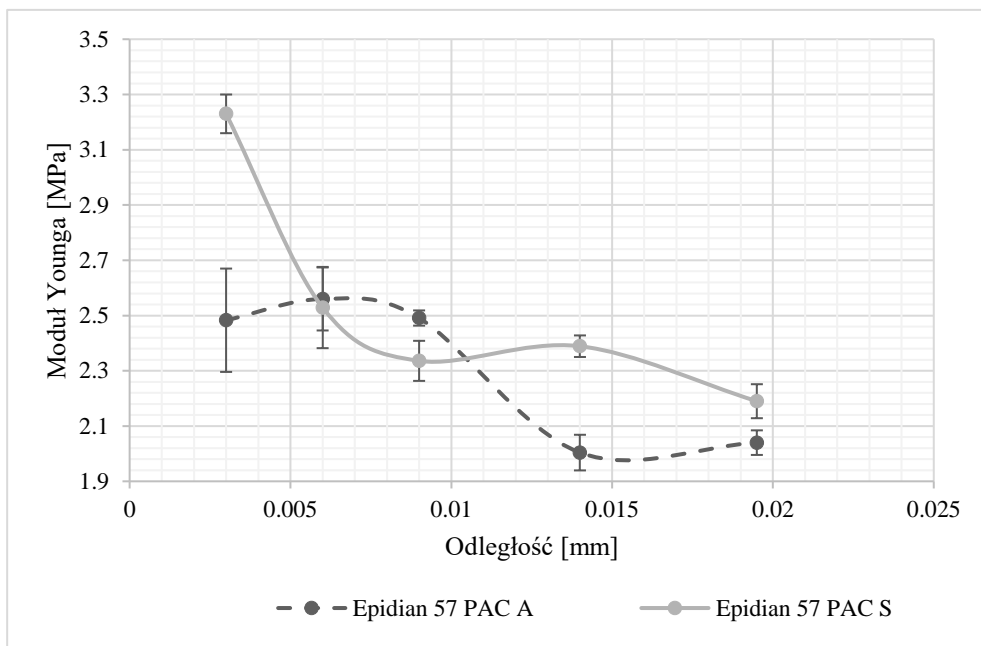
Rys. 5.17. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 5/PAC łączącej: A – blachy ze stopu aluminium EN-AW 2024-T3; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301

Przedstawione wyniki w każdym z wyznaczonych punktów pomiarowych są średnimi wartościami z 10 pomiarów po odrzuceniu skrajnych wartości. Z uwagi na ograniczenia aparatury badawczej, uwarunkowane poprawnością otrzymywanych wyników, niemożliwe jest ustanowienie punktu pomiarowego bliżej niż $3\mu\text{m}$ od granicy faz. Traktując lewą część wykresu jako granicę faz metal-klej można zaobserwować zmiany wartości modułu Younga spoiny wraz z oddalaniem się punktów pomiarowych od brzegu spoiny. Pośród wszystkich badanych klejów i łączonych materiałów można zauważyć podobieństwa. Porównując wartości skrajne, rozumiane jako wartość modułu Younga w pierwszym punkcie pomiarowym - $3\mu\text{m}$ oraz wartość w środku spoiny klejowej, które autor określa jako strefy: przyścienną – SP (najbliżej granicy fazy) oraz rdzeń spoiny – R (środek spoiny), można zauważyć, że dla klejów „elastycznych” – z dodatkiem utwardzacza PAC, różnice te są większe, w stosunku do klejów „sztywnych” – z dodatkiem Z1. Dla kleju Epidian 5 PAC oraz Epidian 57 PAC, można zauważyć, że w przedziale $0\mu\text{m} - 10\mu\text{m} - 15\mu\text{m}$, następuje znaczny spadek wartości modułu Younga, a wraz ze wzrostem odległości od brzegu spoiny wartość modułu Younga normuje się. W przypadku „grubych” spoin klejowych (0,1–0,5 mm), może to oznaczać, że wartość modułu Younga w środku spoiny będzie zbliżona do wartości modułu Younga tworzywa klejowego w formie wiosełka.

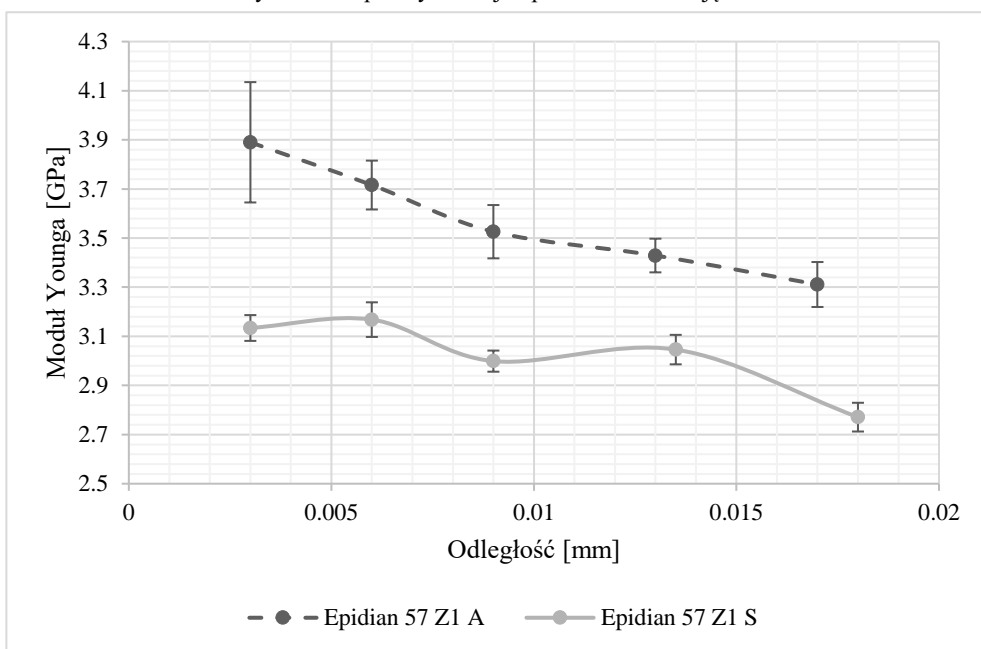


Rys. 5.18. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 5/ Z1 łączącej: A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301

W przypadku spoin wykonywanych klejem „sztywnym”, zmniejszanie się wartości modułu Younga wraz z oddalaniem się od brzegu spoiny również występuje, jednak trudniej jest wyodrębnić wyraźną strefę przyścienną. W większości analizowanych przypadków, zmianę modułu Younga można określić jako liniową, od brzegu spoiny do jej rdzenia. W uzyskanych wynikach uwagę zwraca pewne zwiększenie wartości modułu Younga w punkcie pomiarowym 6 μm , które występuje w spoinach łączących przyłącza ze stali o podwyższonej odporności na korozję. Jest to wyraźny wzrost, powtarzający się w analizowanych próbkach. Ten miejscowy wzrost wartości modułu Younga może wskazywać na miejscowe umocnienie się spoiny w tym obszarze.



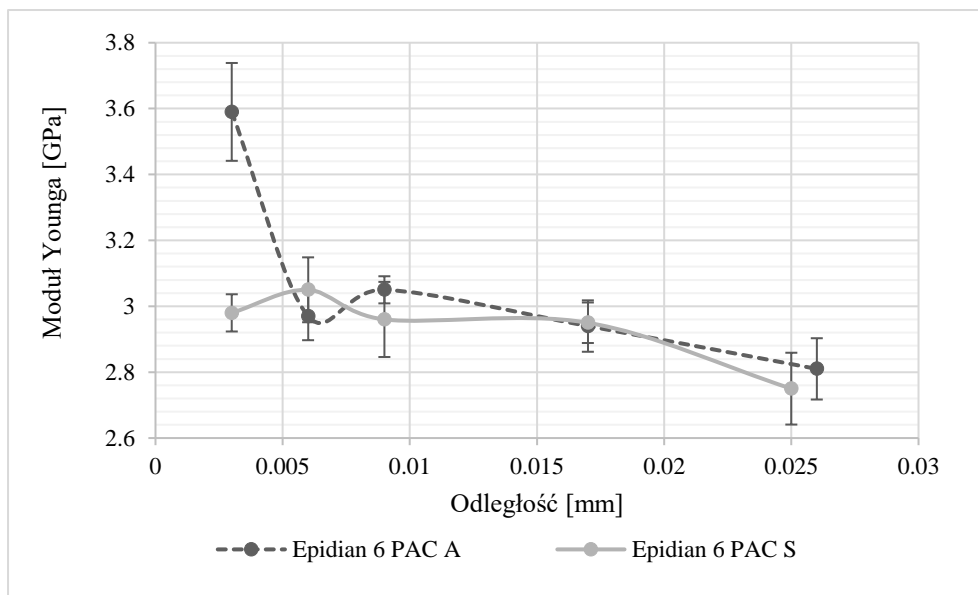
Rys. 5.19. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 57 PAC łączącej: A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301



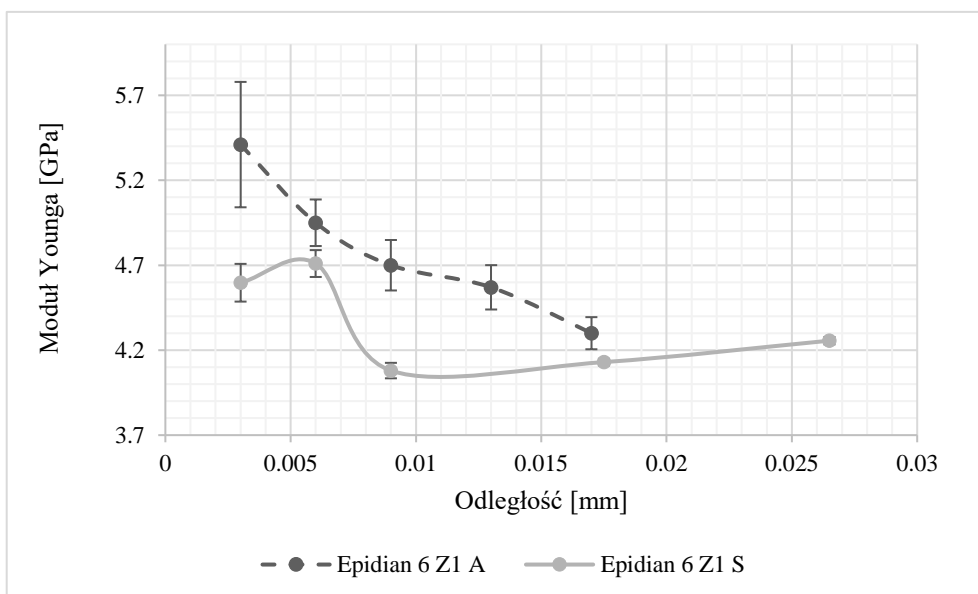
Rys. 5.20. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 57 Z1 łączącej: A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301

Analizując błędy przy pomiarach nanoindentacji można zauważyć, że wartość odchylenia standardowego w punktach pomiarowych znajdujących się bliżej podziału faz metal-klej jest wyższa niż dla punktów pomiarowych znajdujących się bliżej środka spoiny. Może to wskazywać na większą jednorodność kleju w obszarze rdzenia spoiny,

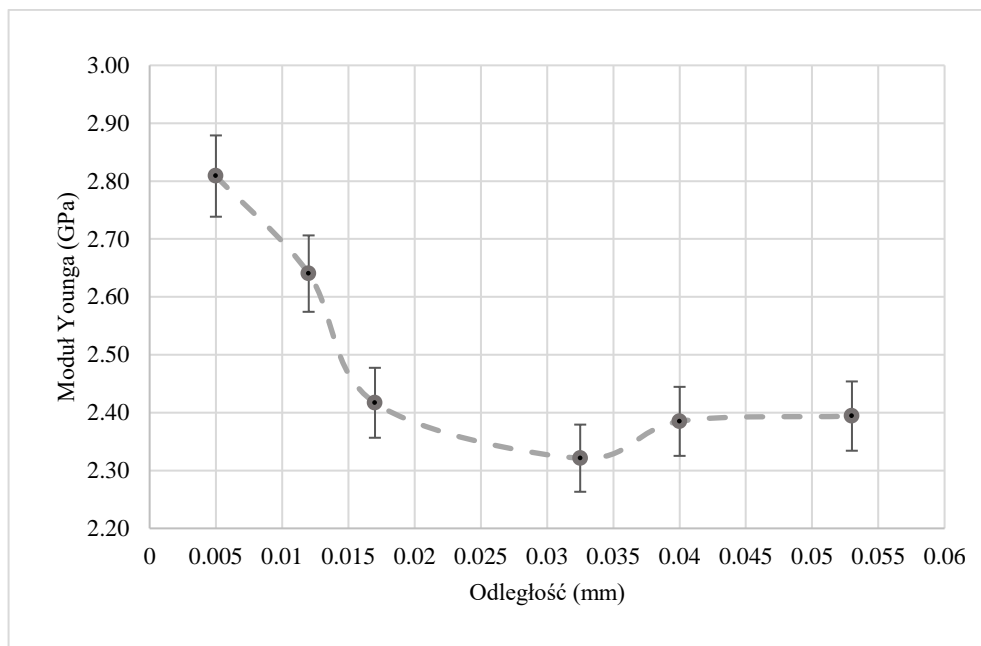
a jednocześnie w obszarze strefy przysiciennej, wskazuje na występowanie obszarów o miejscowo zmienionych właściwościach. Obszary te można rozpatrywać jako strefy umocnienia spoiny klejowej, spowodowane oddziaływaniem powierzchni klejonego materiału (też niejednorodnej energetycznie) na materiał kleju, w trakcie utwardzania kleju. Można również mieć na względzie fakt występowanie zanieczyszczeń, pęcherzy lub rzadzisz w tej strefie spoiny.



Rys. 5.21. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 6 PAC łączącej: A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301



Rys. 5.22. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 6 Z1 łączącej: A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301



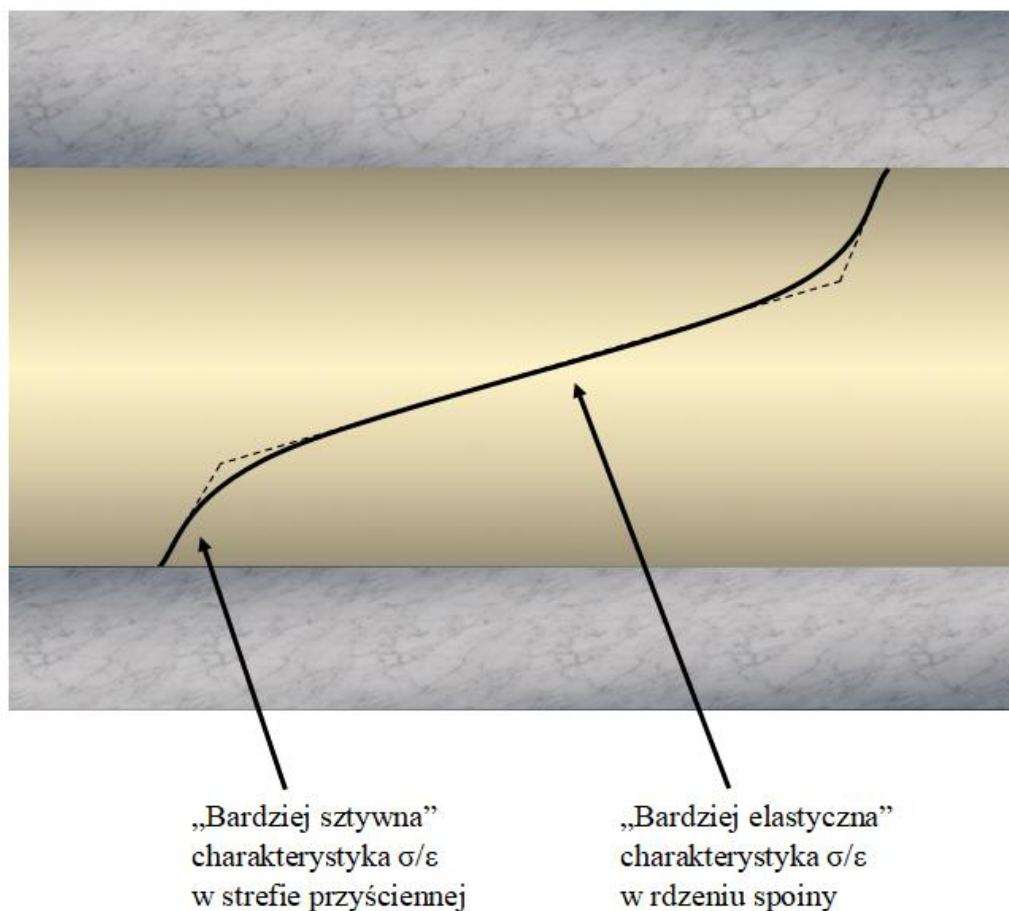
Rys. 5.23. Porównanie wartości modułu Younga spoiny LOCTITE EA 9392 AERO łączącej blachy ze stopu aluminium EN-AW 2024-T3

Analizując powyższe wyniki zamieszczone na rysunkach 5.17–5.23, można zauważyć, że dla spoin o mniejszej grubości moduł Younga przyjmuje wartość wyższą dla materiału spoiny w porównaniu do wartości modułu Younga materiału tworzywa klejowego. W przedmiotowym badaniu analizowano spoiny o grubościach w zakresie 0,03–0,07–0,1 mm. Takie grubości spoin można zakwalifikować do spoin bardzo cienkich. Na podstawie prezentowanych badań, można wnioskować, że moduł Younga spoiny klejów epoksydowych o grubości mniejszej niż 0,1 mm przyjmuje wartości wyższe niż dla materiału kleju w postaci tworzywa. Zgodnie z otrzymanymi wynikami należy przyjąć lokalnie wartość modułu Younga wyższą nawet o 130% w stosunku do wartości modułu Younga tworzywa klejowego odlewane w postaci znormalizowanych próbek wiósełkowych. Dla próbek, których grubość spoiny klejowej zbliża się do granicy 0,1 mm, w spoinie można obserwować wyraźne różnice w wartościach modułu Younga, którego wartość zmienia się na grubości spoiny i w strefie rdzenia spoiny może przyjmować wartość zbliżoną do wartości modułu Younga odpowiadającej tworzywu klejowemu [12]. W spoinach o większej grubości można obserwować wyraźną zbieżność pomiędzy wartością modułu Younga rdzenia spoiny i tworzywa klejowego w formie odlewane wiósełka. W cienkich spoinach obserwowana jest znaczna różnica pomiędzy tymi wartościami. Na przedstawionych wykresach uwidacznia się strefa, w której wartość

modułu Younga jest większa niż w pozostałej objętości spoiny. Jest to tzw. strefa przyścienna, której zasięg można oszacować na 0,005–0,01 mm od granicy faz. W strefie przyściennej wartość modułu Younga jest ok 15%–25% wyższa niż wartość modułu Younga w strefie identyfikowanej jako rdzeń spoiny – obszarze najdalej oddalonym od brzegów spoiny (od materiału łączonego).

W przypadku połączeń stali nierdzewnej w wynikach widoczny jest charakterystyczny wzrost modułu Younga w drugim punkcie pomiarowym – w odległości 6 μ m od granicy faz. Wartość modułu Younga mierzona najbliżej granicy faz, w odległości 3 μ m, jest podwyższona w stosunku do wartości modułu Younga rdzenia spoiny, jednak znacznie mniejsza niż wartość odpowiadająca odległości 6 μ m. Zróżnicowanie w wartości modułu Younga w tym obszarze może wskazywać na silną anizotropowość pomiędzy strefą przyścienną oraz rdzeniem spoiny. Można wnioskować, że w strefie przyściennej występuje znacznie wyższy stopień usieciowania struktury kleju epoksydowego w stosunku do rdzenia spoiny. Może też występować charakterystyczne uporządkowanie struktury kleju pod wpływem silnego oddziaływania stanu energetycznego warstwy wierzchniej stali. Można sformułować ogólny wniosek, że warunki utwardzania kleju w spoinie klejowej są inne dla warstwy będącej w kontakcie z materiałem klejonym – warstwy przyściennej, a inne dla rdzenia kleju – warstwy położonej najdalej od powierzchni materiałów łączonych. Na rysunku 5.24. przedstawiono schematycznie jak kształtuje się zmiana sztywności kleju na grubości spoiny klejowej. Zmiana sztywności reprezentowana jest poprzez zmianę nachylenia krzywej charakterystyki σ/ϵ specyficznych regionów materiału spoiny.

Należy obecnie wskazać czy różnice te mają istotny wpływ na wyniki modelowania numerycznego, w którym dotychczas przyjmuje się model spoiny jako homogeniczny – z jednakową wartością modułu Younga w całej objętości spoiny klejowej.

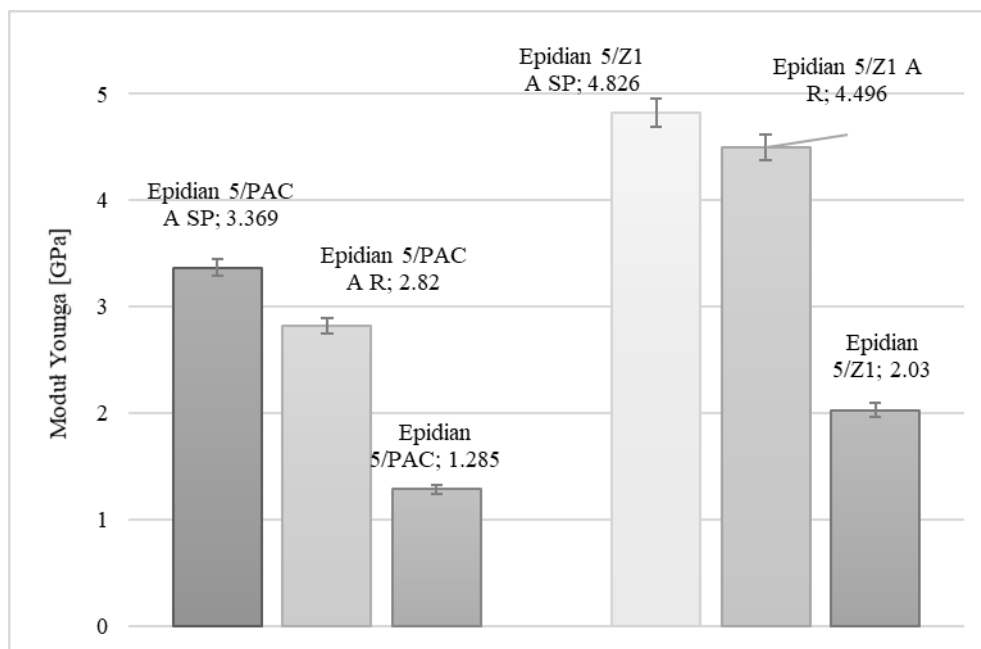


Rys. 5.24. Schematyczne przedstawienie zmian sztywności spoiny klejowej na jej grubości

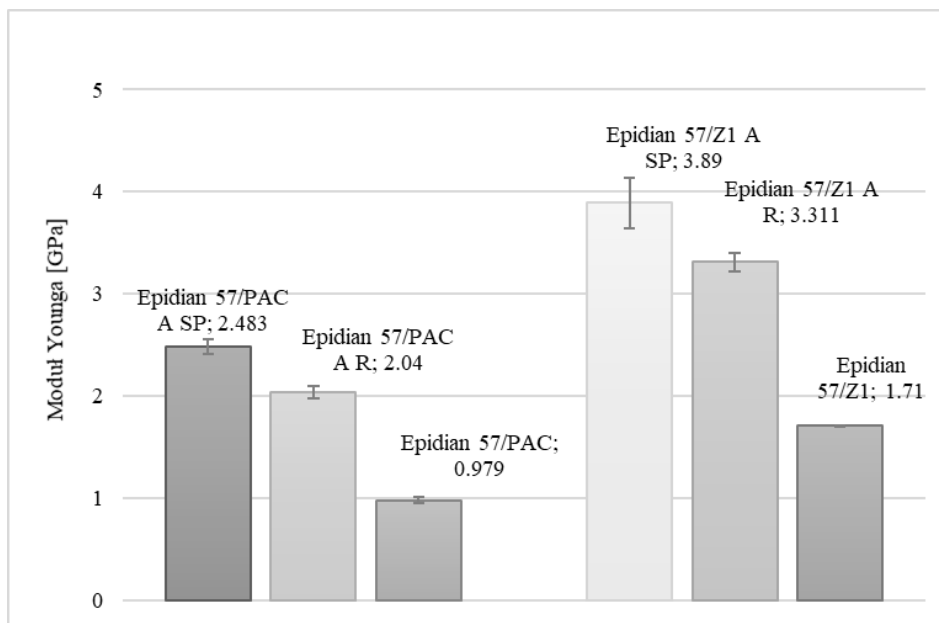
Zmiany w charakterystyce naprężeniowo-odkształceniowej, w zakresie oddziaływań sprężystych, spoiny klejowej z oczywistych względów nie muszą oznaczać zwiększenia lub zmniejszenia wytrzymałości połączenia klejowego. Tym bardziej, jeżeli spoina będzie rozpatrywana jako materiał o właściwościach niejednorodnych występujących w warstwach, w takim podejściu można założyć, że w spoinie będą występować również warstwy, (np. w strefie rdzenia spoiny) o właściwościach zbliżonych do materiału kleju w formie tworzywa odlewanego. Zmiana wartości modułu Younga kleju w spoinie w głównej mierze jest spowodowana bezpośrednim kontaktem spoiny z materiałem klejonym, o wartości modułu Younga 35 do 100 razy większym niż moduł Younga materiału spoiny. Obserwowane zmiany właściwości spoiny klejowej w jednoznaczny sposób wpływają na sztywność połączenia i charakter jego eksploatacji w zakresie naprężeń sprężystych spoiny klejowej, jednak nie mają bezpośredniego wpływu na wytrzymałość adhezyjną połączenia klejowego. Obserwowane zmiany są związane

z konstytuowaniem połączenia klejowego i można przyjąć, że jest to zjawisko, które stanowi następstwo tworzenia się spoiny klejowej. Dokładna obserwacja tego zjawiska oraz określenie obszarów jego występowania są istotne z punktu widzenia prognozowania wytrzymałości połączeń klejowych metodami modelowania numerycznego. Zaobserwowane różnice w sztywności kleju można skorelować z mechanizmami zniszczenia połączeń klejowych oraz teorią mechaniki pęknięcia – propagacji pęknięć w materiale spoiny. Przyjmując, że hipotetyczne pęknięcie w obciążonej spoinie klejowej jest inicjowane i propaguje w środku spoiny klejowej, rozszerzanie tego pęknięcia może zostać zatrzymane przez napotkanie stref spoiny o wyższej sztywności. Może to potencjalnie zatrzymać propagację pęknięć kohezyjnych w spoinie co skutkuje inicjacją zniszczenia adhezyjnego na granicy faz – najczęstszej formy zniszczenia połączenia klejowego.

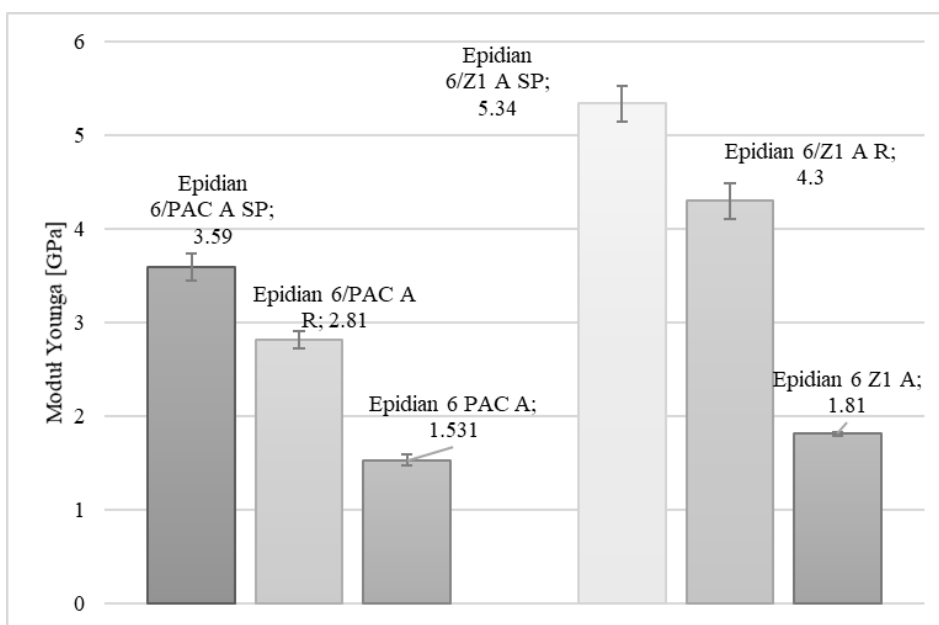
Na rysunkach 5.25–5.27 zamieszczono porównanie średnich wartości modułu Younga spoin klejowych. Na wykresach porównywano wartości modułu Younga dla strefy przyściennej (SP), rdzenia (R) oraz wartości modułu Younga zmierzonej w badaniu rozciągania osiowego tworzywa klejowego.



Rys. 5.25. Porównanie wartości modułu Younga kleju Epidian 5/PAC oraz Epidian 5/Z1, dla strefy przyściennej (SP), rdzenia spoiny (R) w spoinie łączącej blachy ze stopu aluminium oraz dla tworzywa klejowego



Rys. 5.26. Porównanie wartości modułu Younga kleju Epidian 57/PAC oraz Epidian 57/Z1, dla strefy przyściennej (SP), rdzenia spoiny (R) w spoinie łączącej blachy ze stopu aluminium oraz dla tworzywa klejowego

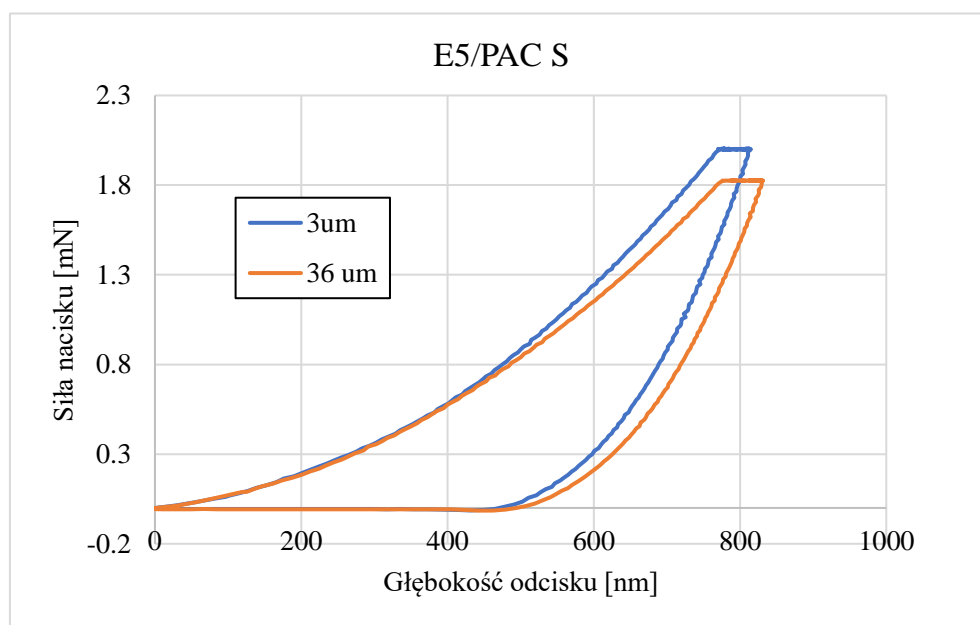


Rys. 5.27. Porównanie wartości modułu Younga kleju Epidian 6/PAC oraz Epidian 6/Z1, dla strefy przyściennej (SP), rdzenia spoiny (R) w spoinie łączącej blachy ze stopu aluminium oraz dla tworzywa klejowego

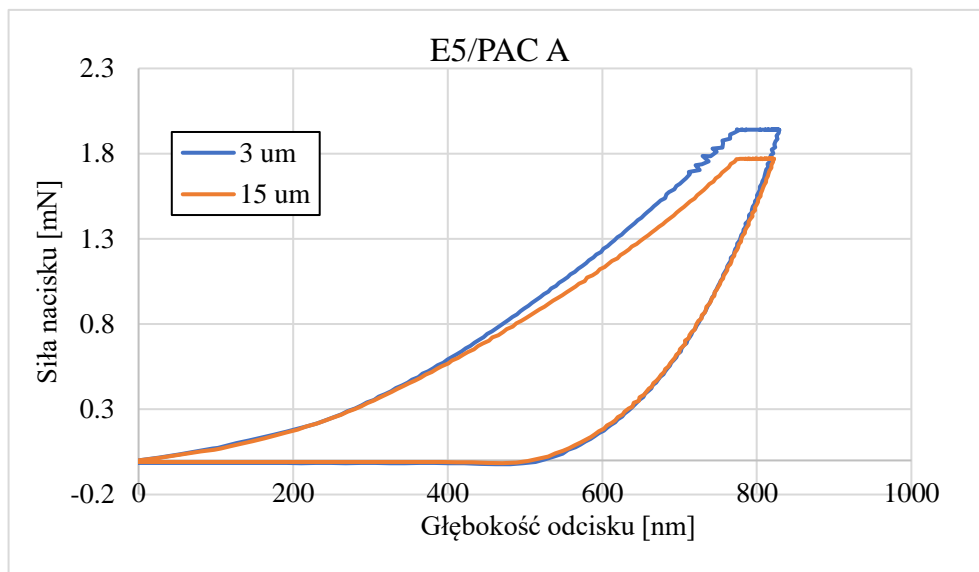
Na powyższych wykresach można obserwować bezpośrednie porównanie wartości modułu Younga spoiny klejowej, uzyskanych w badaniu nanoindentacji, w skrajnych punktach pomiarowych oraz tworzywa klejowego w formie wiósełka. Widoczne są znaczne różnice w wartościach modułu Younga w samej spoinie klejowej, jak również w porównaniu do materiału tworzywa klejowego. Na przykładzie kompozycji klejowej

Epidian 57/PAC, różnica pomiędzy wartością modułu Younga w strefie przyściennej spoiny klejowej jest o 24,9% większa od wartości modułu Younga w rdzeniu spoiny klejowej. Jednocześnie wartość modułu Younga w rdzeniu spoiny jest o 103% większa od modułu Younga tworzywa klejowego w formie wiosełka. Adekwatnie dla kleju Epidian 57/Z1 różnica pomiędzy strefą przyścienną, a rdzeniem spoiny wynosi 37,1%. Wartość modułu Younga rdzenia spoiny jest o 93,6% większa w stosunku do modułu Younga tworzywa klejowego.

Na zamieszczonych rysunkach 5.28–5.35 zaprezentowano przebieg badania nanoindentacji dla dwóch brzegowych punktów pomiarowych: punktu najbliższej granicy faz oraz punktu na środku spoiny klejowej. Autor punkty te utożsamia kolejno ze strefą przyścienną – SP oraz rdzeniem spoiny klejowej – R. Na wykresie, począwszy od lewej strony, można wyszczególnić krzywą obciążania, następnie poziomą krzywą stabilizacji, znajdującą się w punkcie osiągnięcia docelowej głębokości odcisku równej 800 nm, oraz krzywą odciażania dzięki czemu można zaobserwować histerezę pomiaru. Przedstawione krzywe są przykładowymi, reprezentatywnymi krzywymi uzyskanymi w badaniu nanoindentacji. Oznacza to, że do porównania wybrano krzywe, które dla danego punktu pomiarowego w badaniu osiągnęły wartość najbliższą do wartości średniej.

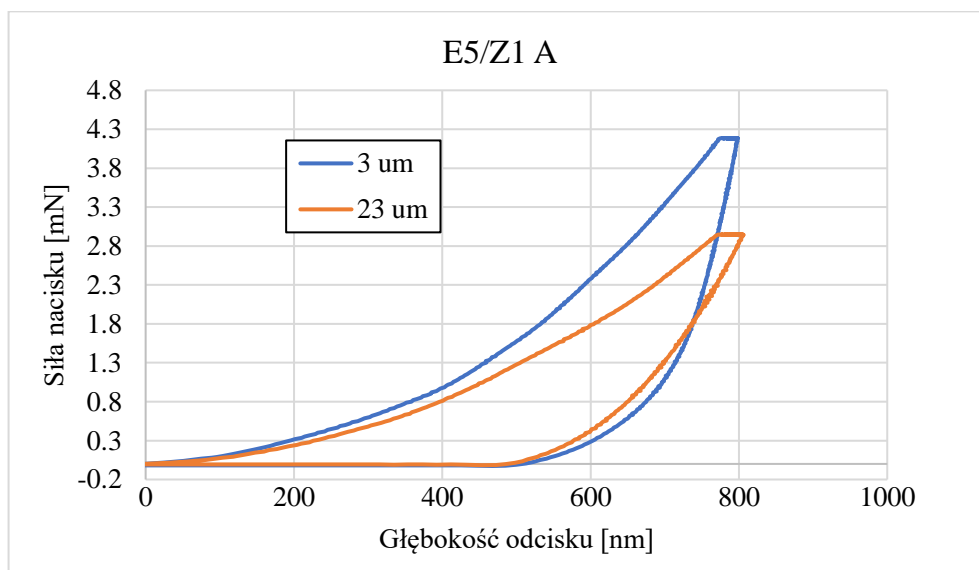


Rys. 5.28. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 36 μm od brzegu spoiny klejowej E5/PAC o grubości 0,072 mm, łączącej blachy ze stali 1.4301

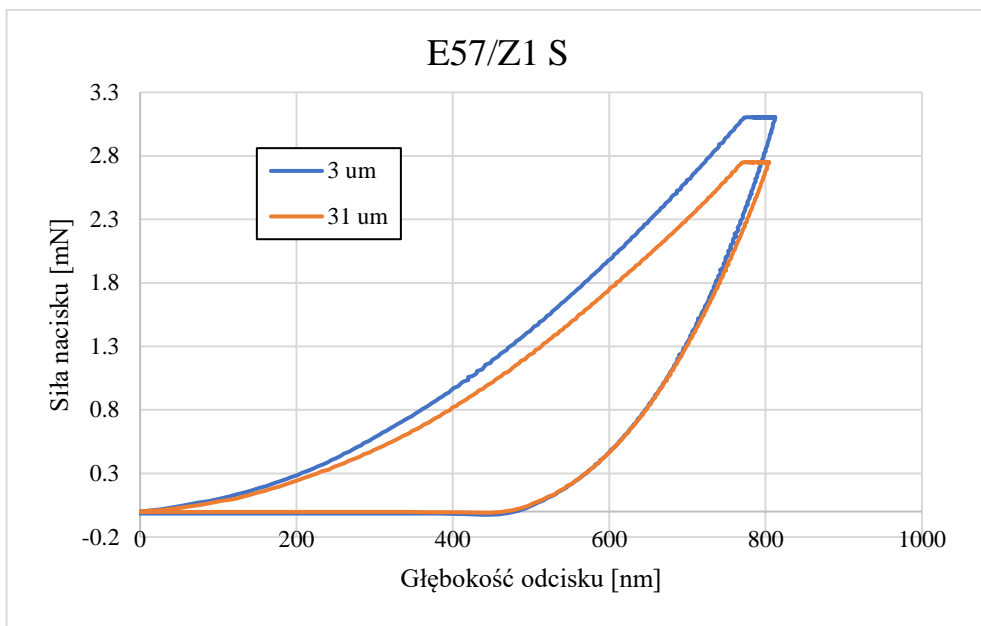


Rys. 5.29. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 15 μm od brzegu spoiny klejowej E5/PAC o grubości 0,030 mm, łączącej blachy ze stopu aluminium EN AW-2024 T3

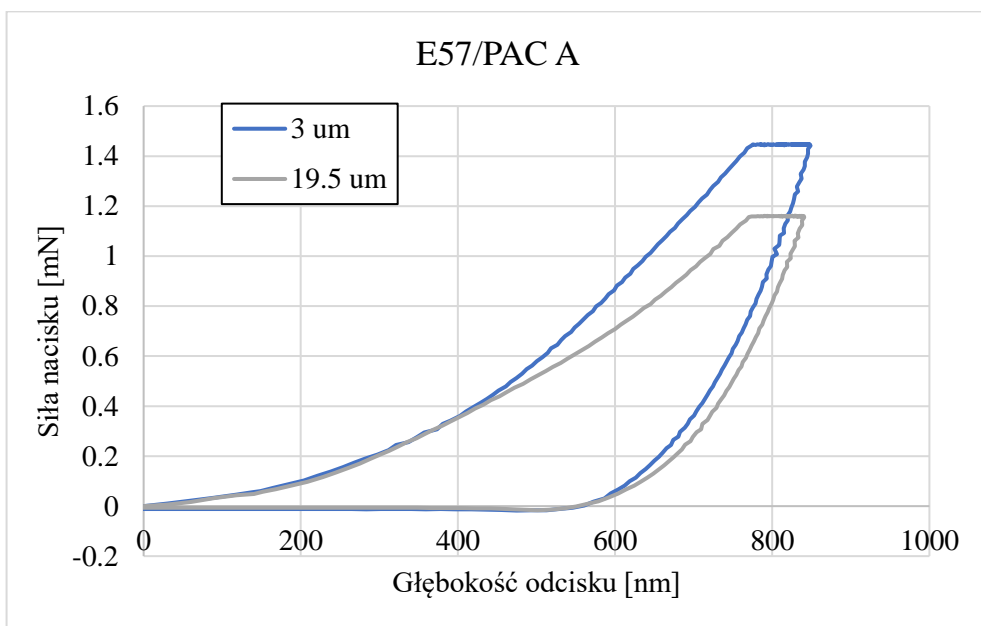
Porównując przebiegi krzywych dla kleju „elastycznego” Epidian 5/PAC, można zauważyć większą wartość siły przy wykonywaniu odcisku w strefie przyściennej, jest to następstwo większego oporu materiału znajdującego się w tej strefie. Przebieg krzywych w reprezentatywnych punktach spoiny jest standardowy dla tego typu badania. Oznacza to że materiał w miejscu punktu pomiarowego jest jednorodny. Nie zaobserwowano istotnych różnic w przebiegu krzywych pomiędzy spoinami, które łączą blachy ze stopu aluminium i stali o podwyższonej odporności na korozję.



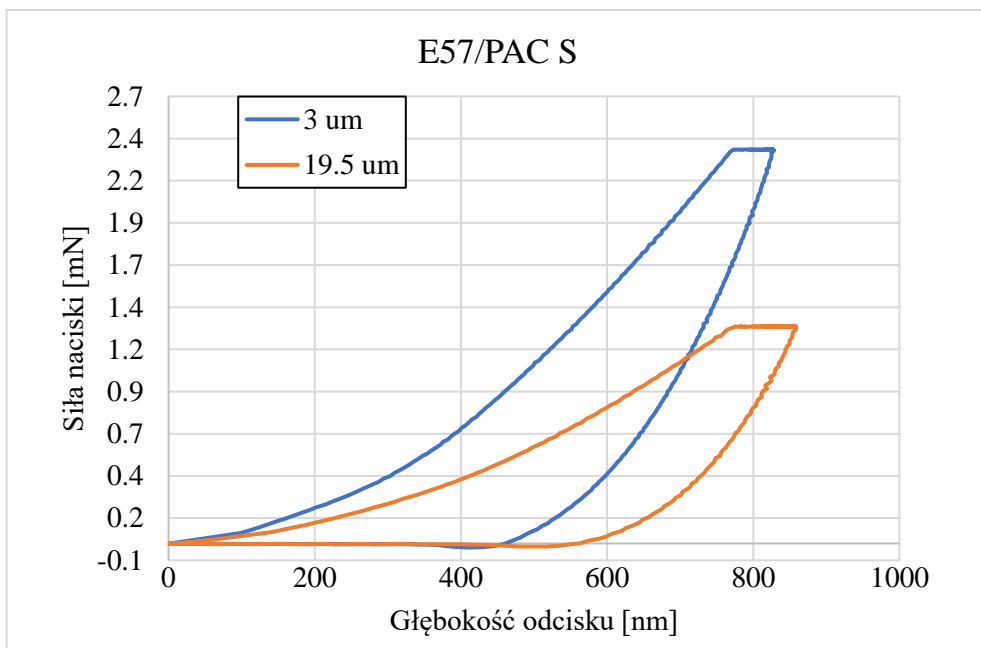
Rys. 5.30. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 23 μm od brzegu spoiny klejowej E5/Z1 o grubości 0,046 mm., łączącej blachy ze stopu aluminium EN AW-2024 T3



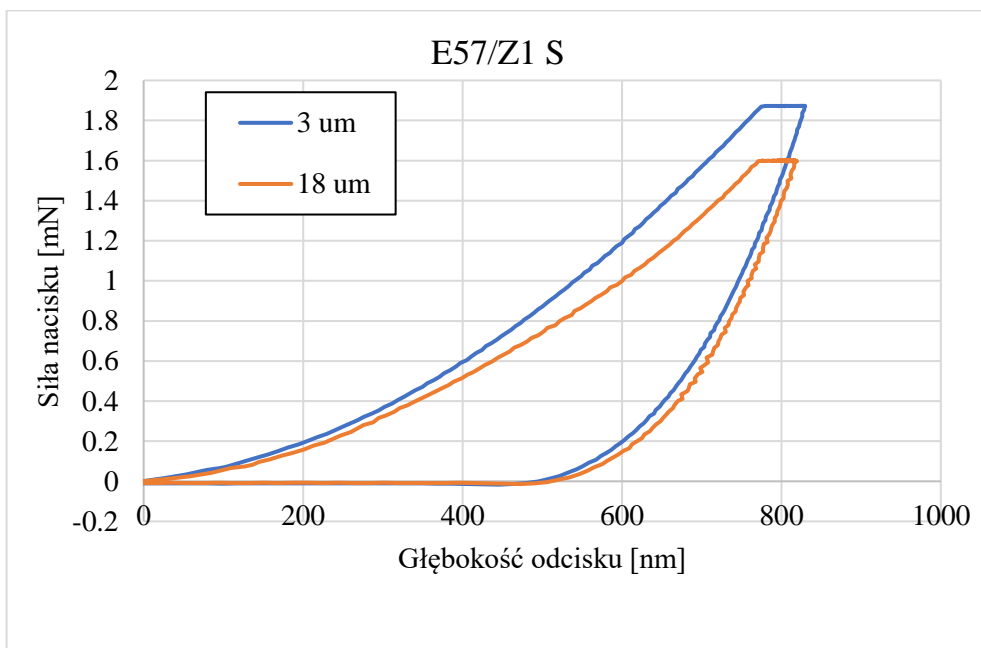
Rys. 5.31. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 31 μm od brzegu spoiny klejowej E5/Z1 o grubości 0,062 mm., łączącej blachy ze stali 1.4301



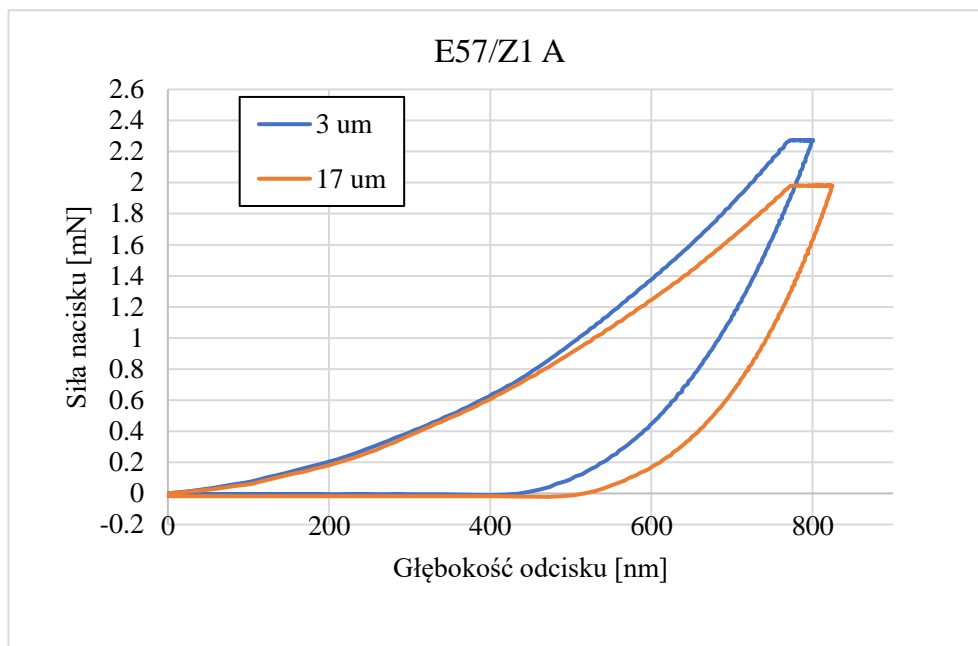
Rys. 5.32. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 19.5 μm od brzegu spoiny klejowej E57/PAC o grubości 0,039 mm, łączącej blachy ze stopu aluminium



Rys. 5.33. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 19.5 μm od brzegu spoiny klejowej E57/PAC o grubości 0,039 mm, łączącej blachy ze stali 1.4301

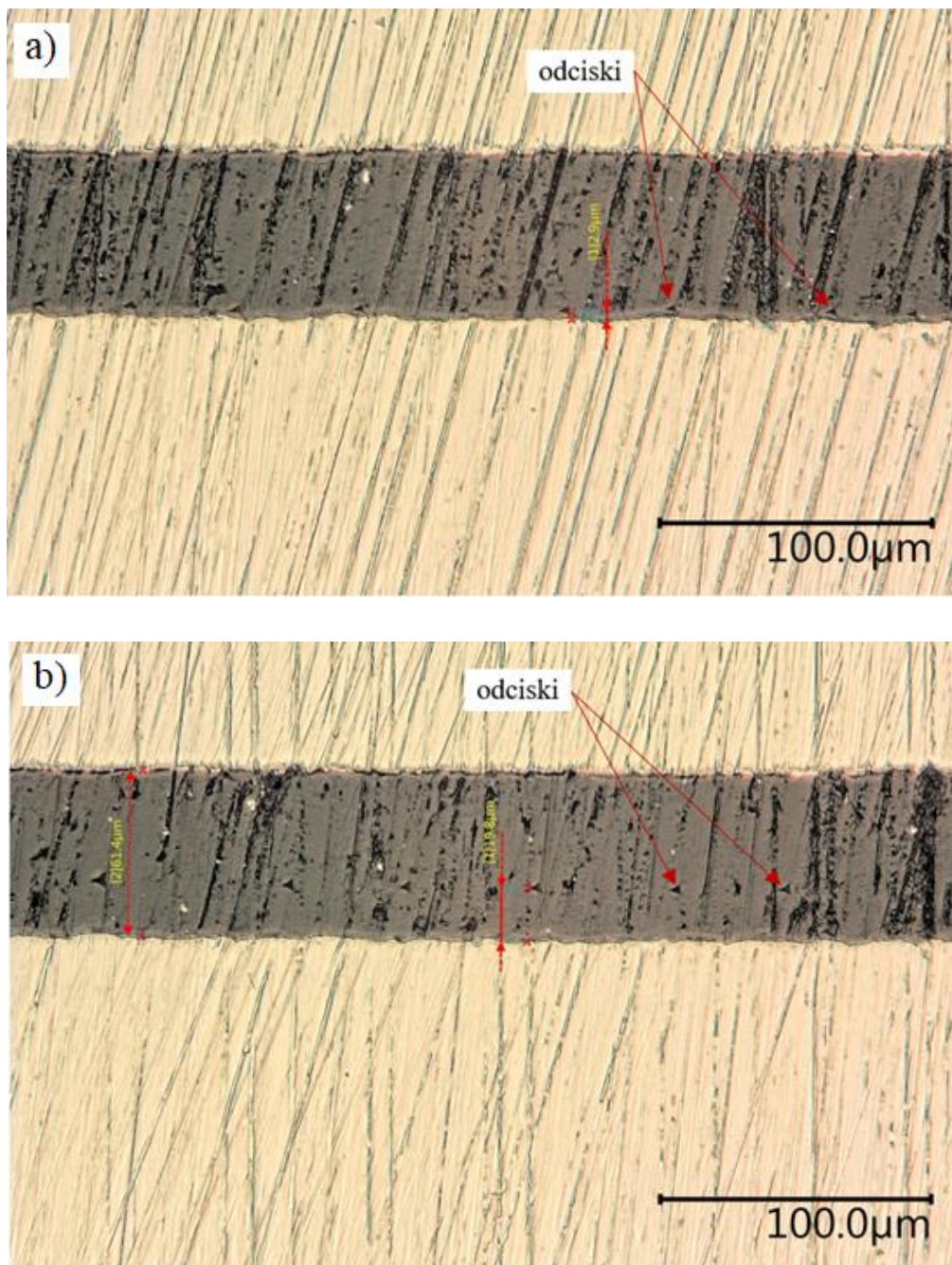


Rys. 5.34. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 18 μm od brzegu spoiny klejowej E57/Z1 o grubości 0,036 mm, łączącego blachy ze stali 1.4301



Rys. 5.35. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 17 μm od brzegu spoiny klejowej E57/Z1 o grubości 0,034 mm, łączącego blachy ze stopu aluminium

W próbkach klejonych klejami „sztywnymi” można zaobserwować bardziej stromą krzywą w porównaniu do klejów „elastycznych”, jednocześnie docelowa głębokość 800 nm jest osiągnięta przy większej sile nacisku. Można sformułować ogólny wniosek, że kształt wykresu, a konkretnie części obciążania przyjmuje kształt bliższy linii prostej dla klejów „sztywnych”, w porównaniu do klejów „elastycznych”. Poniżej, na rysunku. 5.36, przedstawiono zdjęcia mikroskopowe zglądów, z wyeksponowaną spoiną klejową, z widocznymi odciskami. Odciski wykonane są w zdefiniowanych odległościach od brzegu spoiny, w taki sposób, aby na siebie nie oddziaływały podczas wykonywania badania.

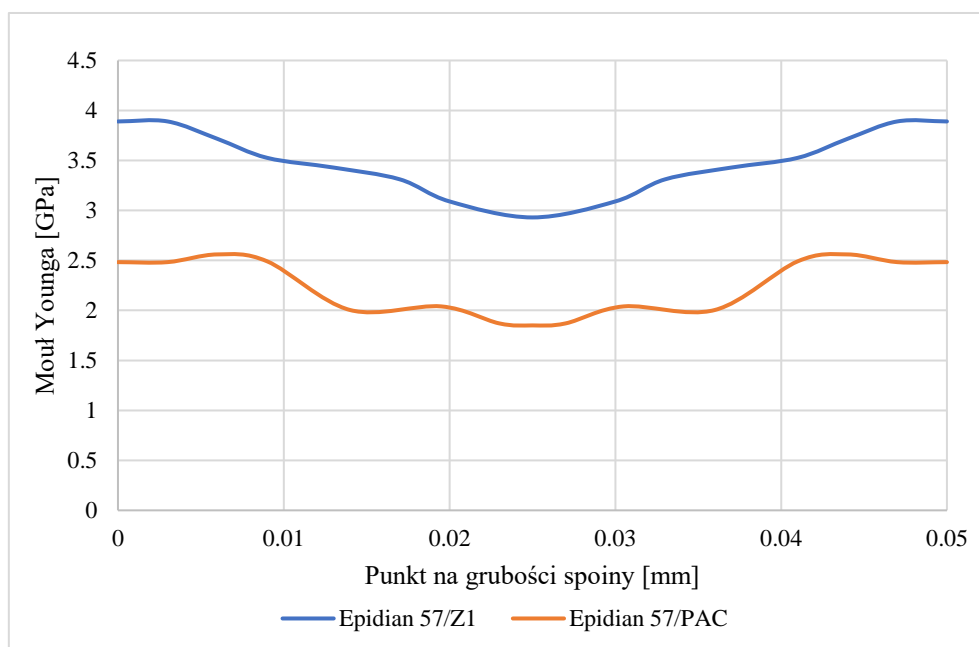


Rys. 5.36. Odciski w materiale spoiny klejowej po badaniu nanoindentacyjnym, a) odciski w punkcie 3 μm, b) w punkcie 19,8 μm

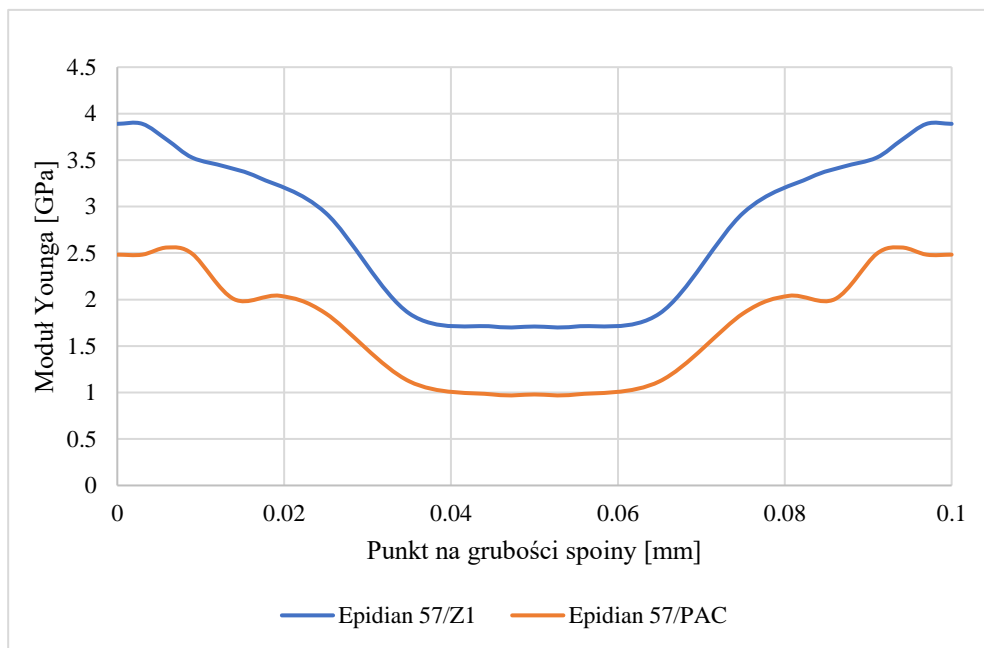
Na powyżej zamieszczonych zdjęciach mikroskopowych, można zaobserwować jak precyzyjnie wykonywane były poszczególne odciski. Precyzyjny układ pomiarowy nanoindentera CSM Instruments pozwala na pozycjonowanie wgłębnika z rozdzielczością 0,01 nm.

5.5. Wyniki modelowania numerycznego

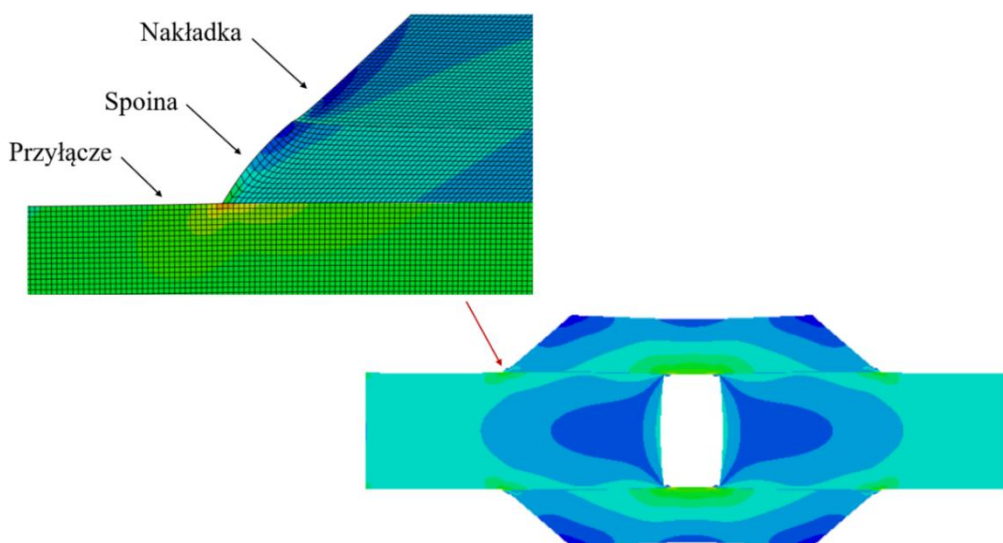
W modelowaniu numerycznym metodą elementów skończonych, zgodnie z opisem sposobu przygotowania modelu wielostrefowego, wykorzystano zmienne wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej. Wartości te opracowano na podstawie wyników badań eksperymentalnych i dostosowano do grubości rozpatrywanych spoin klejowych. Na rysunku 5.37 oraz rysunku 5.38 przedstawiono zmiany wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej, dla dwóch grubości rozpatrywanych spoin klejowych, które zastosowano w podprogramie w oprogramowaniu Abaqus. Na rysunku 5.39. przedstawiono przykładową wizualizację odkształcenia dwunakładkowego połączenia klejowego z zaznaczonym zagęszczeniem siatki elementów skończonych.



Rys. 5.37. Zmiany wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej o grubości 0,05 mm,



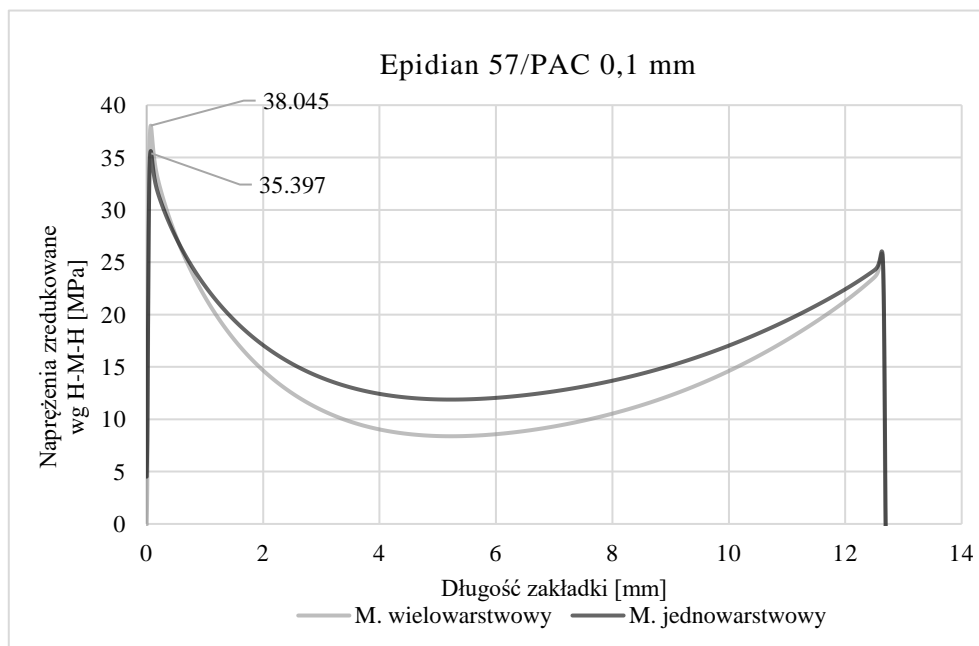
Rys. 5.38. Zmiany wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej o grubości 0,1 mm



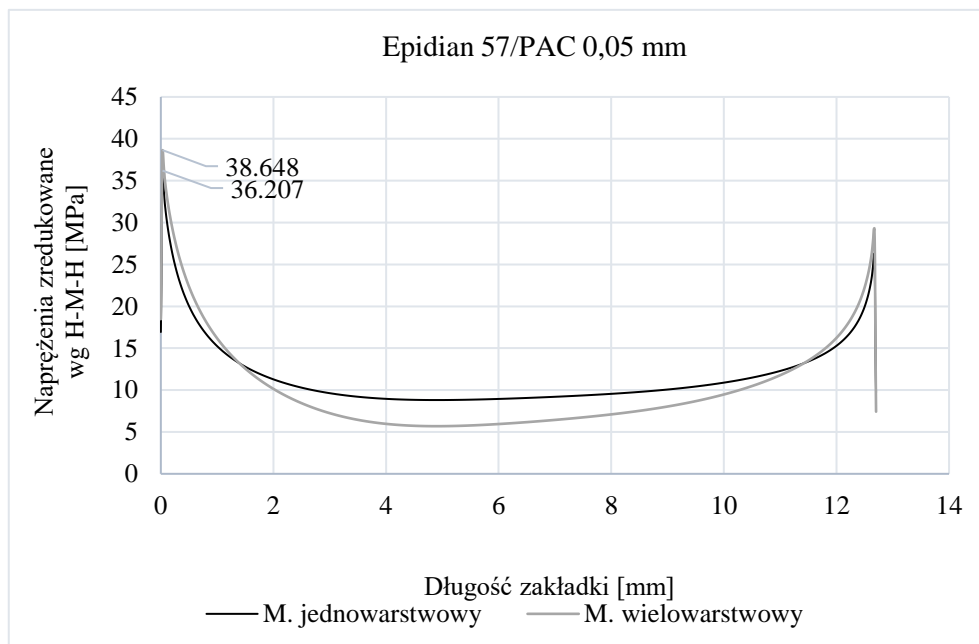
Rys. 5.39 Wizualizacja odkształcenia modelu połączenia dwunakładkowego z przedstawieniem zagęszczenia siatki elementów skończonych

Na rysunkach 5.40–5.43 zamieszczono wykresy porównawcze naprężenia zredukowanego wg hipotezy Hubera-Misesa-Hencky’ego wzdłuż pojedynczej zakładki połączenia klejowego. Na przedstawionych wykresach można zaobserwować różnice w wartościach maksymalnych naprężeń na końcu zakładki. W modelu wielostrefowym, odwzorowującym zmiany wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej, osiągają one wartość o 7,4% większą w porównaniu do modelu o jednorodnej wartości

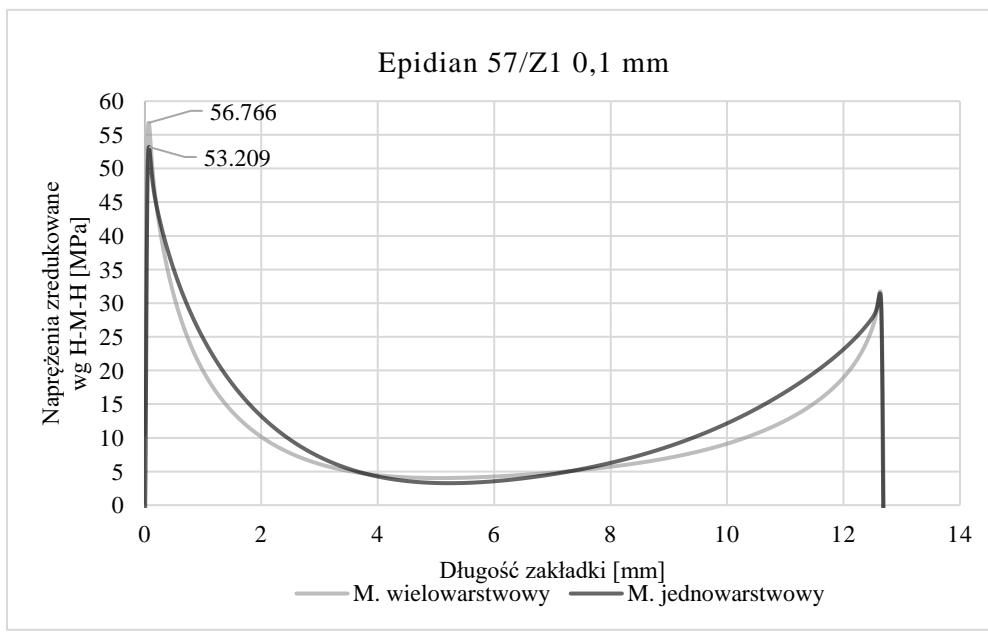
modułu Younga w całej objętości spoiny – tzw. modelu 1-strefowym, w przypadku kleju „sztywnego” Epidian 57/Z1 i spoiny o grubości równej 0,1 mm.



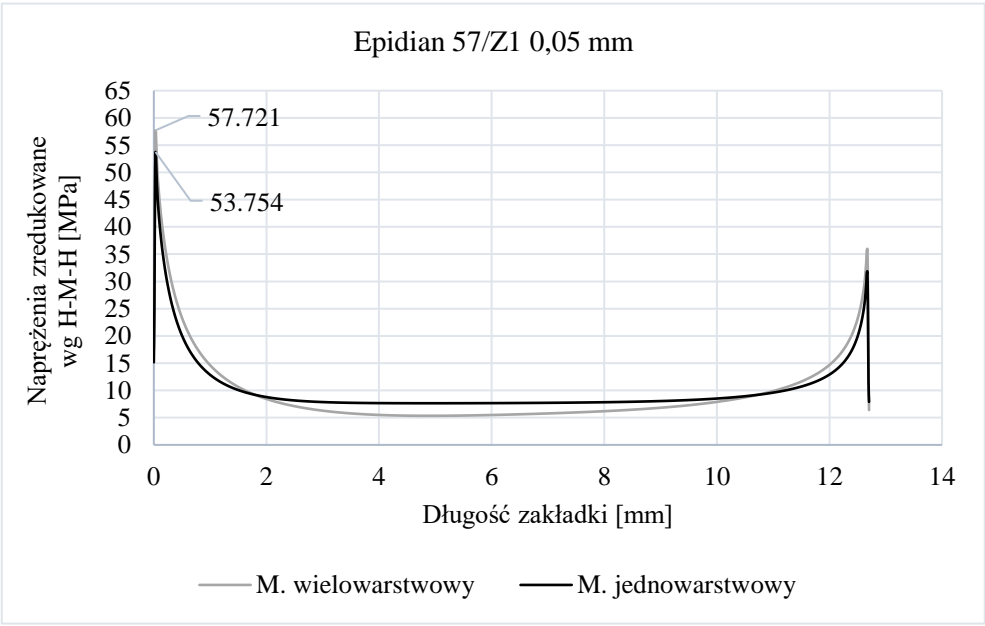
Rys. 5.40. Napężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/PAC o grubości 0,1 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1-strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości



Rys. 5.41. Napężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/PAC o grubości 0,05 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1-strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości



Rys. 5.42 Napężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/Z1 o grubości 0,1 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1 strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości



Rys. 5.43. Napężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/Z1 o grubości 0,05 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1 strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości

Aby przeanalizować wyniki symulacji, przedstawione na rysunkach 5.40–5.43, należy podkreślić, że w symulacji zamodelowano wyężenie spoiny klejowej do momentu zniszczenia połączenia. Oznacza to, że można dokonać porównania naprężeń niszczących tworzywo klejowe, z naprężeniami zredukowanymi w spoinie połączenia klejowego

poddanego odkształceniu niszczącemu połączenie klejowe w próbie eksperymentalnej. Takie porównanie pozwoli na określenie czy przy zadanym średnim odkształceniu próbki dwunakładkowej zostanie osiągnięty podobny poziom naprężeń w materiale spoiny. Różnice w wartości naprężenia będą wskazywać na różnice w wartości modułu Younga spoiny klejowej. W tabeli 5.3 oraz 5.4 zamieszczono porównanie wyników doświadczalnych oraz wyników symulacji dla klejów Epidian 57/PAC oraz Epidian 57/Z1.

Tab. 5.3 Porównanie wartości naprężeń doświadczalnych oraz wyników symulacji dla kleju Epidian 57/PAC

Wytrzymałość tworzywa klejowego [MPa]	Typ modelu	Grubość spoiny klejowej [mm]	Maks. naprężenia zredukowane w spoinie [MPa]	Różnica % względem wytrzymałości tworzywa klejowego
37,708	jednowarstwowy	0,05	36,207	-4,15%
		0,1	35,397	-6,53%
	wielowarstwowy	0,05	38,648	2,43%
		0,1	38,045	0,89%

Tab. 5.4 Porównanie wartości naprężeń doświadczalnych oraz wyników symulacji dla kleju Epidian 57/Z1

Wytrzymałość tworzywa klejowego [MPa]	Typ modelu	Grubość spoiny klejowej [mm]	Maks. naprężenia zredukowane w spoinie [MPa]	Różnica % względem wytrzymałości tworzywa klejowego
56,075	jednowarstwowy	0,05	53,754	-4,32%
		0,1	53,209	-5,39%
	wielowarstwowy	0,05	57,721	2,85%
		0,1	56,766	1,22%

Na zamieszczonych na rysunkach 5.40–5.43 wykresach można obserwować różnice w wartościach naprężeń zredukowanych wg hipotezy Hubera-Misesa-Henky'ego, wzdłuż zakładki spoiny klejowej w połączeniu klejowym. Na wykresach porównano naprężenia dla dwóch modeli numerycznych, w którym jeden można określić jako klasyczny – jednowarstwowy, tzn. taki, który nie uwzględnia niejednorodności we właściwościach modułu Younga kleju w spoinie, oraz drugi model, określony tu jako model wielowarstwowy (wielostrefowy), w którym wartość modułu Younga zmienia się

w funkcji grubości spoiny klejowej. Należy zaznaczyć, że przedstawione na wykresach wartości naprężeń są wartościami w węzłach znajdujących się na brzegu spoiny klejowej w miejscu styczności z materiałem przyłącza. Jednocześnie jest to miejsce, w którym zaobserwowano największe naprężenia zredukowane. Z uwagi na podobieństwo w przygotowaniu analizowanych modeli numerycznych, zarys krzywych przebiegu naprężeń jest również podobny. Istotną różnicą jest wartość naprężeń zredukowanych na końcach zakładki, tj. w miejscach w których oczekiwana jest inicjacja zniszczenia połączenia klejowego. Porównując wartości naprężeń zredukowanych w węzłach znajdujących się na brzegu spoiny różnice pomiędzy modelami są większe.

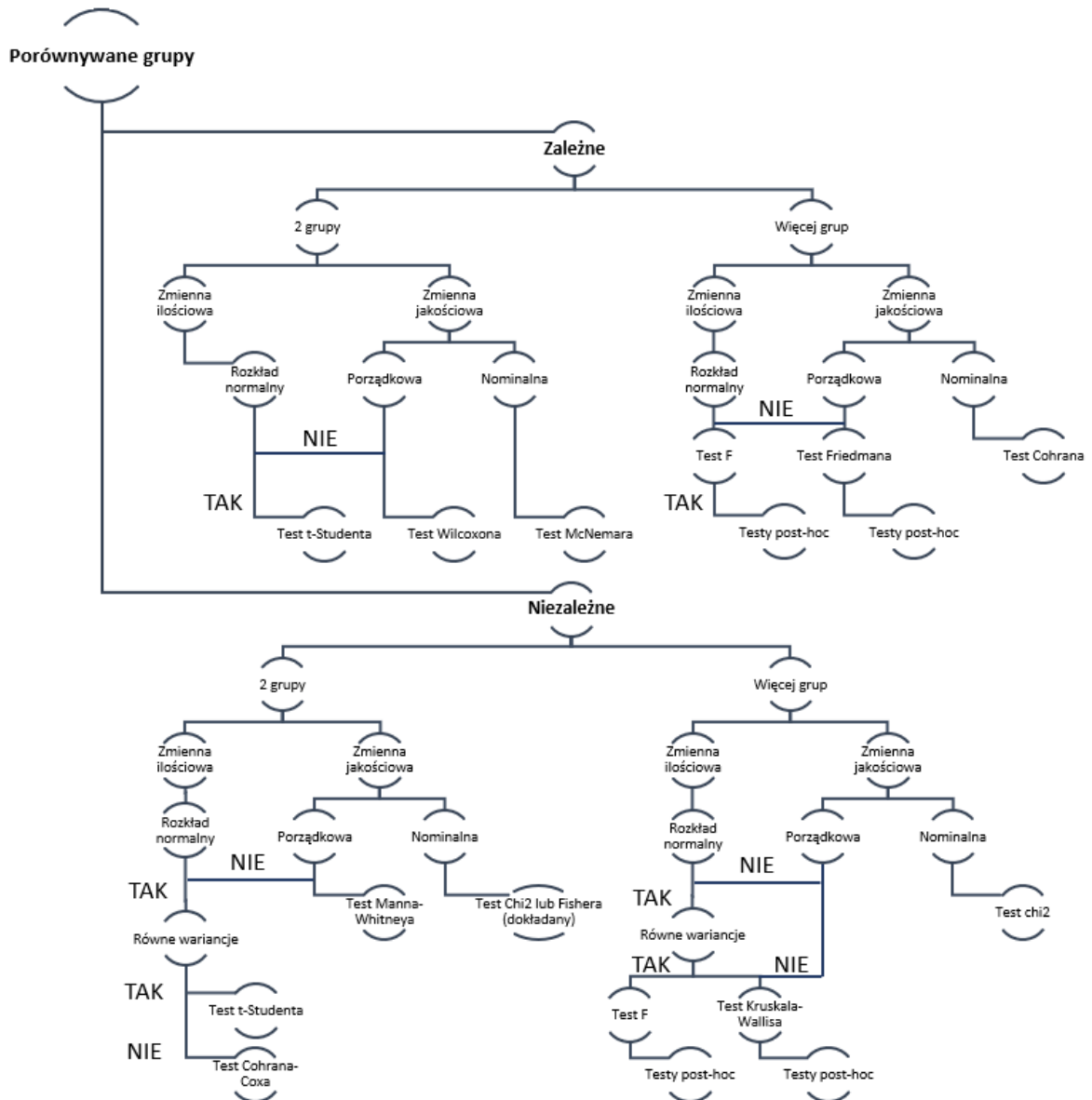
Ponieważ starano się jak najwierniej odwzorować model numeryczny w odniesieniu do rzeczywistej próbki wiósełkowej wykorzystywanej w osiowej próbie rozciągania, można porównać wartości naprężeń niszczących przy jednakowym przemieszczeniu trawersy. Porównanie można określić również jako walidację modelu numerycznego z wynikami rzeczywistej próby. Jako przemieszczenie trawersy należy rozumieć wzajemne przemieszczenie się przyłączy połączenia dwunakładkowego na odcinku 50 mm, tj. odcinku, na którym umieszczony jest ekstensometr. Z bezpośredniego porównania naprężeń zredukowanych w spoinie klejowej dla obu modeli numerycznych oraz naprężeń obliczonych na podstawie osiowej próby rozciągania, wynika, że maksymalne naprężenia w spoinie uzyskane w symulacji z wykorzystaniem modelu wielostrefowego są bliższe naprężeniom rzeczywistym, w porównaniu do modelu klasycznego. Większe naprężenia na końcach zakładki osiągające wartość naprężeń niszczących, które obserwowane są w modelu wielostrefowym wskazują na wcześniejsze zniszczenie połączenia. Jeśli rozpatrywać zniszczenie spoiny w ujęciu mechaniki uszkodzeń, ponownie należy zaznaczyć, że propagacja uszkodzeń w spoinie, z uwagi na niejednorodną strukturę materiałową spoiny, jest ograniczana przez strefy przyścienne. Prowadzi to do wzrostu naprężeń w tej strefie, a następnie z uwagi na jej wysoką wytrzymałość spowodowaną jej umocnieniem, do uszkodzenia adhezyjnego spoiny.

Na podstawie przedstawionych wyników można zauważyć lepsze dopasowanie wyników naprężeń niszczących tworzywo klejowe do wyników naprężeń zredukowanych wg H-M-H uzyskanych w obliczeniach numerycznych z wykorzystaniem modelu wielowarstwowego, który w zamyśle ma lepiej

odwzorowywać zachowanie się spoiny klejowej pod obciążeniem. Zredukowane naprężenia wg hipotezy H-M-H i ich najwyższy poziom obserwowany jest na brzegu spoiny. W miejscu tym zwykle następuje inicjacja zniszczenia spoiny, gdyż właśnie tu na spoinę działają największe naprężenia normalne. W porównaniu wyników eksperymentalnych oraz symulacyjnych dla spoin o grubości 0,1 mm wykonanych klejem Epidian 57/PAC, należy zauważyć, że największe naprężenia zredukowane, uzyskane w wynikach symulacji z wykorzystaniem modelu wielowarstwowego, są o 0,9% większe niż średnie naprężenia niszczące określone eksperymentalnie dla rozciągania próbek wiosełkowych. Naprężenia zredukowane w modelu jednowarstwowym są o 5,93% niższe w stosunku do średnich naprężeń niszczących określonych w próbie eksperymentalnej. W wielu opracowaniach autorzy wskazują na różnice pomiędzy wynikami symulacyjnymi oraz eksperymentalnymi, które często wynoszą więcej niż 5%. W tym miejscu należy przytoczyć wartości odchyień standardowych dla analizowanych przypadków tj. dla kleju Epidian 57/PAC: 5,51% a dla kleju Epidian 57/Z1: 3,81%. Różnice w wynikach pomiędzy wyżej przedstawionymi modelami sięgają 7,4%. Porównanie pomiędzy średnimi naprężeniami niszczącymi należy traktować jako pewnego rodzaju walidację modelu, jednak należy zwrócić uwagę na fakt, że przedstawiony model nie uwzględnia zjawisk związanych z adhezją kleju do podłoża, która często decyduje o zniszczeniu połączenia. Jako miarę zgodności można przyjąć, że naprężenia w tym obszarze przy takim samym odkształceniu odpowiadającym naprężeniu niszczącemu połączenie, powinny przyjąć wartość najbliższą wartości naprężenia niszczącego tworzywo klejowe. Zmieniona wartość modułu Younga spoiny klejowej sprawia, że zniszczenie spoiny może zostać zainicjowane wcześniej tzn. naprężenia niszczące zostaną osiągnięte wcześniej. Należy jednak zauważyć, że oba modele dość dobrze odwzorowują poziomy naprężeń spodziewane w wytężonym połączeniu klejowym.

6. STATYSTYCZNE OPRACOWANIE WYNIKÓW

Przeprowadzono analizę statystyczną wyników uzyskanych z badań własnych, aby ocenić istotność obserwowanych różnic. Wybór odpowiedniego narzędzia statystycznego jest procesem złożonym, który zależy od różnych aspektów, takich jak typ próby (zależna lub niezależna), liczba grup porównawczych (dwie lub więcej) oraz rodzaj skali (ilościowa lub jakościowa). W ramach badań zastosowano procedurę porównania dwóch prób z niezależnymi zmiennymi ilościowymi, zgodnie ze schematem z rysunku 6.1. Przyjęto standardowy dla badań naukowych poziom istotności $\alpha = 0,05$ [84,95,124]. Do analizy danych wykorzystano programy Excel 2019 oraz Statistica w wersji 13.



Rys. 6.1 Schemat ideowy postępowania przy wyborze testów do oceny istotności różnic

Analizę statystyczną rozpoczęto od przeprowadzenia testu Shapiro-Wilka, aby zweryfikować, czy rozkład badanej cechy jest normalny. Sformułowano dwie hipotezy:

- hipoteza zerowa H_0 : rozkład zmiennej jest normalny,
- hipoteza alternatywna H_1 : rozkład zmiennej nie jest normalny.

Statystyka testowa W dla testu Shapiro-Wilka została obliczona zgodnie z równaniem:

$$W = \frac{(\sum_i a_i(n)(X_{n-i+1} - X_i))^2}{\sum_{j=1}^n (X_j - \bar{X})^2} \quad (6.1)$$

Definicja symboli jest następująca: $a_i(n)$ to współczynniki wybierane z odpowiedniej tabeli, n oznacza liczbę pomiarów, j odnosi się do poszczególnych obserwacji w próbie, a i oznacza kolejne różnice między wartościami skrajnymi. Przykładowo, $i = 1$ to różnica między największą a najmniejszą obserwacją, $i = 2$ to różnica między drugą największą a drugą najmniejszą wartością, itd. Wzór $X_{n-i+1} - X_i$ opisuje te różnice, gdzie X_j to wartość indywidualnej obserwacji, a \bar{X} to średnia wartość obserwacji.

Krytyczną wartość dla testu Shapiro-Wilka, $W(n, \alpha)$, dobrano z tabeli, która uwzględnia liczbę pomiarów n oraz przyjęty poziom istotności α . Jeśli $W \geq W(n, \alpha)$, wnioskuje się, że rozkład zmiennej jest normalny, co pozwala na przyjęcie hipotezy zerowej H_0 o normalności rozkładu.

W kolejnym etapie, po potwierdzeniu normalności rozkładu, przeprowadza się test równości wariancji za pomocą statystyki F Fishera-Snedecora, zgodnie z równaniem (6.2), przy następujących hipotezach:

- hipoteza zerowa H_0 : $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$,
- hipoteza alternatywna H_1 : $\sigma_2^2 < \sigma_1^2$.

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2} \quad (6.2)$$

Definicje są następujące: S_1^2 to wariancja o wartości większej, a S_2^2 to wariancja o wartości mniejszej.

Obliczoną wartość statystyki F następnie porównuje się z wartością krytyczną $F_{kr}(\alpha, f_1, f_2)$. Wartość krytyczna ta jest ustalana na podstawie przyjętego poziomu

istotności α oraz liczby stopni swobody f_1 i f_2 , które są określane dla dwóch analizowanych prób, zgodnie z równaniami (6.3 i 6.4):

$$f_1 = n_1 - 1, \quad (6.3)$$

$$f_2 = n_2 - 1. \quad (6.4)$$

Biorąc pod uwagę postawione powyżej hipotezy badawcze zdefiniowano obszar krytyczny jako jednostronnie zamknięty (6.5):

$$O_{kr} = (F_{(\alpha, f_1, f_2)}, +\infty) \quad (6.5)$$

W przypadku gdy wynik otrzymany w statystyce testowej F okazał się niższy niż wartość tablicowa F_{kr} ($F < F_{kr}$), wynik znajduje się poza obszarem krytycznym, co wskazuje na brak podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej H_0 .

Po potwierdzeniu hipotezy zerowej H_0 o równości wariancji zastosowano test t - Studenta pozwalający na testowanie hipotezy o równości wartości średnich (6.6).

Postawiono następujące hipotezy:

- hipoteza zerowa $H_0: u_1 = u_2$,
- hipoteza alternatywna $H_1: u_1 \neq u_2$.

$$t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\frac{n_1 S_1^2 + n_2 S_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} \quad (6.6)$$

gdzie: \bar{X}_1, \bar{X}_2 – wartości średnie, S_1, S_2 – wariancja, n_1, n_2 – liczebność próby.

Wyznaczoną powyżej wartość z statystyki testowej t zestawiano ze współczynnikiem odczytanym z odpowiedniej tablicy t_{kr} , określanym w oparciu o założony poziom istotności α oraz wyliczoną liczbę stopni swobody f (6.7):

$$f = n_1 + n_2 - 2. \quad (6.7)$$

Na podstawie sformułowanych hipotez określono obszar krytyczny jako dwustronny (6.8):

$$O_{kr} = (-\infty, -t(\alpha, f)) \cup (t(\alpha, f), +\infty). \quad (6.8)$$

W przypadku gdy, wartość statystyki testowej t zawierała się w obszarze krytycznym, to hipotezę zerową H_0 odrzucano na rzecz hipotezy alternatywnej H_1 .

Jeśli odrzucono hipotezę zerową H_0 o równości wariancji, zamiast testu t-Studenta, do testowania hipotez o równości wartości średnich stosowano test C Cochran-Coxa (6.9) z wykorzystaniem poniższych hipotez:

- hipoteza zerowa $H_0: u_1 = u_2$,
- hipoteza alternatywna $H_1: u_1 \neq u_2$.

$$C = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1 - 1} + \frac{S_2^2}{n_2 - 1}}} \quad (6.9)$$

gdzie: \bar{X}_1, \bar{X}_2 – wartości średnie, S_1, S_2 – wariancja, n_1, n_2 – liczebność próby.

Następnie wartość statystyki C zestawiono z obliczoną wartością krytyczną C_{kr} zależną od przyjętego poziomu istotności α i liczebnością prób n_1 i n_2 . Obszar krytyczny został określony jako dwustronny (6.10):

$$O_{kr} = (-\infty, -c(\alpha, n_1, n_2)) \cup (c(\alpha, n_1, n_2), +\infty). \quad (6.10)$$

Analogiczne podejście stosowano w przypadku testu t-Studenta. Jeżeli wartość statystyki C znajdowała się w obszarze krytycznym, hipotezę zerową H_0 odrzucano na rzecz hipotezy alternatywnej H_1 .

Jednak w przypadku, gdy rozkład zmiennej nie jest zgodny z rozkładem normalnym, powinien zostać zastosowany test U Manna Whitneya.

6.1. Sprawdzenie rozkładu normalnego zmiennych

W prowadzonej analizie statystycznej zbadano, czy rozkłady analizowanych zmiennych są normalne, używając do tego testu W Shapiro-Wilka. Wyniki tego badania, dotyczące wartości modułu Younga w poszczególnych punktach pomiaru nanoindentacji,

zaprezentowano w tabelach 6.1, 6.2 i 6.3. Analiza uwzględniała relacje pomiędzy badanym typem kleju a typem klejonego materiału przyłącza. Przy założonym poziomie istotności $\alpha = 0,05$ oraz liczbie wykonanych pomiarów n , z tabel odczytano krytyczną wartość testu Shapiro-Wilka, wynoszącą $W_{kr} = 0,842$. W każdym przypadku uzyskano wynik $W \geq W_{kr}$, co oznacza, że nie ma podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej H_0 i można uznać, że rozkłady badanych zmiennych są normalne. Dla przejrzystości prezentowanych danych punkty pomiarowe nanoindentacji opisano jako 1-5, gdzie punkt 1 oznacza punkt pomiarowy najbliższej granicy faz, a punkt 5 jest punktem pomiarowym w środku spoiny.

Tab. 6.1. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla modułu Younga E w badaniu nanoindentacji dla kleju Epidian 5/PAC oraz Epidian 5/Z1, które łączą blachy ze stopu aluminium (A) lub stali o podwyższonej wytrzymałości na korozję (S)

Klej/Materiał klejony	Punkt pomiarowy				
	1	2	3	4	5
Epidian 5/PAC A	0,949	0,893	0,953	0,861	0,940
Epidian 5/PAC S	0,927	0,848	0,843	0,974	0,953
Epidian 5/Z1 A	0,941	0,911	0,899	0,949	0,943
Epidian 5/Z1 S	0,867	0,855	0,848	0,865	0,923

Tab. 6.2. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla modułu Younga E w badaniu nanoindentacji dla kleju Epidian 57/PAC oraz Epidian 57/Z1, które łączą blachy ze stopu aluminium (A) lub stali o podwyższonej wytrzymałości na korozję

Klej/Materiał klejony	Punkt pomiarowy				
	1	2	3	4	5
Epidian 57/PAC A	0,877	0,899	0,965	0,948	0,915
Epidian 57/PAC S	0,861	0,953	0,914	0,966	0,925
Epidian 57/Z1 A	0,874	0,941	0,960	0,843	0,886
Epidian 57/Z1 S	0,853	0,935	0,931	0,963	0,963

Tab. 6.3. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla modułu Younga E w badaniu nanoindentacji dla kleju Epidian 6/PAC oraz Epidian 6/Z1, które łączą blachy ze stopu aluminium (A) lub stali o podwyższonej wytrzymałości na korozję

Klej/Materiał klejony	Punkt pomiarowy				
	1	2	3	4	5
Epidian 6/PAC A	0,944	0,903	0,850	0,962	0,958
Epidian 6/PAC S	0,961	0,977	0,961	0,913	0,903
Epidian 6/Z1 A	0,937	0,956	0,924	0,911	0,843
Epidian 6/Z1 S	0,968	0,955	0,950	0,941	0,940

W Tabeli 6.4 przedstawiono wyniki sprawdzania normalności rozkładów dla spoin klejowych, które mierzono w próbkach dwunakładkowych. Przy założonym poziomie istotności $\alpha = 0,05$ oraz liczbie wykonanych pomiarów n , z tabel odczytano krytyczną wartość testu Shapiro-Wilka, wynoszącą $W_{kr} = 0,818$. W każdym przypadku uzyskano wynik $W \geq W_{kr}$, co oznacza, że nie ma podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej H_0 i można uznać, że rozkłady badanych zmiennych są normalne.

Tab. 6.4. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla grubości spoin klejowych w próbkach dwunakładkowych

Klej	Grubość spoiny [mm]	Punkt pomiarowy				
		1	2	3	4	5
Epidian 57/PAC	0,05	0,866	0,938	0,930	0,885	0,922
Epidian 57/PAC	0,1	0,902	0,835	0,914	0,966	0,972
Epidian 57/Z1	0,05	0,909	0,882	0,972	0,874	0,912
Epidian 57/Z1	0,1	0,865	0,970	0,976	0,890	0,964

Normalność rozkładów testem W Shapiro-Wilka badano również dla długości i szerokości zakładki połączenia dwunakładkowego. Dla wszystkich zmiennych stwierdzono, że ich rozkłady są zbliżone do rozkładu normalnego, ponieważ w każdym przypadku prawdziwa była nierówność $W \geq W_{kr}$.

6.2. Testowanie hipotez statystycznych o równości wariancji i wartości średnich

W pierwszym etapie analizy statystycznej skupiono się na wynikach pochodzących z testów nanoindentacji. Tabela 6.5 zawiera wyniki testowania hipotezy o równości wariancji oraz hipotezy o równości średnich wartości modułu Younga dla kleju „elastycznego” Epidian 57/PAC, co umożliwiło porównanie wpływu łączonego materiału na wartość modułu Younga spoiny. W wyniku analizy zauważono, że w każdym przypadku stwierdzono zarówno równość wariancji, jak i średnich wartości. Oznacza to, że przy założonym poziomie istotności $\alpha = 0,05$, wyniki pomiarów modułu Younga spoiny klejowej dla wszystkich kompozycji klejowych, zarówno dla stopu aluminium (A) jako materiału łączonego jak również stali o podwyższonej odporności na korozję (S), są równoważne w przypadku stosowania kleju „elastycznego” Epidian 57/PAC. W tabeli 6.6 przedstawiono wyniki testowania hipotezy o równości wariancji oraz hipotezy o równości średnich wartości modułu Younga dla kleju „sztywnego” Epidian 57/Z1. Poprzez analizę wykazano równość wariancji przy jednoczesnym braku potwierdzenia dla równości średnich. Wobec tego przyjęto hipotezę alternatywną H_1 . Wskazuje to na wpływ materiału klejonego na klej o „bardziej sztywnej” charakterystyce.

Tab. 6.5. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 57/PAC

Test	Punkt pomiaru	F	F _{kr}	Wynik	T	t _{kr}	Wynik
A-S	1	3,1110	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-6,7875	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	2	1,0477	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,2007	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	3	3,1249	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,8661	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	4	2,4382	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-6,6724	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	5	2,5013	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-2,6441	2,101	$u_1 = u_2$

W tabeli 6.6 przedstawiono wyniki weryfikacji statystycznej modułu Younga spoiny klejowej Epidian 57/Z1. Stwierdzono równość wariancji we wszystkich badanych przypadkach, jednak zaobserwowano istotne różnice w wartościach średnich. Oznacza to, że na ustalonym poziomie istotności $\alpha = 0,05$, relacja między materiałem łączonym a punktem pomiaru na grubości spoiny klejowej ma wpływ na wartość modułu Younga.

Tab. 6.6 Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 57/Z1

Test	Punkt pomiaru	F	F _{kr}	Wynik	t/C	t _{kr} /C _{kr}	Wynik
A-S	1	0,1216	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	4,4623	2,101	$u_1 \neq u_2$
A-S	2	1,5534	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	7,4625	2,101	$u_1 \neq u_2$
A-S	3	1,0459	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	13,8353	2,101	$u_1 \neq u_2$
A-S	4	3,1178	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	8,6066	2,101	$u_1 \neq u_2$
A-S	5	0,5316	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	10,2372	2,101	$u_1 \neq u_2$

W tabeli 6.7 zaprezentowano wyniki statystycznej weryfikacji hipotez dotyczących równości wariancji oraz równości średnich wartości dla modułu Younga spoiny klejowej, z tym, że analiza ta skupiła się na położeniu punktu pomiarowego w odniesieniu do brzegu spoiny. Stwierdzono, że dla każdego wariantu testu utrzymano hipotezę zerową H_0 o równości wariancji. Jednak równość średnich wartości potwierdzono w czterech na sześć przypadków, w pozostałych przyjęto hipotezę alternatywną H_1 . Obserwacje dotyczą kleju Epidian 57/PAC łączącego blachy ze stopu aluminium. Analiza wykazała, że przy przyjętym poziomie istotności $\alpha = 0,05$ odległość od brzegu spoiny ma wpływ na wartości modułu Younga.

Tab. 6.7. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/PAC łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	2,0304	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,3481	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	2,6277		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,1734		$u_1 = u_2$
4	4	3-4	5,1396		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	7,2618		$u_1 \neq u_2$
5	5	4-5	2,2775		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,9062		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	1,2941		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,2372		$u_1 = u_2$
7	-	1-5	2,9205		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	6,9040		$u_1 \neq u_2$

W tabeli 6.8 zaprezentowano wyniki statystycznej weryfikacji hipotez dotyczących równości wariancji oraz równości średnich wartości dla modułu Younga spoiny klejowej, w odniesieniu do kleju Epidian 57/PAC łączącego blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję.

Tab. 6.8. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/PAC łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t/C	t _{kr} /C _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	1,6052	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	5,6770	2,101	$u_1 \neq u_2$
3	3	2-3	9,3427		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	2,0027		$u_1 = u_2$
4	4	3-4	1,7671		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,0843		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	2,3365		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,9298		$u_1 \neq u_2$
6	-	1-3	14,9966		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	8,6129		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	3,6322		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	9,4716		$u_1 \neq u_2$

Uzyskane wyniki wskazują na wpływ odległości od brzegu spoiny (punktu pomiarowego oddalonego od brzegu spoiny klejowej) na wartość modułu Younga kleju w spoinie. Zgodnie z przedstawioną analizą wpływ przyłączy ze stali o podwyższonej odporności na korozję na wartość modułu Younga jest większy niż dla spoiny klejowej łączącej blachy ze stopu aluminium.

W tabeli 6.9 zamieszczono wyniki statystycznej weryfikacji hipotez dotyczących równości wariancji oraz równości średnich wartości dla modułu Younga spoiny klejowej, wykonanej z kleju Epidian 57/Z1. Analizowano wpływ położenia punktu pomiarowego w odniesieniu do brzegu spoiny na wartość modułu Younga. Stwierdzono, że dla każdego wariantu testu utrzymano hipotezę zerową H_0 o równości wariancji. Jednak równość średnich wartości potwierdzono w czterech na sześć przypadków, w pozostałych przyjęto hipotezę alternatywną H_1 . Poniższe obserwacje dotyczą kleju Epidian 57/Z1 łączącego blachy ze stopu aluminium. Analiza wykazała, że przy przyjętym poziomie istotności $\alpha = 0,05$, odległość od brzegu spoiny ma wpływ na wartości modułu Younga.

Tab. 6.9. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/Z1 łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	2,6990	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,1139	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	1,1598		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,0400		$u_1 = u_2$
4	4	3-4	2,6406		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	3,0064		$u_1 \neq u_2$
5	5	4-5	3,0625		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,5931		$u_1 \neq u_2$
6	-	1-3	3,1302		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,2583		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	2,6990		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	3,5692		$u_1 \neq u_2$

W tabeli 6.10 zaprezentowano wyniki statystycznej weryfikacji hipotez dotyczących równości wariancji oraz równości średnich wartości dla modułu Younga spoiny klejowej, w odniesieniu do kleju Epidian 57/Z1 łączącego blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję. W poniższym przypadku można również sformułować wniosek o istotnym wpływie położenia wybranego punktu pomiarowego na wartość modułu Younga w spoinie.

Tab. 6.10. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/Z1 łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	1,5288	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,4054	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	2,8391		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	3,2309		$u_1 \neq u_2$
4	4	3-4	2,1283		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,9954		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	1,6466		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	5,4480		$u_1 \neq u_2$
6	-	1-3	3,1345		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,2693		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	3,0351		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	5,7133		$u_1 \neq u_2$

W tabelach 6.11–6.22 Przedstawiono wyniki weryfikacji statystycznej wyników modułu Younga dla pozostałych spoin klejowych wykonanych żywicami Epidian 5 oraz Epidian 6 z utwardzaczami Z1 i PAC. Analizę prowadzono odpowiednio dla zależności pomiędzy łączonym materiałem oraz położeniem punktu pomiarowego na grubości spoiny klejowej.

Tab. 6.11. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 5/PAC

Test	Punkt pomiaru	F	F _{kr}	Wynik	t/C	t _{kr} /C _{kr}	Wynik
A-S	1	1,7015	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,8407	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	2	0,1146	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-1,4839	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	3	0,5050	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,1281	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	4	3,1116	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,1002	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	5	1,8839	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,3134	2,262	$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.12. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 5/Z1

Test	Punkt pomiaru	F	F _{kr}	Wynik	t/C	t _{kr} /C _{kr}	Wynik
A-S	1	1,1314	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,0459	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	2	5,1897	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	-1,0828	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	3	8,1581	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	1,5951	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	4	8,1509	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	4,4298	2,262	$u_1 \neq u_2$
A-S	5	3,1789	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	6,2094	2,262	$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.13. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/PAC łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	T	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	2,0304	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,3481	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	2,6277		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,1734		$u_1 = u_2$
4	4	3-4	5,1396		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	7,2618		$u_1 \neq u_2$
5	5	4-5	2,2775		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,9062		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	1,2941		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,2372		$u_1 = u_2$
7	-	1-5	2,9205		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	6,9040		$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.14. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/PAC łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	T	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	1,9419	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,2519	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	3,1121		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,8947		$u_1 \neq u_2$
4	4	3-4	1,3155		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,8527		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	3,5073		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	0,0303		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	1,6026		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	3,2995		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	7,3938		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	5,7909		$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.15. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/Z1 łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	T	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	2,6990	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,3994	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	1,1598		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,0345		$u_1 = u_2$
4	4	3-4	2,6406		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,0977		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	3,0625		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,3200		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	3,1302		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,4321		$u_1 = u_2$
7	-	1-5	2,6990		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,8367		$u_1 = u_2$

Tab. 6.16. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/Z1 łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	3,2508	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,4233	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	2,0096		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	5,0690		$u_1 \neq u_2$
4	4	3-4	2,6323		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	6,1183		$u_1 \neq u_2$
5	5	4-5	4,6327		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	9,2634		$u_1 \neq u_2$
6	-	1-3	6,5328		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,7533		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	3,7120		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	9,8254		$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.17. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 6/PAC

Test	Punkt pomiaru	F	F _{kr}	Wynik	t/C	t _{kr} /C _{kr}	Wynik
A-S	1	6,0271	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	6,3623	2,262	$u_1 \neq u_2$
A-S	2	1,8270	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-1,0752	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	3	4,9578	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	1,3941	2,262	$u_1 = u_2$
A-S	4	1,5553	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,1154	2,101	$u_1 = u_2$
A-S	5	1,3570	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,6854	2,101	$u_1 = u_2$

Tab. 6.18. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 6/Z1

Test	Punkt pomiaru	F	F _{kr}	Wynik	t/C	t _{kr} /C _{kr}	Wynik
A-S	1	3,1230	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	5,1581	2,101	$u_1 \neq u_2$
A-S	2	3,0245	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,5941	2,101	$u_1 \neq u_2$
A-S	3	4,5551	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	9,2837	2,262	$u_1 \neq u_2$
A-S	4	7,7462	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	10,1869	2,262	$u_1 \neq u_2$
A-S	5	17,9494	3,1789	$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	1,0688	2,262	$u_1 = u_2$

Tab. 6.19. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/PAC łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	4,1434	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	6,3000	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	2,5572		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-1,5504		$u_1 = u_2$
4	4	3-4	2,9099		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	2,0813		$u_1 \neq u_2$
5	5	4-5	1,4625		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,8119		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	10,5955		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	5,8510		$u_1 = u_2$
7	-	1-5	2,4896		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	7,4965		$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.20. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/PAC łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	2,6577	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,9483	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	1,0612		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,0858		$u_1 \neq u_2$
4	4	3-4	2,6500		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,1761		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	3,0868		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	2,6304		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	2,8202		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	0,3723		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	3,2851		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	3,1692		$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.21. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/Z1 łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	2,4912	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,5418	2,101	$u_1 \neq u_2$
3	3	2-3	1,6565		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,2891		$u_1 \neq u_2$
4	4	3-4	2,3541		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	1,9648		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	3,1486		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,7866		$u_1 \neq u_2$
6	-	1-3	4,1268		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	4,3474		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	3,0855		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	6,7969		$u_1 \neq u_2$

Tab. 6.22. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/Z1 łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)

l.p.	Punkt pomiaru	Test porównawczy	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
1	1	-	-	-	-	-	-	-
2	2	1-2	1,9709	3,1789	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-1,4153	2,101	$u_1 = u_2$
3	3	2-3	2,4949		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	11,5671		$u_1 \neq u_2$
4	4	3-4	4,0033		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	-1,6265		$u_1 = u_2$
5	5	4-5	1,3588		$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-5,7989		$u_1 = u_2$
6	-	1-3	4,9170		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	7,3057		$u_1 \neq u_2$
7	-	1-5	14,4866		$\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	5,0166		$u_1 \neq u_2$

Na podstawie uzyskanych wyników badania nanoindentacji oraz przeprowadzonej analizy statystycznej sformułowano wnioski o wpływie analizowanych zmiennych – pierwotna sztywność kleju, materiał łączony, grubość spoiny oraz położenie punktu pomiarowego na grubości spoiny, na wartość modułu Younga spoiny klejowej.

W następnej części analizy statystycznej skupiono uwagę na wytrzymałości połączenia klejowego. W tabeli 6.23 przedstawiono wyniki testów hipotezy o równości wariancji oraz hipotezy o równości średnich dla wytrzymałości połączenia klejowego

wykonanego w dwóch wariantach grubości spoin. Analizowano związek pomiędzy wytrzymałością połączenia oraz grubością spoiny klejowej i sztywnością kleju. W wyniku przeprowadzonej analizy stwierdzono równość wariancji we wszystkich badanych przypadkach, jednak zaobserwowano istotne różnice w wartościach średnich. Oznacza to, że na ustalonym poziomie istotności $\alpha = 0,05$, relacja między sztywnością kleju a grubością spoiny klejowej ma wpływ na wytrzymałość połączenia klejowego.

Tab. 6.23. Weryfikacja statystyczna wyników wytrzymałości połączenia dla spoin 0,05 i 0,1 mm (dla $\alpha = 0,05$)

Klej	Test	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
Epidian 57/PAC	0,05-0,1	2,8780	5,05	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	4,1239	2,5706	$u_1 \neq u_2$
Epidian 57/Z1	0,05-0,1	1,1415	5,05	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	2,6169	2,5706	$u_1 \neq u_2$

Analizowano również wpływ grubości spoiny oraz sztywności kleju na wydłużenie niszczące. W tabeli 6.24 przedstawiono wyniki testów hipotezy o równości wariancji oraz hipotezy o równości średnich dla wydłużenia niszczącego połączenie klejowe, wykonanego w dwóch wariantach grubości spoin.

Tab. 6.24. Weryfikacja statystyczna wyników wydłużenia niszczącego połączenie dla spoin 0,05 i 0,1 mm (dla $\alpha = 0,05$)

Klej	Test	F	F _{kr}	Wynik	t	t _{kr}	Wynik
Epidian 57/PAC	0,05-0,1	1,6893	5,05	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	7,5991	2,5706	$u_1 = u_2$
Epidian 57/Z1	0,05-0,1	4,4799	5,05	$\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	-0,2153	2,5706	$u_1 = u_2$

W wyniku przeprowadzonej analizy stwierdzono równość wariancji we wszystkich badanych przypadkach, jednak zaobserwowano istotne różnice w wartościach średnich dla kleju „elastycznego”. W przypadku spoin klejowych wykonanych klejem „sztywnym” wpływ grubości spoiny na wydłużenie niszczące jest mniejszy. Oznacza to, że na ustalonym poziomie istotności $\alpha = 0,05$, relacja między sztywnością kleju a grubością spoiny klejowej ma wpływ na wydłużenie niszczące połączenie klejowe.

7. PODSUMOWANIE I WNIOSKI KOŃCOWE

W pracy analizowano zagadnienia związane z niejednorodnością właściwości materiałowych w spoinie klejowej znane również pod nazwą pozorny moduł Younga. Na podstawie analizy literatury oraz własnych badań i doświadczeń zaobserwowano istotne różnice w wartości modułu Younga spoiny klejowej w funkcji grubości tej spoiny. Uwzględnienie tych zmian w modelowaniu numerycznym połączeń klejowych ma znaczący wpływ na dokładność uzyskiwanych wyników.

Na podstawie wyników badań przedstawionych w pracy doktorskiej sformułowano wniosek, że zjawiska związane z adhezją na granicy faz metal-klej w sposób specyficzny wpływają na strukturę i właściwości strefy przyściennej utwardzonego kleju, co skutkuje zmianą sztywności materiału spoiny na jej grubości, czym pozytywnie zweryfikowano hipotezę nr 1 rozprawy doktorskiej. Jednocześnie zaproponowano metodę modelowania spoin klejowych, uwzględniającą różnice w sztywności spoiny klejowej na jej grubości, dzięki czemu możliwa jest poprawa dokładności prognozowania wytrzymałości połączeń klejowych. To stwierdzenie, potwierdzone wynikami badań, pozytywnie weryfikuje przyjętą hipotezę nr 2 rozprawy doktorskiej.

Przeprowadzone badania własne oraz analiza uzyskanych wyników pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

1. Badania nanoindentacyjne spoin klejowych i badania modułu Younga tworzywa klejowego:
 - Zaobserwowano zmiany wartości modułu Younga spoiny klejowej na grubości spoiny klejowej we wszystkich badanych klejach epoksydowych.
 - Największą wartość modułu Younga zaobserwowano w pobliżu granicy faz klej-metal, wraz z oddalaniem się od brzegu spoiny wartość modułu Younga zmniejsza się.
 - Na grubości spoiny klejowej można wyodrębnić strefy, które różnią się wartością modułu Younga. Strefę znajdującą się w bezpośrednim kontakcie z materiałem przyłącza określono mianem strefy przyściennej. W strefie tej obserwowana jest podwyższona wartość modułu Younga. W środku spoiny,

nazywanym rdzeniem, wartość modułu Younga przyjmuje niższe wartości, w stosunku do modułu Younga w strefie przyściennej.

- Średnia różnica w wartości modułu Younga pomiędzy strefą przyścienną a rdzeniem spoiny dla klejów „elastycznych” wynosi 24%, dla klejów „sztywnych” wynosi 15%.
- Na podstawie rozkładu wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej ustalono, że wielkość strefy przyściennej, o podwyższonej wartości modułu Younga, wynosi około 0,015 mm.
- Wartość modułu Younga w spoinie klejowej jest wyższa niż wartość modułu Younga określona w badaniach tworzywa klejowego w formie wiosełka.
- Średnia wartość modułu Younga w spoinach klejowych jest uzależniona od grubości spoiny klejowej. W spoinach o grubości bliskiej i większej niż 0,1 mm wartość modułu Younga ulega normalizacji w środku spoiny.
- W spoinach o grubości poniżej 0,05 mm można zaobserwować znacznie wyższe wartości modułu Younga materiału spoiny w stosunku do materiału tworzywa klejowego w postaci odlewanego wiosełka – rozpatrywanego jako materiał utwardzany w warunkach bez kontaktu z materiałem łączonym np. blachą metalową.
- W próbkach klejonych, łączących stal o podwyższonej odporności na korozję, w dwóch z trzech klejów obserwuje się „pik” wartości modułu Younga w drugim punkcie pomiarowym – 6 μm . Może to być przejawem niedoskonałości kleju – porowatości, rzadzisz, niedoklejeń w obszarze bezpośredniego styku kleju z materiałem łączonym, które skorelowane jest ze sposobem przygotowania powierzchni. To wymaga pogłębionej analizy.
- Porównując wartości modułu Younga kleju na grubości skleiny dla różnych materiałów przyłączy, można obserwować różnice uzależnione od rodzaju stosowanego kleju. W przypadku kleju Epidian 5 PAC oraz Z1 wartości modułu Younga osiągają podobny poziom, bez względu na typ łączonego materiału. Natomiast w przypadku kleju Epidian 6 PAC i Z1 wartości modułu Younga obu klejów łączących przyłącza ze stopu aluminium są ok. 20% wyższe w strefie przyściennej niż te dla spoin łączących przyłącza ze stali

o podwyższonej odporności na korozję. W obszarze rdzenia spoiny wartości osiągają podobne wartości niezależnie od rodzaju łączonego materiału.

- Porównując spoiny wykonane klejem „elastycznym” (z dodatkiem PAC), a klejem „sztywnym” (z dodatkiem Z1), zauważono bardziej wyraźny podział spoiny na strefy w przypadku kleju „elastycznego”.

2. Symulacja wyężenia spoiny klejowej w połączeniu klejowym:

- Uwzględnienie różnic w wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej pozwala na poprawę dokładności prognozowania wytrzymałości połączeń klejowych.
- Uwzględnienie niejednorodności właściwości materiałowych na grubości spoiny klejowej w symulacji MES, wiąże się z koniecznością modyfikacji materiału, jest to możliwe poprzez zastosowanie podprogramu (formuł) użytkownika.
- Zmiana wartości modułu Younga w funkcji grubości spoiny, za pomocą podprogramu, jest łatwa do zaimplementowania, nie prowadzi do konieczności nadmiernego zwiększenia wymaganej do obliczeń mocy obliczeniowej oraz nie skutkuje powstawaniem osobliwości, w wyniku których można obserwować błędnie podwyższone naprężenia w obszarach nadmiernego podziału bryły na elementy skończone.
- W przypadku spoin o grubości około 0,05 mm, zaobserwowano większą wytrzymałość połączeń klejowych w stosunku do spoin o grubości 0,1 mm. Jeśli odnieść te wyniki do uzyskanych wyników modułu Younga spoin klejowych można zauważyć prawidłowość pomiędzy większą wartością modułu Younga spoin cieńszych i ich większą wytrzymałością.

3. Ważniejsze wnioski końcowe

- Stosowanie podwyższonej wartości modułu Younga, wynikającej ze zmian właściwości kleju w spoinie na jej grubości, w prognozowaniu wytrzymałości połączeń, dla spoin klejowych bardzo cienkich tj. o grubości mniejszej niż 0,1 mm, pozwala na poprawę dokładności obliczeń.
- Na podstawie przedstawionych wyników można wnioskować, że dla dokładnego modelowania i projektowania połączeń klejowych, szczególnie tych o bardzo cienkich spoinach, kluczowe jest uwzględnienie zmienności

modułu Younga w spoinie. Ma to znaczące konsekwencje dla przemysłowych zastosowań klejenia, gdzie precyzja i niezawodność połączeń są krytyczne, np. w lotnictwie, motoryzacji czy inżynierii konstrukcyjnej. Mimo widocznej poprawy dokładności modelowania wytrzymałości połączeń klejowych z wykorzystaniem modelu wielowarstwowego, również model, który nie uwzględnia zmian w charakterystyce sztywności spoiny klejowej na jej grubości, dość dobrze reprezentuje wyężenie spoiny klejowej w połączeniu klejowym. Dlatego wykorzystanie modelu wielowarstwowego i jego użycie w obliczeniach numerycznych, należy uzależnić od poziomu dokładności modelowania połączeń klejowych, który jest oczekiwany. Jednocześnie należy podkreślić potrzebę dalszych badań w tej dziedzinie, zwłaszcza w kontekście rozwijania bardziej zaawansowanych modeli numerycznych, które mogą jeszcze dokładniej odwzorować rzeczywiste zachowanie połączeń klejowych.

SPIS RYSUNKÓW

Rys. 1.1. Przykłady stosowania klejenia w przemyśle lotniczym [62]	11
Rys. 1.2. Przykłady stosowania klejenia części w przemyśle samochodowym [68] ...	12
Rys. 2.1. Rodzaje klejów konstrukcyjnych sklasyfikowane według sposobu utwardzania	16
Rys. 2.2. Rodzaje adhezji i sił wiązań adhezyjnych [85]	25
Rys. 2.3 Graficzna prezentacja zjawiska mechanicznej teorii adhezji	26
Rys. 2.4. Zwilżanie powierzchni klejami o różnej lepkości, a) klej o małej lepkości – dobre zwilżenie powierzchni, b) klej o większej lepkości – słabe zwilżenie powierzchni, c) brak zwilżenia [55].....	27
Rys. 2.5. Defekty występujące w połączeniach klejowych [83]	34
Rys. 2.6. Dwuwymiarowy model połączenia klejowego dwunakładkowego	38
Rys. 2.7. Warunki brzegowe dla połączenia dwunakładkowego	39
Rys. 2.8. Charakterystyka σ - ϵ dla przykładowego materiału plastycznego	46
Rys. 2.9. Charakterystyka biliniowego elementu kohezyjnego.....	49
Rys. 2.10. Typowe charakterystyki CZM a) biliniowa, b) trzyliniowa, c) eksponentalna	50
Rys. 4.1. Model pierwszej części badań	66
Rys. 4.2. Model drugiej części badań	67
Rys. 4.3. Model trzeciej części badań.....	68
Rys. 4.4. Model czwartej części badań.....	69
Rys. 4.5. Schemat badania nanoindentacyjnego.....	78
Rys. 4.6. Próbkki przeznaczone do badań nanoindentacji w trakcie procesu utwardzania w worku próżniowym	80
Rys. 4.7. Zgłady spoin klejowych przygotowane do badań nanoindentacyjnych	81
Rys. 4.8. Stanowisko badawcze z ultrananoindenterem CSM Instruments	82

Rys. 4.10. Przykładowa krzywa obciążania i odciążania podczas wykonywania nanoindentacji	83
Rys. 4.9. Schemat wykonywania indentacji na grubości spoiny klejowej, wraz z naniesionymi odległościami od brzegu spoiny. C – punkt pomiarowy w środku spoiny	83
Rys. 4.11. Szkic próbki dwunakładkowej	84
Rys. 4.12. Próbkki w formie panelu przygotowane do klejenia, z widocznymi cechami technologicznymi: rowkiem oraz otworami pozycjonującymi.....	85
Rys. 4.13. a) Cięcie paneli na próbki strumieniem wodnościernym, b) Proces utwardzania paneli w worku próżniowym.....	86
Rys. 4.14. Próbka dwunakładkowa w szczękach maszyny wytrzymałościowej z zapiętym ekstensometrem.....	87
Rys. 4.15. Próbka wioselkowa z tworzywa klejowego wg normy DIN EN ISO 527-1 [105].....	89
Rys. 4.16. Podział spoiny na trzy bryły, z widoczną zagęszczoną siatką elementów skończonych w obszarze stref przyściennych.....	90
Rys. 4.17. Podprogram wykorzystany w obliczeniach numerycznych połączeń klejowych do uzależnienia wartości modułu Younga od grubości spoiny klejowej.....	92
Rys. 5.1. Wykres rozciągania próbek wioselkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 5/PAC.....	97
Rys. 5.2. Wykres rozciągania próbek wioselkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 5/Z1	97
Rys. 5.3. Wykres rozciągania próbek wioselkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 57/PAC.....	98
Rys. 5.4. Wykres rozciągania próbek wioselkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 57/Z1	98
Rys. 5.5. Wykres rozciągania próbek wioselkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 6/PAC.....	99

Rys. 5.6. Wykres rozciągania próbek wioselkowych wykonanych z tworzywa klejowego Epidian 6/Z1	100
Rys. 5.7. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładowych klejonych klejem Epidian 57/PAC, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,1 mm.....	101
Rys. 5.8. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładowych klejonych klejem Epidian 57/PAC, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,05 mm.....	102
Rys. 5.9. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładowych klejonych klejem Epidian 57/Z1, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,1 mm	103
Rys. 5.10. Wykres rozciągania osiowego próbek dwunakładowych klejonych klejem Epidian 57/Z1, ze zdefiniowaną grubością spoiny równą 0,05 mm	103
Rys. 5.11. Porównanie średnich wartości naprężenia niszczącego połączenie klejowe w odniesieniu do średniej grubości spoiny klejowej	104
Rys. 5.12. Porównanie średnich wartości wydłużenia przy sile maksymalnej niszczącej połączenie klejowe w odniesieniu do średniej grubości spoiny klejowej..	104
Rys. 5.13 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładowych ze spoiną o grubości 0,1 mm, wykonaną klejem Epidian 57/PAC (1-2 numer próbki).....	108
Rys. 5.14 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładowych ze spoiną o grubości 0,05 mm, wykonaną klejem Epidian 57/PAC (1-2 numer próbki).....	108
Rys. 5.15 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładowych ze spoiną o grubości 0,1 mm, wykonaną klejem Epidian 57/Z1 (1-2 numer próbki)	109
Rys. 5.16 Porównanie reprezentatywnych powierzchni zniszczenia próbek dwunakładowych ze spoiną o grubości 0,05 mm, wykonaną klejem Epidian 57/Z1 (1-2 numer próbki)	109
Rys. 5.17. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 5/PAC łączącej: A – blachy ze stopu aluminium EN-AW 2024-T3; S – blachy ze stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301	111

- Rys. 5.18. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 5/ Z1 łączącej:
A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej
odporności na korozję 1.4301 112
- Rys. 5.19. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 57 PAC łączącej:
A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej
odporności na korozję 1.4301 113
- Rys. 5.20. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 57 Z1 łączącej:
A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej
odporności na korozję 1.4301 113
- Rys. 5.21. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 6 PAC łączącej:
A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej
odporności na korozję 1.4301 114
- Rys. 5.22. Porównanie wartości modułu Younga spoiny Epidian 6 Z1 łączącej:
A – blachy ze stopu aluminium; S – blachy ze stali o podwyższonej
odporności na korozję 1.4301 114
- Rys. 5.23. Porównanie wartości modułu Younga spoiny LOCTITE EA 9392 AERO
łączącej blachy ze stopu aluminium EN-AW 2024-T3 115
- Rys. 5.24. Schematyczne przedstawienie zmian sztywności spoiny klejowej na jej
grubości..... 117
- Rys. 5.25. Porównanie wartości modułu Younga kleju Epidian 5/PAC oraz Epidian
5/Z1, dla strefy przyściennej (SP), rdzenia spoiny (R) w spoinie łączącej
blachy ze stopu aluminium oraz dla tworzywa klejowego 118
- Rys. 5.26. Porównanie wartości modułu Younga kleju Epidian 57/PAC oraz Epidian
57/Z1, dla strefy przyściennej (SP), rdzenia spoiny (R) w spoinie łączącej
blachy ze stopu aluminium oraz dla tworzywa klejowego 119
- Rys. 5.27. Porównanie wartości modułu Younga kleju Epidian 6/PAC oraz Epidian
6/Z1, dla strefy przyściennej (SP), rdzenia spoiny (R) w spoinie łączącej
blachy ze stopu aluminium oraz dla tworzywa klejowego 119

- Rys. 5.28. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 36 μm od brzegu spoiny klejowej E5/PAC o grubości 0,072 mm, łączącej blachy ze stali 1.4301 120
- Rys. 5.29. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 15 μm od brzegu spoiny klejowej E5/PAC o grubości 0,030 mm, łączącej blachy ze stopu aluminium EN AW-2024 T3..... 121
- Rys. 5.30. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 23 μm od brzegu spoiny klejowej E5/Z1 o grubości 0,046 mm., łączącej blachy ze stopu aluminium EN AW-2024 T3..... 121
- Rys. 5.31. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 31 μm od brzegu spoiny klejowej E5/Z1 o grubości 0,062 mm., łączącej blachy ze stali 1.4301 122
- Rys. 5.32. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 19.5 μm od brzegu spoiny klejowej E57/PAC o grubości 0,039 mm, łączącej blachy ze stopu aluminium 122
- Rys. 5.33. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 19.5 μm od brzegu spoiny klejowej E57/PAC o grubości 0,039 mm, łączącej blachy ze stali 1.4301 123
- Rys. 5.34. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 18 μm od brzegu spoiny klejowej E57/Z1 o grubości 0,036 mm, łączącego blachy ze stali 1.4301 123
- Rys. 5.35. Wykres przebiegu pomiaru za pomocą nanoindentera, w odległości 3 μm oraz 17 μm od brzegu spoiny klejowej E57/Z1 o grubości 0,034 mm, łączącego blachy ze stopu aluminium..... 124
- Rys. 5.36. Odciski w materiale spoiny klejowej po badaniu nanoindentacyjnym, a) odciski w punkcie 3 μm , b) w punkcie 19,8 μm 125
- Rys. 5.37. Zmiany wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej o grubości 0,05 mm, 126

Rys. 5.38. Zmiany wartości modułu Younga na grubości spoiny klejowej o grubości 0,1 mm	127
Rys. 5.39 Wizualizacja odkształcenia modelu połączenia dwunakładowego z przedstawieniem zagęszczenia siatki elementów skończonych.....	127
Rys. 5.40. Naprężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/PAC o grubości 0,1 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1 strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości	128
Rys. 5.41. Naprężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/PAC o grubości 0,05 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1 strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości	128
Rys. 5.42 Naprężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/Z1 o grubości 0,1 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1 strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości	129
Rys. 5.43. Naprężenia zredukowane w spoinie klejowej E57/Z1 o grubości 0,05 mm, wzdłuż zakładki dla modelu 1 strefowego i modelu wielostrefowego uwzględniającego zmiany wartości modułu Younga w spoinie na jej grubości	129
Rys. 6.1 Schemat ideowy postępowania przy wyborze testów do oceny istotności różnic	133

SPIS TABEL

Tab. 4.1. Podstawowe właściwości fizyczne kleju dwuskładnikowego LOCTITE EA 9392 AERO	74
Tab. 4.2. Skład chemiczny stopu aluminium EN AW-2024 T3 [113]	75
Tab. 4.3. Skład chemiczny stali o podwyższonej odporności na korozję 1.4301 [111]	76
Tab. 4.4. Tabela proporcji wagowych wykorzystywanych mieszanin klejowych	77
Tab. 4.5. Stałe materiałowe wykorzystane w modelu numerycznym	93
Tab. 4.6. Wyznaczenie liczebności próby n w badaniach modułu Younga spoiny klejowej w badaniu nanoindentacji.....	95
Tab. 5.1. Średnie wartości wytrzymałości na rozciąganie oraz modułu Younga tworzywa klejowego	100
Tab. 5.2. Zestawienie tabelaryczne wyników rozciągania próbek dwunakładkowych	105
Tab. 5.3 Porównanie wartości naprężeń doświadczalnych oraz wyników symulacji dla kleju Epidian 57/PAC	130
Tab. 5.4 Porównanie wartości naprężeń doświadczalnych oraz wyników symulacji dla kleju Epidian 57/Z1.....	130
Tab. 6.1. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla modułu Younga E w badaniu nanoindentacji dla kleju Epidian 5/PAC oraz Epidian 5/Z1, które łączą blachy ze stopu aluminium (A) lub stali o podwyższonej wytrzymałości na korozję (S)	137
Tab. 6.2. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla modułu Younga E w badaniu nanoindentacji dla kleju Epidian 57/PAC oraz Epidian 57/Z1, które łączą blachy ze stopu aluminium (A) lub stali o podwyższonej wytrzymałości na korozję.....	137
Tab. 6.3. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla modułu Younga E w badaniu nanoindentacji dla kleju Epidian	

6/PAC oraz Epidian 6/Z1, które łączą blachy ze stopu aluminium (A) lub stali o podwyższonej wytrzymałości na korozję	138
Tab. 6.4. Wyniki sprawdzania normalności rozkładów za pomocą testu W Shapiro-Wilka dla grubości spoin klejowych w próbkach dwunakładkowych.....	138
Tab. 6.5. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 57/PAC.....	139
Tab. 6.6 Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 57/Z1	140
Tab. 6.7. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/PAC łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$).....	140
Tab. 6.8. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/PAC łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)	141
Tab. 6.9. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/Z1 łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$).....	142
Tab. 6.10. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 57/Z1 łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)	142
Tab. 6.11. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 5/PAC.....	143
Tab. 6.12. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem	

aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 5/Z1	143
Tab. 6.13. Weryfikacja statystyczna wyników modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/PAC łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$).....	144
Tab. 6.14. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/PAC łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)	144
Tab. 6.15. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/Z1 łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)	145
Tab. 6.16. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 5/Z1 łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)	145
Tab. 6.17. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 6/PAC	146
Tab. 6.18. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny klejowej (dla $\alpha = 0,05$) – porównanie zależności pomiędzy łączonymi materiałami A – stopem aluminium oraz S – stalą o podwyższonej odporności na korozję, spoin wykonanych klejem Epidian 6/Z1.....	146
Tab. 6.19. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/PAC łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)	147
Tab. 6.20. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/PAC łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)	147

Tab. 6.21. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/Z1 łączącego stop aluminium (dla $\alpha = 0,05$)	148
Tab. 6.22. Weryfikacja statystyczna wyników wartości modułu Younga spoiny – porównanie punktów pomiarowych dla kleju Epidian 6/Z1 łączącego stal o podwyższonej odporności na korozję (dla $\alpha = 0,05$)	148
Tab. 6.23. Weryfikacja statystyczna wyników wytrzymałości połączenia dla spoin 0,05 i 0,1 mm (dla $\alpha = 0,05$)	149
Tab. 6.24. Weryfikacja statystyczna wyników wydłużenia niszczącego połączenie dla spoin 0,05 i 0,1 mm (dla $\alpha = 0,05$).....	149

BIBLIOGRAFIA

- [1] Adams, R.D., Coppendale, J. (1979) The Stress-Strain Behaviour of Axially-Loaded Butt Joints. *The Journal of Adhesion* 10, 49–62.
- [2] Adams, R.D., Coppendale, J., Mallick, V., Al-Hamdan, H. (1992) The effect of temperature on the strength of adhesive joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 12, 185–190.
- [3] Adams, R.D., Harris, J.A. (1987) The influence of local geometry on the strength of adhesive joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 7, 69–80.
- [4] Adams, R.D., Peppiatt, N.A. (1974) Stress analysis of adhesive-bonded lap joints. *Journal of Strain Analysis* 9, 185–196.
- [5] Adams, R.D., Wake, W.C. (1984) *Structural Adhesive Joints in Engineering*, Springer Netherlands, Dordrecht.
- [6] Adams, R.D., Öchsner, A., da Silva, L.F.M. (2018) *Handbook of Adhesion Technology*, Springer.
- [7] (1984) *Adhesive Joints. Formation, Characteristics, and Testing*, Springer US, Boston, MA.
- [8] AFENDI, M., TERAMOTO, T. (2009) Effect of Bond Thickness on Fracture Behavior of Interfacial Crack in Adhesive Joint of Dissimilar Materials. 45, 471–477.
- [9] Alfano, G. (2006) On the influence of the shape of the interface law on the application of cohesive-zone models. *Composites Science and Technology* 66, 723–730.
- [10] Alfano, G., Crisfield, M.A. (2001) Finite element interface models for the delamination analysis of laminated composites: mechanical and computational issues. *Numerical Meth Engineering* 50, 1701–1736.
- [11] Allix, O., Corigliano, A. (1996) Modeling and simulation of crack propagation in mixed-modes interlaminar fracture specimens. *Int J Fract* 77, 111–140.
- [12] Anasiewicz, K. Kuczmaszewski, J. (2019) Adhesive Joint Stiffness in the Aspect of FEM Modelling. *Materials* 12, 3911.
- [13] Anderson, T.L. (2005) *Fracture mechanics. Fundamentals and applications*, 3rd ed., CRC Press, Boca Raton.

- [14] Bamane, S.S., Gaikwad, P.S., Radue, M.S., Gowtham, S., Odegard, G.M. (2021) Wetting Simulations of High-Performance Polymer Resins on Carbon Surfaces as a Function of Temperature Using Molecular Dynamics. *Polymers* 13, 2162.
- [15] Banea, M.D., da Silva, L.F.M. (2009) Adhesively bonded joints in composite materials: An overview. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications* 223, 1–18.
- [16] Banea, M.D., da Silva, L.F.M., Campilho, R.D.S.G. (2010) Temperature Dependence of the Fracture Toughness of Adhesively Bonded Joints. *Journal of Adhesion Science and Technology* 24, 2011–2026.
- [17] Bigwood, D.A., Crocombe, A.D. (1989) Elastic analysis and engineering design formulae for bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 9, 229–242.
- [18] Broek, D. (2002) *Elementary engineering fracture mechanics*, 4th ed., Nijhoff, Dordrecht.
- [19] Brojer Z., Hertz Z., Penczek P (1972) *Żywiec epoksydowe*.
- [20] Budzik, M.K., Mascaro, B., Jumel, J., Castaings, M., Shanahan, M. (2012) Monitoring of crosslinking of a DGEBA-PAMAM adhesive in composite/aluminium bonded joint using mechanical and ultra-sound techniques. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 35, 120–128.
- [21] Bykov, Y.A., Karpukhin, S.D., Panfilov, Y.V., Boichenko, M.K., Cheptsov, V.O., Osipov, A.V. (2003) Measurement of the Hardness of Thin Films. *Metal Science and Heat Treatment* 45, 396–399.
- [22] Campilho, R., Banea, M.D., Neto, J., Da Silva, L. (2013) Modelling adhesive joints with cohesive zone models: effect of the cohesive law shape of the adhesive layer. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 44, 48–56.
- [23] Campilho, R., Banea, M.D., Pinto, A., Da Silva, L., Jesus, A. de (2011) Strength prediction of single- and double-lap joints by standard and extended finite element modelling. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 31, 363–372.
- [24] Campilho, R., Moura, M. de, Domingues, J. (2005) Modelling single and double-lap repairs on composite materials. *Composites Science and Technology* 65, 1948–1958.

- [25] Campilho, R., Moura, M. de, Domingues, J. (2008) Using a cohesive damage model to predict the tensile behaviour of CFRP single-strap repairs. *International Journal of Solids and Structures* 45, 1497–1512.
- [26] Campilho, R.D.S.G., Moura, M.F.S.F. de, Domingues, J. J. M. S. (2007) Stress and failure analyses of scarf repaired CFRP laminates using a cohesive damage model. *Journal of Adhesion Science and Technology* 21, 855–870.
- [27] Carrillo, F., Gupta, S., Balooch, M., Marshall, S.J., Marshall, G.W., Pruitt, L., Puttlitz, C.M. (2005) Nanoindentation of polydimethylsiloxane elastomers: Effect of crosslinking, work of adhesion, and fluid environment on elastic modulus. *J. Mater. Res.* 20, 2820–2830.
- [28] Cavalli, M.N., Thouless, M.D. (2001) The Effect of Damage Nucleation on the Toughness of an Adhesive Joint. *The Journal of Adhesion* 76, 75–92.
- [29] Charalambides, M., Kinloch, A.J., Wang, Y., Williams, J.G. (1992) On the analysis of mixed-mode failure. *Int J Fract* 54, 269–291.
- [30] Chaudhury, M.K., Pocius, A.V. (2002) *Surfaces, chemistry and applications*. Surfaces, Chemistry and Applications, 1st ed., Elsevier, Amsterdam, Boston.
- [31] Cheuk P T, Tong L, Rider A, John Wang (2023) Analysis of energy release rates for fatigue cracked metal-to-metal double-lap shear joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 25, 2005.
- [32] Choupani, N. (2008) Interfacial mixed-mode fracture characterization of adhesively bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 28, 267–282.
- [33] Ciech-Sarzyna (2022) Karta Charakterystyki EPIDIAN 57.
- [34] Ciech-Sarzyna (2022) Karta Charakterystyki EPIDIAN 5.
- [35] Ciech-Sarzyna (2022) Karta charakterystyki EPIDIAN 6.
- [36] Ciech-Sarzyna (2022) Karta charakterystyki Utwardzacz PAC.
- [37] Ciech-Sarzyna (2022) Karta charakterystyki Utwardzacz Z1.
- [38] Ciecńska, B., Kluz, R. (2014) Obróbka laserowa powierzchni z wykorzystaniem robota przemysłowego. *Technologia i Automatykacja Montażu* nr 3.
- [39] Clark, J.D., McGregor, I.J. (1993) Ultimate Tensile Stress over a Zone: A New Failure Criterion for Adhesive Joints. *The Journal of Adhesion* 42, 227–245.

- [40] Cobbold, S.P., Adams, E., Marshall, S.E., Davies, J.D., Waldmann, H. (1996) Mechanisms of peripheral tolerance and suppression induced by monoclonal antibodies to CD4 and CD8. *Immunological reviews* 149, 5–33.
- [41] CSM-Instruments (2009) Ultra Nanoindentation Tester (UNHT) Technical Features.
- [42] Czub, P., Penczek, P., Bończa-Tomaszewski, Z., Pielichowski, J. (op. 2002) *Chemia i technologia żywic epoksydowych*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa.
- [43] Da Silva, L., Rodrigues, T.N.S.S., Figueiredo, M.A.V., Moura, M.F.S.F. de, Chousal, J.A.G. (2006) Effect of Adhesive Type and Thickness on the Lap Shear Strength. *The Journal of Adhesion* 82, 1091–1115.
- [44] Da Silva, L.F.M., Campilho, R.D.S.G. (2012) *Advances in Numerical Modeling of Adhesive Joints*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg.
- [45] Davies, P., Sohler, L., Cognard, J.-Y., Bourmaud, A., Choqueuse, D., Rinnert, E., Créac'hadeac, R. (2009) Influence of adhesive bond line thickness on joint strength. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 29, 724–736.
- [46] Davy, G., Hashemi, S., Kinloch, A.J. (1989) The fracture of a rubber-modified epoxy polymer containing through-thickness and surface cracks. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 9, 69–76.
- [47] Dobrzański, P. (2016) Modelowanie strefy kohezijnej. *Prace Instytutu Lotnictwa* 243, 170–186.
- [48] Domińczuk Jacek (2011) Właściwości adhezyjne warstwy wierzchniej materiałów konstrukcyjnych, *Postępy nauki i techniki*.
- [49] Duan, K., Hu, X., Mai, Y.-W. (2004) Substrate constraint and adhesive thickness effects on fracture toughness of adhesive joints. *Journal of Adhesion Science and Technology* 18, 39–53.
- [50] Ebnesajjad, S. (Ed.) (2008) *Adhesives technology handbook*, 2nd ed., William Andrew Pub, Norwich, NY.
- [51] Evans, A.G., Hutchinson, J.W., Wei, Y. (1999) Interface adhesion: effects of plasticity and segregation. *Acta Materialia* 47, 4093–4113.
- [52] Feldmann, M., Völling, B., Geßler, A., Wellershoff, F., Geiß, P.-L., Wagner, A. (2006) Kleben im Stahlbau. *Stahlbau* 75, 834–846.

- [53] Fernlund, G., Papini, M., McCammond, D., Spelt, J.K. (1994) Fracture load predictions for adhesive joints. *Composites Science and Technology* 51, 587–600.
- [54] Fernlund, G., Spelt, J.K. (1991) Failure load prediction of structural adhesive joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 11, 213–220.
- [55] Fic, S.B. *Adhezja i samoorganizacja struktury materiału w tworzeniu konstrukcji*, Politechnika Lubelska.
- [56] Godzimirski, J. (1997) *Konstrukcyjne połączenia klejowe elementów metalowych w budowie maszyn*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów.
- [57] Godzimirski, J., Tkaczuk, S. (2004) Określanie właściwości mechanicznych spoin klejowych. *Technologia i Automatykacja Montażu* nr 3-4, 95–97.
- [58] Godzimirski, J., Tkaczuk, S. (2006) Metoda prognozowania wytrzymałości kohezyjnej połączeń klejowych. *Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej* Vol. 55, 159–172.
- [59] Goland, M., Reissner, E. (1944) The Stresses in Cemented Joints. *Journal of Applied Mechanics* 11, A17-A27.
- [60] Gonçalves Junior, L.A., Theska, R., Lepikson, H.A., Ribeiro Junior, A.S., Linß, S., Gräser, P. (2020) Theoretical and experimental investigation of performance characteristics and design aspects of cross-spring pivots. *International Journal of Solids and Structures* 185-186, 240–256.
- [61] Habenicht, G. (2009) *Applied adhesive bonding. A practical guide for flawless results*, Wiley-VCH, Weinheim.
- [62] Hamed Yazdani Nezhad, Dimosthenis Stratakis (2017) PERFORMANCE OF AEROSPACE COMPOSITES IN THE PRESENCE OF PROCESS-INDUCED DEFECTS.
- [63] Harper, P.W., Hallett, S.R. (2008) Cohesive zone length in numerical simulations of composite delamination. *Engineering Fracture Mechanics* 75, 4774–4792.
- [64] Harris, J.A., Adams, R.A. (1984) Strength prediction of bonded single lap joints by non-linear finite element methods. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 4, 65–78.
- [65] Hart-Smith, L.J. (1973) Adhesive-bonded double-lap joints.
- [66] Henkel (2020) *Karta Charakterystyki Loctite EA 9392 AERO*.

- [67] Higgins, A. (2000) Adhesive bonding of aircraft structures. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 20, 367–376.
- [68] https://www.3m.com/3M/en_US/collision-repair-us/featured-products/structural-adhesives/ https://www.3m.com/3M/en_US/collision-repair-us/featured-products/structural-adhesives/. Dostęp maj 2024.
- [69] Hunston, D.L., Kinloch, A.J., Shaw, S.J., Wang, S.S. (1984) Characterization of the Fracture Behavior of Adhesive Joints. In: *Adhesive Joints: Formation, Characteristics, and Testing*, Springer US, Boston, MA, pp. 789–807.
- [70] Hura, G.L., Menon, A.L., Hammel, M., Rambo, R.P., Poole, F.L., Tsutakawa, S.E., Jenney, F.E., Classen, S., Frankel, K.A., Hopkins, R.C., Yang, S., Scott, J.W., Dillard, B.D., Adams, M.W.W., Tainer, J.A. (2009) Robust, high-throughput solution structural analyses by small angle X-ray scattering (SAXS). *Nat Methods* 6, 606–612.
- [71] Józef Kuczmaszewski, Kamil Anasiewicz (2017) Influence of adhesive layer thickness on joint rigidity in metal-metal butt joint. *Technologia i Automatykacja Montażu (Assembly Techniques and Technologies)* 97.
- [72] K. Anasiewicz, J. Kuczmaszewski (2019) Adhesive joint stiffness in the aspect of FEM modelling. *Materials* 12.
- [73] Kafkalidis, M.S., Thouless, M.D. (2002) The effects of geometry and material properties on the fracture of single lap-shear joints. *International Journal of Solids and Structures* 39, 4367–4383.
- [74] Kamil Anasiewicz, Józef Kuczmaszewski (2016) Pozorny moduł Younga klejów epoksydowych w połączeniu klejowym metali. *Welding Technology Review* 88.
- [75] Kamil Anasiewicz, Józef Kuczmaszewski (2021) Apparent Young's Modulus of the Adhesive in Numerical Modeling of Adhesive Joints. *Materials* 14, 328.
- [76] Kedward, K., Zhu, Y., Kiefer, S. (2005) Evaluation of Composite Bonded Joint Designs for Space Applications. In: *Structures, Structural Dynamics, and Materials and Co-located Conferences: 46th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference*.
- [77] Kinloch, A.J., Shaw, S.J. (1981) The Fracture Resistance of a Toughened Epoxy Adhesive. *The Journal of Adhesion* 12, 59–77.
- [78] Kinloch, A.J. (2010) *Adhesion and adhesives*. Science and technology, Springer.

- [79] Kinloch, A.J., Kodokian, G.A. (1987) The Impact Resistance of Structural Adhesive Joints. *The Journal of Adhesion* 24, 109–126.
- [80] Kinloch, A.J., Taig, C.M. (1987) The Adhesive Bonding of Thermoplastic Composites. *The Journal of Adhesion* 21, 291–302.
- [81] Ch.V. Cagle (1977) *Kleje i klejenie: poradnik inżyniera i technika*.
- [82] Korzyński, M. (2017) *Metodyka eksperymentu. Planowanie, realizacja i statystyczne opracowanie wyników eksperymentów technologicznych*, 1st ed., Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa.
- [83] Krupiński Michał (2014) *Identyfikacja wad technologicznych połączeń klejonych z zastosowaniem termografii aktywnej dla potrzeb przemysłu motoryzacyjnego. PAK (Pomiary Automatyka Kontrola)*.
- [84] Kryszwicki, W. (2012) *Rachunek prawdopodobieństwa*, 9th ed., Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa.
- [85] Kuczmaszewski, J. (1995) *Podstawy konstrukcyjne i technologiczne oceny wytrzymałości adhezyjnych połączeń metali*, Wydawnictwa Uczelniane Politechniki Lubelskiej, Lublin.
- [86] Lee, D.-B., Ikeda, T., Miyazaki, N., Choi, N.-S. (2002) Damage zone around crack tip and fracture toughness of rubber-modified epoxy resin under mixed-mode conditions. *Engineering Fracture Mechanics* 69, 1363–1375.
- [87] Li, S., Thouless, M.D., Waas, A.M., Schroeder, J.A., Zavattieri, P.D. (2006) Mixed-mode cohesive-zone models for fracture of an adhesively bonded polymer–matrix composite. *Engineering Fracture Mechanics* 73, 64–78.
- [88] Liljedahl, C.D.M., Crocombe, A.D., Wahab, M.A., Ashcroft, I.A. (2006) Damage modelling of adhesively bonded joints. *Int J Fract* 141, 147–161.
- [89] Lopes, C.S., Camanho, P.P., Gürdal, Z., Maimí, P., González, E.V. (2009) Low-velocity impact damage on dispersed stacking sequence laminates. Part II: Numerical simulations. *Composites Science and Technology* 69, 937–947.
- [90] Maggiore, S., Banea, M.D., Stagnaro, P., Luciano, G. (2021) A Review of Structural Adhesive Joints in Hybrid Joining Processes. *Polymers* 13.
- [91] Marques, E.A.S., da Silva, L.F.M. (2008) Joint Strength Optimization of Adhesively Bonded Patches. *The Journal of Adhesion* 84, 915–934.

- [92] Mascaro, B., Budzik, M.K., Castaings, M., Jumel, J., Shanahan, M.E.R. (2012) Evaluation of adhesive bond Young's modulus during crosslinking using a mechanical method and an ultrasound method. *J. Phys.: Conf. Ser.* 353, 12006.
- [93] McClintock (1965) Symposium on Fracture Toughness. *Am. Soc. Test. Mater., STP-381*, 84.
- [94] McGregor, C.J., Vaziri, R., Poursartip, A., Xiao, X. (2007) Simulation of progressive damage development in braided composite tubes under axial compression. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38, 2247–2259.
- [95] (2024) Metodyka eksperymentu. Planowanie, realizacja i statystyczne opracowanie wyników eksperymentów technologicznych, [https:// www.ksiegarniatechniczna.com.pl/metodyka-eksperymentu-planowanie-realizacja-i-statystyczne-opracowanie-wynikow-eksperymentow-technologicznych.html](https://www.ksiegarniatechniczna.com.pl/metodyka-eksperymentu-planowanie-realizacja-i-statystyczne-opracowanie-wynikow-eksperymentow-technologicznych.html), dostęp kwiecień 2024.
- [96] Mirski Zbigniew, Piwowarczyk Tomasz (2004) Klejenie tworzyw sztucznych. *Spajanie Metali i Tworzyw w Praktyce*, 27–30.
- [97] Mirski Zbigniew, Piwowarczyk Tomasz (2010) Composite adhesive joints of hardmetals with steel. *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 2010, 83–94.
- [98] Miturska-Barańska, I., Rudawska, A. Możliwość podwyższania wytrzymałości połączeń klejowych blach ze stopu aluminium w aspekcie modyfikacji klejów epoksydowych. *Badania eksperymentalne*, Politechnika Lubelska.
- [99] Miturska-Barańska, I., Rudawska, A. (2022) Effect of Surface Abrasive Treatment on the Strength of Galvanised Steel Sheet Adhesive Joints. *Advances in Science and Technology Research Journal* 16, 75–84.
- [100] Mokhtari, A., Tala-Ighil, N., Masmoudi, Y.A. (2022) Nanoindentation to Determine Young's Modulus for Thermoplastic Polymers. *J. of Materi Eng and Perform* 31, 2715–2722.
- [101] Moura, M. de, Campilho, R., Gonçalves, J. (2009) Pure mode II fracture characterization of composite bonded joints. *International Journal of Solids and Structures* 46, 1589–1595.
- [102] Nawrot, A., Karolczak, D., Jaworska, J. (2010) *Encyklopedia. Fizyka z astronomią*, Wydawnictwo Greg, Kraków.

- [103] Pacific Coast Composites (2024) EA9392 - Gray 2 Part Resin System from Henkel by the Quart, <https://www.pccomposites.com/product/ea9392/>, dostęp marzec 2024.
- [104] Pandya, K.C., Williams, J.G. (2000) Measurement of cohesive zone parameters in tough polyethylene. *Polymer Engineering & Sci* 40, 1765–1776.
- [105] Parameswaranpillai, J., Rangappa, S., Siengchin, S., Jose, S. (2021) *Bio-Based Epoxy Polymers, Blends and Composites*, Wiley.
- [106] Park, J.-H., Choi, J.-H., Kweon, J.-H. (2010) Evaluating the strengths of thick aluminum-to-aluminum joints with different adhesive lengths and thicknesses. *Composite Structures* 92, 2226–2235.
- [107] Park, S.W., Lee, D.G. (2009) Strength of Double Lap Joints Bonded With Carbon Black Reinforced Adhesive Under Cryogenic Environment. *Journal of Adhesion Science and Technology* 23, 619–638.
- [108] Petrie, E.M. (2008) The fundamentals of adhesive joint design and construction. *Metal Finishing* 106, 55–57.
- [109] Pieczonka, Ł., Brożek, G., Uhl, T. (2012) Symulacja uszkodzenia płyty kompozytowej pod wpływem obciążeń udarowych. *Modelowanie Inżynierskie* T. 14, nr 45.
- [110] Pinto, A.M.G., Magalhães, A.G., Campilho, R.D.S.G., Moura, M.F.S.F. de, Baptista, A.P.M. (2009) Single-Lap Joints of Similar and Dissimilar Adherends Bonded with an Acrylic Adhesive. *The Journal of Adhesion* 85, 351–376.
- [111] (2024) PN-EN 10088-1:2014-12 - wersja polska, <https://sklep.pkn.pl/pn-en-10088-1-2014-12p.html>, dostęp marzec 2024.
- [112] (2024) PN-EN 485-2+A1:2018-12 - wersja angielska, <https://sklep.pkn.pl/pn-en-485-2-a1-2018-12e.html>, dostęp marzec 2024.
- [113] (2024) PN-EN 573-1:2006 - wersja polska, <https://sklep.pkn.pl/pn-en-573-1-2006p.html>, dostęp marzec 2024.
- [114] (2024) PN-EN ISO 527-1:2020-01 - wersja angielska, <https://sklep.pkn.pl/pn-en-iso-527-1-2020-01e.html>, dostęp marzec 2024.
- [115] Rabek Jan F (2013) *Polimery: Otrzymywanie, metody badawcze, zastosowanie*, Wydawnictwo Naukowe PWN.

- [116] Rice, J.R., Rosengren, G.F. (1968) Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 16, 1–12.
- [117] Robert D. Adams, John Comyn, William Charles Wake (1997) *Structural adhesive joints in engineering*, Champan & Hall, London.
- [118] Rudawska, A. Wybrane zagadnienia konstytuowania połączeń adhezyjnych jednorodnych i hybrydowych, Politechnika Lubelska.
- [119] Rudawska, A. Wybrane zagadnienia konstytuowania połączeń adhezyjnych jednorodnych i hybrydowych, Politechnika Lubelska.
- [120] Rudawska A., Kuczmaszewski J. (2005) *Klejenie blach ocynkowanych*, Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej.
- [121] Sarzyna Chemical (2022) KATALOGI Sarzyna Chemical, <https://sarzynachemical.pl/do-pobrania/katalogi/>, dostęp marzec 2024.
- [122] Sedliačik, J., Mamiński, M. (2016) *Kleje i procesy klejenia*, Wydawnictwo SGGW, Warszawa.
- [123] Shahin, K., Taheri, F. (2008) The strain energy release rates in adhesively bonded balanced and unbalanced specimens and lap joints. *International Journal of Solids and Structures* 45, 6284–6300.
- [124] Sobczyk, M. (2006) *Statystyka. Aspekty praktyczne i teoretyczne*, Wydawnictwo Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin.
- [125] Song, S.H., Paulino, G.H., Buttlar, W.G. (2006) Simulation of Crack Propagation in Asphalt Concrete Using an Intrinsic Cohesive Zone Model. *J. Eng. Mech.* 132, 1215–1223.
- [126] Sørensen, B.F., Jacobsen, T.K. (2003) Determination of cohesive laws by the J integral approach. *Engineering Fracture Mechanics* 70, 1841–1858.
- [127] (2024) Standard Test Method for Strength Properties of Double Lap Shear Adhesive Joints by Tension Loading, <https://www.astm.org/d3528-96r16.html>, dostęp marzec 2024.
- [128] Stapleton, S.E., Waas, A.M., Bednarczyk, B.A. (2011) Modeling Progressive Failure of Bonded Joints Using a Single Joint Finite Element. *AIAA Journal* 49, 1740–1749.

- [129] Taib, A.A., Boukhili, R., Achiou, S., Gordon, S., Boukehili, H. (2006) Bonded joints with composite adherends. Part I. Effect of specimen configuration, adhesive thickness, spew fillet and adherend stiffness on fracture. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 26, 226–236.
- [130] Tan, W., Falzon, B.G., Chiu, L.N., Price, M. (2015) Predicting low velocity impact damage and Compression-After-Impact (CAI) behaviour of composite laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 71, 212–226.
- [131] Tserpes, K., Barroso-Caro, A., Carraro, P.A., Beber, V.C., Floros, I., Gamon, W., Kozłowski, M., Santandrea, F., Shahverdi, M., Skejić, D., Bedon, C., Rajčić, V. (2022) A review on failure theories and simulation models for adhesive joints. *The Journal of Adhesion* 98, 1855–1915.
- [132] Turon, A., Costa, J., Camanho, P.P., Dávila, C.G. (2007) Simulation of delamination in composites under high-cycle fatigue. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38, 2270–2282.
- [133] Tvergaard, V., Hutchinson, J.W. (1992) The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 40, 1377–1397.
- [134] Tvergaard, V., Hutchinson, J.W. (1993) The influence of plasticity on mixed mode interface toughness. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 41, 1119–1135.
- [135] Godzimirski, J. (2010) *Tworzywa adhezyjne. Zastosowanie w naprawach sprzętu technicznego*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa.
- [136] VOLKERSEN O. (1938) Die Nietkraftverteilung in zugbeanspruchten Nietverbindungen mit Konstanten Laschenquerschnitten. *Luftfahrtforschung* 15, 41–47.
- [137] Wei, Y., Hutchinson, J.W. (1997) Steady-state crack growth and work of fracture for solids characterized by strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 45, 1253–1273.
- [138] de Xie, Salvi, A.G., Sun, C., Waas, A.M., Caliskan, A. (2006) Discrete Cohesive Zone Model to Simulate Static Fracture in 2D Triaxially Braided Carbon Fiber Composites. *Journal of Composite Materials* 40, 2025–2046.

- [139] Xu, S., Reinhardt, H.W. (1999) Determination of double-K criterion for crack propagation in quasi-brittle fracture, Part III: Compact tension specimens and wedge splitting specimens. *Int J Fract* 98, 179–193.
- [140] Xu, S., Yang, C. (1999) Stabilization of discrete-time singular systems: a matrix inequalities approach. *Automatica* 35, 1613–1617.
- [141] Yang, Q.D., Thouless, M.D. (2001) Mixed-mode fracture analyses of plastically-deforming adhesive joints. *Int J Fract* 110, 175–187.
- [142] Yang, Q.D., Thouless, M.D., Ward, S.M. (2001) Elastic–plastic mode-II fracture of adhesive joints. *International Journal of Solids and Structures* 38, 3251–3262.
- [143] Zhao, B., Lu, Z.-H., Lu, Y.-N. (2011) Closed-form solutions for elastic stress–strain analysis in unbalanced adhesive single-lap joints considering adherend deformations and bond thickness. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 31, 434–445.