

Стандартные методы испытаний для измерения прочности адгезии методом клейкой ленты¹

Настоящему стандарту присвоено постоянное обозначение D 3359; число, следующее непосредственно за обозначением означает год первоначального утверждения или, при внесении изменений, год последней редакции. Число в скобках означает год последнего повторного утверждения. Надстрочная буква эpsilon (ϵ) означает, что со времени последней редакции или повторного утверждения были внесены поправки.

Настоящий стандарт утвержден для использования ведомствами Министерства обороны.

1. Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на процедуры оценки прочности адгезии пленочных покрытий к металлическим поверхностям путем наклеивания и отрыва клейкой ленты, чувствительной к давлению, на надрезы на пленке.

1.2 Метод испытаний А в основном предназначен для применения в полевых условиях, в то время как метод испытаний В больше подходит для лабораторных условий. Кроме этого, метод В не подходит для испытаний пленки толщиной более 5 мил (125 μ m).

ПРИМЕЧАНИЕ 1—По договоренности между покупателем и продавцом метод испытаний В можно использовать для пленок большей толщины, если увеличить расстояние между надрезами.

1.3 Настоящие методы испытаний используются для определения, соответствует ли прочность адгезии покрытий к подложке адекватному уровню. С помощью этих методов нельзя различить более высокий уровень адгезии, для определения которого необходимы более сложные методы измерения.

ПРИМЕЧАНИЕ 2—Следует отметить, что различия между адгезивными свойствами поверхности, на которую нанесено покрытие, может повлиять на результаты, полученные с покрытиями, имеющими такую же внутреннюю адгезивную способность.

1.4 В многослойных покрытиях между слоями может произойти адгезионное разрушение, что приводит к тому, что прочность адгезии многослойного покрытия к подложке определить невозможно.

1.5 Значения, выраженные в системе СИ, принимаются за стандартные. Значения, приведенные в скобках, представлены только для информации.

1.6 *Настоящий стандарт не ставит цель учесть все вопросы техники безопасности, связанные с его применением, если таковые есть. Установление надлежащих правил техники безопасности и охраны здоровья, а также определение применимости нормативных ограничений к данному стандарту перед его использованием, является ответственностью каждого пользователя стандарта.*

2. Справочные документы

2.1 Стандарты ASTM:

D 609 «Руководство по подготовке плитки из холоднокатанной стали для испытания красок, лаков,

конверсионных покрытий и других сопутствующих продуктов»²

D 823 «Руководство по нанесению на испытательные плитки лакокрасочных пленок и пленок других сопутствующих продуктов одинаковой толщины»²

D 1000 «Методика испытаний клейкой ленты, чувствительной к давлению, для применения в электрической и электронной промышленности»³

D 1730 «Руководство по подготовке к покраске поверхностей из алюминия и сплавов»⁴

D 2092 «Руководство по подготовке к покраске оцинкованных (гальванизированных) поверхностей»⁵

D 2370 «Методика испытаний органических покрытий на способность к растяжению»²

D 3330 «Методика испытаний лент, чувствительных к давлению, на силу адгезии методом отрыва»⁶

D 3924 «Спецификация на стандартные условия окружающей среды для обработки и испытаний красок, лаков и сопутствующих материалов»²

D 4060 «Методика испытаний органических покрытий на абразивостойкость при помощи абразивной машины Тэйбера»²

3. Краткий обзор методов испытаний

3.1 *Метод испытаний А* – На пленке выполняется крестообразный надрез до подложки, на надрез накладывается, а затем отрывается клейкая лента, чувствительная к давлению, прочность адгезии измеряется в количественном отношении по пятибалльной шкале: 0-5.

3.2 *Метод испытаний В* – Надрезы на пленке выполняются в виде решетки: шесть или семь надрезов в обоих направлениях до подложки. На «решетку» накладывается, а затем отрывается клейкая лента, чувствительная к давлению, прочность адгезии определяется сравнительным анализом с описанием и рисунками.

4. Значимость и применение

4.1 Если покрытие предназначено для защиты или отделки подложки, прочность адгезии на всем протяжении расчетного срока службы изделия должна быть высокой. Поскольку подложка и подготовка ее поверхности к нанесению покрытия (или отсутствие подготовки) оказывают решающее влияние на прочность адгезии покрытия, метод оценки адгезии покрытия разнообразных подложек, подготовленных различным образом, или адгезии различных покрытий одинаковых подложек, подготовленных одинаковым образом, имеет огромную применимость в промышленности.

¹ Настоящие методы испытаний находятся под юрисдикцией Комитета D01 ASTM (Американское общество по испытаниям и материалам) по краске и связанным с ней покрытиям, материалам и способам нанесения, и находится под прямой ответственностью Подкомитета D01.23 по физическим свойствам лакокрасочных пленок.

Настоящее издание утверждено 10 августа 2002 года. Опубликовано в октябре 2002 года. Изначально опубликовано под обозначением D 3359 – 74. Последняя редакция – D 3359 – 97.

² Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 06.01.

³ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 10.01.

⁴ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 02.05.

⁵ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 06.02.

⁶ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 15.09.

4.2 Перед применением выбранного метода необходимо изучить ограничения всех методов определения адгезии, а также специфические ограничения для данного метода испытаний на определение более низких уровней адгезии. Внутри- и межлабораторная точность данного метода испытаний сравнима с точностью других широко распространенных испытаний покрытий подложек (например, Метод испытаний D 2370 и Метод испытаний D 4060), однако это частично является результатом того, что данный метод чувствителен только к значительным различиям в адгезии. Ограниченная шкала от 0 до 5 была выбрана намеренно во избежание ложного впечатления о чувствительности метода.

МЕТОД ИСПЫТАНИЙ А – ИЗМЕРЕНИЕ ПРОЧНОСТИ АДГЕЗИИ НА КРЕСТООБРАЗНОМ НАДРЕЗЕ МЕТОДОМ КЛЕЙКОЙ ЛЕНТЫ

5. Приспособления и материалы

5.1 *Режущий инструмент* – Острое лезвие бритвы, скальпель, нож или другой режущий инструмент. Очень важно, чтобы режущие кромки инструментов были в хорошем состоянии.

5.2 *Направляющая для резки* – направляющая линейка из стали или другого твердого металла для получения ровных надрезов.

5.3 *Лента* – шириной 25 мм (1.0 дюйм), полупрозрачная, чувствительная к давлению клейкая лента⁷ с прочностью адгезии по договоренности между поставщиком и пользователем. Вследствие различия прочности адгезии от партии к партии, изменением ее со временем, при проведении испытаний в разных лабораториях очень важно, чтобы ленты для испытаний была из одной партии. Если этого невозможно, данный метод испытаний можно использовать только для ранжирования набора испытательных образцов покрытий.

5.4 *Ластик* – на кончике карандаша.

5.5 *Освещение* – Источник света помогает определить, глубину надреза: достиг ли надрез подложки или нет.

6. Испытательные образцы

6.1 При использовании данного метода в полевых условиях испытательным образцом является конструкция или изделие с покрытием, прочность адгезии которого необходимо оценить.

6.2 При проведении испытаний таким методом в лаборатории необходимо нанести исследуемые покрытия на плитки из материала такого состава и с такой подготовкой поверхности, на котором вы хотите определить прочность адгезии.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Применимые испытательные плитки и способ подготовки их поверхности приведены в Руководстве D 609 и Руководствах D 1730 и D 2092.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – Покрытия следует наносить в соответствии с требованиями Руководства D 823 или по договоренности между покупателем и продавцом.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – По желанию или при указании перед испытанием клейкой лентой испытательные плитки с нанесенным покрытием могут быть подвергнуты предварительному воздействию внешних факторов, например: погружение в воду, солевой туман или большая влажность. Условия и продолжительность воздействия устанавливаются в зависимости от конечного применения покрытия или по согласованию между покупателем и продавцом.

⁷ Лента типа «Пармасель» 99, производитель компания «Пармасель» находится по адресу: США, штат Нью-Джерси, 08903, г. Нью-Брансвик, можно приобрести у различных распространителей ленты «Пармасель». Такая лента считается пригодной для данного применения. Производитель данной ленты и производитель ленты, использованной в межлабораторных исследованиях (см. документ D01-1008), проинформировали данный Подкомитет, что свойства этих лент были изменены. Поэтому, пользователи этих лент должны проверить, обеспечивает ли новый материал получение сравнимых со старым материалом результатов.

7. Процедура

7.1 Выбирается участок, свободный от пятен и небольших дефектов поверхности.

7.2 При проведении испытаний в полевых условиях необходимо убедиться, что поверхность выбранного участка чистая и сухая. Экстремальные значения температуры и относительной влажности могут отрицательно повлиять на адгезию ленты и покрытия.

7.2.1 Для образцов, которые были подвергнуты погружению в воду: После погружения, образцы необходимо очистить и протереть поверхность подходящим растворителем, который не нарушит целостность покрытия. После этого поверхность высушить или подготовить, или и то и другое, по договоренности между покупателем и продавцом.

7.3 Выполняется два надреза пленки каждый длиной около 40 мм (1.5 дюймов), которые пересекаются приблизительно посередине, а меньший угол пересечения равен 35-40°. При выполнении надрезов используется металлическая линейка, надрезы покрытия производят до подложки четким движением.

7.4 Надрез исследуют на отражение света от металлической подложки, чтобы убедиться, что пленка покрытия прорезана полностью. Если надрез не достигает подложки, сделать еще один X-образный надрез на другом участке. Не допустимо пытаться углубить первоначальный надрез, поскольку это может отрицательно сказаться на адгезии вдоль надреза.

7.5 От рулона отматывается два полных витка клейкой ленты, чувствительной к давлению, и выбрасывается. Затем размерным движением (не рывком) отматывается и отрезается полоса длиной 75 мм (3 дюйма).

7.6 Отрезок клейкой ленты накладывается на X-образный надрез таким образом, чтобы середина ленты совпала с местом пересечения насечек, лента при этом располагается вдоль меньших углов пересечения. Ленту в месте надреза необходимо разгладить пальцем, а затем с нажимом потереть ластиком на кончике карандаша. По изменению цвета поверхности под лентой станет понятно, что клейкая лента хорошо приклеилась.

7.7 Через 90 ± 30 секунд после приклеивания ленту отрывают, ухватившись за свободный конец, быстро оттягивают (не рывком) на себя под углом как можно ближе к 180°.

7.8 Крестообразный надрез исследуют на отрыв покрытия от подложки или первоначального покрытия, а степень адгезии определяют по следующим признакам:

- 5A Отслаиваний или отрывов нет,
- 4A Минимальное отслаивание вдоль надрезов или в месте их пересечения,
- 3A Неровный отрыв вдоль надрезов до 1.6 мм (1/2 дюйма) по обе стороны,
- 2A Неровный отрыв вдоль большинства ветвей надрезов до 3.2 мм (1/8 дюйма) по обе стороны,
- 1A Отрыв по всей поверхности X-образного надреза под лентой,
- 0A Отрыв вне площади X-образного надреза

7.9 Испытание повторить еще на двух участках каждой из испытательных плиток. Если испытания проводят на большой конструкции, количество повторений должно быть достаточным для адекватной оценки адгезии всей поверхности.

7.10 После выполнения нескольких надрезов режущие кромки необходимо осмотреть и, если необходимо, перед повторным использованием выемки или затупленные края слегка зачистить на мелкозернистом наждачном бруске. Режущий инструмент подлежит утилизации после появления на нем заусениц или других дефектов, которые могут разорвать пленку.

8. Протокол

8.1 В протоколе отмечают количество проведенных испытаний, среднее арифметическое и диапазон значений, для покрытий указывают место, где произошло разрушение, т.е. между первым слоем и подложкой, между первым и вторым слоями и т.д.

8.2 Для испытаний в полевых условиях регистрируют конструкцию или изделие, которая подвергалась испытаниям, место проведения испытаний и условия окружающей среды во время проведения испытаний.

8.3 Для испытательных плиток регистрируется тип подложки, тип покрытия, способ высыхания, условия окружающей среды во время проведения испытаний.

8.4 Если в соответствии с Методом испытаний D 1000 и Методом D 3330 проводилось определение прочности адгезии клейкой ленты, результаты с указанием полученных значений подлежат регистрации. Если прочность адгезии ленты не определялась, необходимо записать тип используемой ленты и производителя.

8.5 Если испытания проводились после погружения образца в воду, регистрируются условия погружения и способ подготовки образца.

9. Точность и погрешность⁸

9.1 В ходе межлабораторных исследований данного метода испытаний операторы шести лабораторий выполнили по одному измерению прочности адгезии на трех плитках с тремя покрытиями каждая, а покрытия имели абсолютно разные значения адгезии. Было получено внутрिलाбораторное стандартное отклонение, равное 0.33, и межлабораторное стандартное отклонение – 0.44. На основании этих стандартных отклонений для оценки допустимости результатов необходимо использовать следующие критерии при уровне достоверности 95%:

9.1.1 *Повторяемость* - Если прочность адгезии одинакова на большой площади, то результаты, полученные одним и тем же оператором, следует подвергнуть сомнению, если они различаются больше чем на 1 балл для двух измерений.

9.1.2 *Воспроизводимость* – Два результата, каждый из которых является средним арифметическим трех значений, полученных разными операторами, следует подвергнуть сомнению, если они различаются более чем на 1.5 балла.

9.2 Для таких методов испытаний погрешность установить нельзя.

МЕТОД ИСПЫТАНИЙ В – ИЗМЕРЕНИЕ ПРОЧНОСТИ АДГЕЗИИ НА СЕТЧАТЫХ НАДРЕЗАХ МЕТОДОМ КЛЕЙКОЙ ЛЕНТЫ

10. Приспособления и материалы

10.1 *Режущий инструмент*⁹ – Острое лезвие бритвы, скальпель, нож или другой режущий инструмент, режущая кромка которого расположена под углом от 15 до 30°, способный выполнить один или несколько надрезов сразу. Очень важно, чтобы режущие кромки инструментов были в хорошем состоянии.

10.2 *Направляющая для резки* – при выполнении надрезов вручную (в отличие от резки механизированным способом) для получения ровных надрезов следует использовать направляющую линейку из стали или другого твердого металла или шаблон.

10.3 *Линейка* – из закаленной стали с ценой деления 0.5 мм для измерения надрезов.

10.4 *Лента*, смотри пункт 5.3

10.5 *Ластик* – на кончике карандаша.

10.6 *Освещение*, смотри пункт 5.5.

10.7 *Лупа* – лупу с подсветкой использовать во время выполнения отдельных надрезов и при осмотре испытательного участка.

11. Испытательные образцы

11.1 Испытательные образцы должны быть, как описано в разделе 6. Следует, однако, отметить, что адгезиметры с многолезвенными резаками¹⁰ обеспечивают получение хороших надрезов только в том случае, если поверхность испытательных участков достаточно ровная, и все режущие кромки в одинаковой степени соприкасаются с подложкой. Ровность поверхности проверяют при помощи проверочной линейки, такой как линейка из закаленной стали (10.3).

12. Процедура

12.1 По требованию или по договоренности испытательные образцы перед проведением испытаний методом клейкой ленты подвергают предварительным испытаниям (Смотри Примечание 3). После просушки или испытания покрытия, испытание методом клейкой ленты выполняют при комнатной температуре, как описано в Спецификации D 3924, если не установлено/согласовано требование о проведении испытания при нормативной температуре по D 3924.

12.1.1 Для образцов, которые были подвергнуты погружению в воду: После погружения, образцы необходимо очистить и протереть поверхность подходящим растворителем, который не нарушит целостность покрытия. После этого поверхность высушить или подготовить, или и то и другое, по договоренности между покупателем и продавцом.

12.2 Выбирается участок, свободный от пятен и небольших дефектов поверхности, помещается на твердую основу под лупу с подсветкой, затем следующим образом выполняются параллельные надрезы:

12.2.1 Для покрытий, толщина сухой пленки которых достигает до 2.0 мил (50µм) включительно, расстояние между надрезами составляет 1 мм, выполняется одиннадцать надрезов, до указания иного.

12.2.2 Для покрытий, толщина сухой пленки которых достигает от 2.0 мил (50µм) до 5 мил (125 µм), расстояние между надрезами составляет 2 мм, выполняется шесть надрезов. Для пленки толщиной более 5 мил следует использовать Метод испытаний А¹¹.

12.2.3 Все надрезы должны быть длиной около 20 мм (3/4 дюйма). Надрезы пленки до подложки производят одним четким движением, при этом нажим на режущий инструмент должен быть ровно таким, чтобы режущая кромка достигла подложки. При выполнении нескольких надрезов друг за другом при помощи линейки, линейку располагают со стороны оператора.

12.3 После выполнения всех требуемых надрезов пленку необходимо осторожно очистить мягкой щеткой или тканью для удаления отслаиваний или обрывков покрытия.

12.4 Режущие края подвергают осмотру, если необходимо, удаляют выимки или затупленные края путем легкой зачистки на мелкозернистом наждачном бруске. Затем выполняют еще один ряд надрезов под прямым углом к первоначально произведенным, при этом центры надрезов должны совпадать.

¹⁰ Единным поставщиком многолезвенных резаков для покрытий труб, известным в настоящее время комитету, является компания «Paul N. Gardner Co.» по адресу США, штат Флорида, г. Помпано Бич, улица 1 NE 316. Если у вас есть информация о других поставщиках этого изделия, просим сообщить в штаб-квартиру «ASTM International». Ваши сведения будут тщательно проанализированы на заседании ответственного технического комитета¹, на котором вы можете присутствовать.

¹¹ Некоторые люди успешно использовали метод испытаний В для покрытий толщиной более 5 мил (0.13 мм) с расстоянием между надрезами 5 мм. Однако для таких случаев значения точности, приведенные в п. 14.1, не применимы, поскольку они основаны на толщине покрытия менее 5 мил (0.13 мм).

⁸ Дополнительные данные можно получить в штаб-квартире «ASTM International», спросить документ: D01-1008.

⁹ Многолезвенные резаки можно приобрести у тех компаний, которые занимаются изготовлением испытательного оборудования для лакокрасочной промышленности. Один из производителей, который помогал в составлении настоящего материала, упомянут в сноске 10.

12.5 Испытательную поверхность нужно снова очистить, как описано ранее, надрезы исследовать на отражение света от подложки. Если надрез не достигает металла, выполняется еще одна «решетка» на другом участке.

12.6 От рулона отматывается два полных витка клейкой ленты и выбрасывается. Затем размеренным движением (не рывком) отматывается и отрезается полоса длиной 75 мм (3 дюйма).

12.7 Отрезок клейкой ленты накладывается серединой на «решетку», в месте «решетке» ленту разглаживают пальцем. Чтобы гарантировать плотное прилипание ленты необходимо с нажимом потереть ластиком на кончике карандаша. По изменению цвета поверхности под лентой станет понятно, что клейкая лента хорошо приклеилась.

12.8 Через 90 ± 30 секунд после приклеивания ленту убирают: ухватившись за свободный конец быстро (не рывком) оттягивают на себя под углом как можно ближе к 180° .

12.9 «Решетку» исследуют на отрыв покрытия от подложки или первоначального покрытия при помощи лупы с подсветкой. Степень адгезии определяют по следующей схеме, проиллюстрированной на Рисунке 1:

- 5В Края надрезов абсолютно ровные; покрытие на всех квадратах «сетки» не повреждено,
- 4В Небольшое отслаивание покрытия в местах пересечения надрезов; повреждено менее 5% площади «сетки»,
- 3В Небольшое отслаивание покрытия по краям и в местах пересечения надрезов. Повреждено от 5 до 15% площади «сетки»,
- 2В Отслоение покрытия произошло по краям и частично внутри квадратов. Повреждено от 15 до 35% площади «сетки»,
- 1В Отслоение покрытия произошло по краям надрезов в виде больших обрывков, внутри квадратов полностью. Повреждено от 35 до 65% площади «сетки»,
- 0В Отслоение и отрыв покрытия еще больше, чем описано для типа 1.

12.10 Испытание повторить на двух участках для каждой из испытательных плиток.

13. Протокол

13.1 В протоколе отмечают количество проведенных испытаний, среднее арифметическое и диапазон значений, и для покрытий, указывают место, где произошло разрушение, т.е. между первым слоем и подложкой, между первым и вторым слоями и т.д.

13.2 Регистрируется тип подложки, тип покрытия, способ высыхания.

13.3 Если в соответствии с Методом испытаний D 1000 и Методом D 3330 проводилось определение прочности адгезии клейкой ленты, результаты с указанием полученных значений подлежат регистрации. Если прочность адгезии ленты не определялась, необходимо записать тип используемой ленты и производителя.

13.4 Если испытания проводились после погружения образца в воду, регистрируются условия погружения и способ подготовки образца.

14. Точность и погрешность

14.1 Были проведены два межлабораторных исследования данного метода испытаний, при одном из которых операторы шести лабораторий выполнили по одному измерению прочности адгезии на трех плитках с тремя разными покрытиями, и которые имеют разные значения прочности адгезии, при другом из которых операторы шести лабораторий выполнили по три измерения адгезии на двух плитках каждая с четырьмя различными покрытиями, которые были нанесены на два других покрытия. На основании этих исследований было получено внутрилабораторное и межлабораторное обобщенное

стандартное отклонение - 0.37 и 0.7. На основании этих стандартных отклонений для оценки допустимости результатов необходимо использовать следующие критерии при уровне достоверности 95%:

14.1.1 *Повторяемость* - Если сила адгезии одинакова на большой площади, результаты, полученные одним и тем же оператором, следует подвергнуть сомнению, если они различаются более чем на 1 балл для двух измерений.


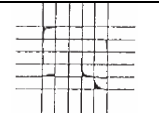
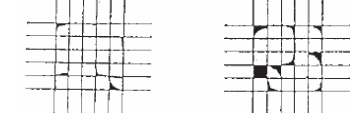
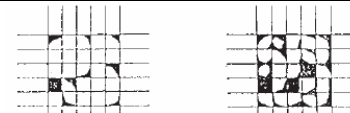
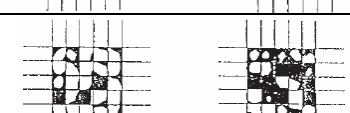
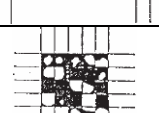
КЛАССИФИКАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ СИЛЫ АДГЕЗИИ		
ГРУППА	%	ПОВЕРХНОСТЬ НАДРЕЗОВ В ВИДЕ «РЕШЕТКИ», ГДЕ ПРОИЗОШЛО ОТДЕЛЕНИЕ, НА ШЕСТИ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ НАДРЕЗАХ, СИЛА АДГЕЗИИ В ПРОЦЕНТАХ
5В	0% нет	
4В	Менее 5%	
3В	5-15%	
2В	15-35%	
1В	35-65%	
0В	Более 65%	

РИС. 1 Классификация результатов измерения адгезии

14.1.2 *Воспроизводимость* – Два результата, каждый из которых является средним арифметическим двух или трех значений, полученных разными операторами, следует подвергнуть сомнению, если они различаются более чем на 2 балла.

14.2 Для таких методов испытаний погрешность установить нельзя.

15. Ключевые слова

15.1 адгезия; метод измерения адгезии на надрезах в виде «решетки»; лента; измерение адгезии испытанием методом клейкой ленты; метод измерения адгезии на крестообразных надрезах.

(Необязательная информация)

X1. КОММЕНТАРИИ

X1.1 Точность и погрешность

X1.1.1 Учитывая сложность процесса адгезии, можно ли ее измерить? Как отмечает Миттал (1)¹², ответ на этот вопрос может быть и да и нет. Целесообразно утверждать, что в настоящее время не существует такого испытания, при помощи которого можно точно оценить фактическую физическую прочность адгезионного сцепления. Но не лишено оснований утверждение, что вполне возможно получить значение относительной адгезионной прочности.

X1.1.2 Практические методы измерения адгезии обычно бывают двух видов: «непрямые» и «прямые». «Непрямые» испытания включают вдавливание или скрайбирование, истирание, испытания на износоустойчивость. Такие испытания подвергают критике в том случае, если их используют для количественного определения прочности адгезионного сцепления. Но в действительности, они для этого и не предназначены. «Непрямые» испытания предназначены для оценки эксплуатационных характеристик покрытия в фактических условиях применения. С другой стороны, «прямые» измерения специально предназначены для измерения адгезии. Такие значимые методы испытаний находятся в большой потребности, поскольку в результате они дают одно дискретное значение - силу, которая необходима для разрыва сцепления покрытие/подложка при определенных условиях. Прямые испытания выполняются при помощи хезиметров и адгезиметров (2). Стандартными методами, близкими к прямым испытаниям, являются испытания на отслаивание, сдвиг и на растяжение.

X1.2 Методы испытаний

X1.2.1 На практике для оценки прочности адгезии используются испытания различных типов, стимулирующие разрыв сцепления различными способами. Для гарантии получения удовлетворительных в широком смысле результатов следующие критерии считаются наиболее важными: использование несложной и четкой (понятной) процедуры; соответствие предполагаемому применению; повторяемость и воспроизводимость; квантифицируемость, включая значимую шкалу для оценки прочности.

X1.2.2 Для испытаний покрытий металлических поверхностей используют следующие методы: измерение прочности адгезии на отслаивание или методом «клеякой ленты»; испытание на ударную пластичность по Гарднеру; и испытание склейки, включая испытание на сдвиг (для соединений внахлестку) и прямое испытание на растяжение (для стыковых соединений). Эти испытания не удовлетворяют строго всем вышеперечисленным критериям, но привлекательной стороной этих испытаний является то, что в большинстве случаев оборудование/приспособления для их проведения имеются под рукой или их можно приобрести по разумной цене.

X1.2.3 За последние годы было разработано очень много разнообразных методов испытаний, при помощи которых измеряют свойства адгезии (1-5). Однако существует трудность связать эти испытания с основным явлением адгезии.

X1.3 Испытание адгезии методом клейкой ленты

X1.3.1 До сих пор, начиная с 1930-х годов, самым распространенным испытанием на определение прочности адгезии покрытия является испытание на отслаивание методом клейкой ленты. В самом простом своем виде процедура испытания включает наклеивание отрезка клейкой ленты на окрашенную поверхность и определение сопротивления и степени отслаивания лакокрасочной пленки после отрыва клейкой ленты. Поскольку пленка без повреждений с хорошей адгезией часто не удаляется вовсе, сложность испытания увеличивается путем нанесения на пленку перед испытанием крестообразного надреза или надрезов в виде «решетки». Адгезия определяется путем сравнения результатов после отрыва пленки с установленной шкалой результатов. Если пленка без повреждений чисто отслаивается при помощи ленты или еще до наклеивания ленты при выполнении надрезов, сила адгезии считается слабой или очень слабой, более точная оценка адгезии такой пленки находится за пределами возможности данного испытания.

X1.3.2 Действующая широко распространенная версия была впервые опубликована в 1974 году; два метода испытаний приведены в настоящем стандарте. Оба этих метода используются для определения соответствия адгезии покрытия к подложке адекватному уровню; однако подобным образом нельзя различить более высокие уровни адгезии, для определения которых необходимы более сложные методы измерения. Основными ограничениями метода клейкой ленты являются: низкая чувствительность, применимость только к покрытиям с относительно низкой прочностью сцепления, невозможность определить силу адгезии к подложке при разрушении в пределах одного слоя, как при испытаниях только грунтовок, или при разрушении внутри или между слоями в многослойных покрытиях. Для многослойных покрытий, где адгезионное разрушение происходит между или внутри слоев, адгезия покрытия к подложке не определяется.

X1.3.3 Повторяемость в пределах одного балла по шкале обычно наблюдается для покрытий металлических поверхностей при обоих методах испытаний при воспроизводимости в пределах одного - двух баллов. Метод клейкой ленты пользуется широкой популярностью, поскольку считается как «простым», так и недорогим. Применительно к металлам этот метод является очень экономичным, пригодным для использования в полевых условиях, и что особенно важно, после применения на протяжении нескольких десятилетий этот метод не утратил своей популярности.

X1.3.4 При использовании эластичной клейкой ленты для покрытий жестких поверхностей подложек и последующем отрыве процедура отрыва описана на базе «явления отслаивания», как продемонстрировано на Рис. X1.1

X1.3.5 Отслаивание начинается с ведущей «волнообразной» кромки (справа) и происходит вдоль границы между покрытием и клейким слоем или между покрытием и подложкой в зависимости от относительных сил сцепления. Принимается, что отрыв покрытия происходит, когда сила растяжения, возникающая вдоль границы покрытие/подложка, в зависимости от реологических свойств основы и клейкого слоя, будет больше прочности сцепления на границе между двумя материалами (или коагезионной прочности покрытия).

¹² Номера жирным шрифтом в скобках указывают на источник в конце настоящего документа.

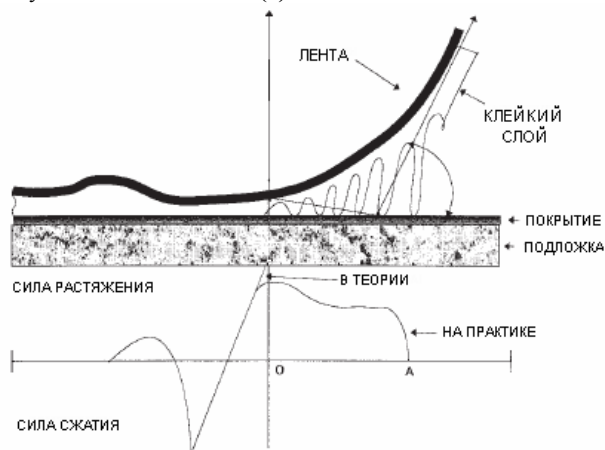
Авторское право принадлежит компании «ASTM International»

Размножено компанией «IHS» по лицензии ASTM

Не разрешается копирование и размещение в сети без разрешения «IHS»

Однако в действительности, действие этой силы распределено в пределах дискретного расстояния (O-A) на Рис. X1.1, который напрямую относится к описываемым свойствам, а не концентрируется в одной точке (O) см. Рис. X1.1 как в теории – хотя сила растяжения достигает максимального значения в обоих случаях в месте возникновения. Значительная сила сжатия возникает в результате ответной реакции материала-основы ленты на растяжение. Следовательно, в определении адгезии метод клейкой ленты учувствуют как сила растяжения, так и сила сжатия.

X1.3.6 Тщательный анализ испытания методом клейкой ленты в отношении физических свойств используемой ленты и определенных аспектов самой процедуры испытаний обнаруживает несколько фактов, каждый из которых в отдельности или в сочетании друг с другом может оказать огромное влияние на результаты обсуждаемых испытаний (6).



X1.4 Измерение адгезии к пластиковым подложкам методом отслаивания

X1.4.1 Испытания методом клейкой ленты подвергаются критике при использовании их для определения адгезии к неметаллическим подложкам, таким как пластиковые материалы. Основными проблемными вопросами здесь являются недостаток воспроизводимости и несоответствие предполагаемому применению. Оба проблемных вопроса хорошо обоснованы: низкая точность является прямым результатом некоторых факторов, присущих используемым материалам и самой процедуре. Но более важно, в данном случае, испытание используется вне области предполагаемого применения. Эти методы были предназначены для испытаний относительно эластичных покрытий, наносимых на металлические подложки, а не для покрытий (зачастую хрупких) на пластиковые поверхности (7). На практике особые функциональные требования к покрытиям пластиковых поверхностей приводят к тому, что стандартные испытания методом клейкой ленты приводят к получению неудовлетворительных результатов при измерении прочности адгезии.

X1.5 Polemika по поводу клейкой ленты

X1.5.1 С изъятием из коммерческих продаж клейкой ленты с первоначальным специфическим обозначением 3M № 710 современные методы уже больше не требуют использование специальной ленты. Различия в типе используемых клейких лент могут привести к различным результатам, поскольку небольшие изменения жесткости основы и реологии клейкого слоя являются причиной изменения площади растяжения. Некоторые промышленные типы лент производятся в соответствии с минимальными стандартными требованиями. Данная серия может превосходить эти требования, и таким образом быть

пригодной для продажи на общем рынке; однако ленты такой серии могут стать источником серьезных и непредвиденных погрешностей при оценке адгезии. Один набор для промышленных испытаний включает клейку ленту, производитель которой заявляет, что адгезионная прочность его ленты варьируется до 50%. Кроме этого, поскольку свойства лент изменяются при хранении, прочность сцепления лент может со временем измениться (7,8).

X1.5.2 Возможно есть в продаже ленты, которые, не изменяют своих функциональных свойств, а данная лента не одинаково хорошо прилипает ко всем покрытиям. Например, когда сила отрыва ленты (от покрытия), которую раньше использовала рабочая группа D01.23.10 для определения точности метода с использованием 3M № 710, была исследована на семи покрытиях с различными электромагнитными/радиочастотными помехами. Было обнаружено, что отслаивание оставалось на самом деле неизменным в пределах одного покрытия, а между покрытиями оно различалось на 25% от самого большого до самого маленького значения. Факторы, которые вызывают такие различия, являются химсостав материала ленты и топология; в результате, ни одна из лент, скорее всего, не подойдет для испытания всех покрытий. Таким образом, испытание методом клейкой ленты не дает абсолютно точных значений силы, которая необходима для разрыва сцепления, а служит указателем того, что было достигнуто или превышено некоторое минимальное значение силы сцепления (7,8).

X1.6 Процедурные проблемы

X1.6.1 Метод клейкой ленты является трудоемким. Процедура испытаний была намеренно упрощена, испытание требует использования минимума специализированного оборудования и материалов, которые должны отвечать требованиям определенных стандартов. Точность испытаний в большей степени зависит от квалификации оператора, а также способности оператора выполнять все действия одинаково. Основными факторами, которые напрямую отражают квалификацию оператора, являются угол и скорость отрыва ленты, а также визуальная оценка испытательного образца. Не удивительно, что разные операторы получают разные результаты (7,8).

X1.6.2 Угол и скорость отрыва:

В соответствии со стандартом свободный конец ленты быстро отрывают под углом как можно ближе к 180° . При другой скорости и угле отрыва ленты сила, необходимая для ее отрыва значительно изменяется. При увеличении угла отрыва со 135 до 180° было отмечено почти линейное увеличение силы отрыва почти до 100%, так же можно ожидать, что при изменении скорости отрыва произойдет значительное изменение силы отрыва. Такой эффект связан с определенными реологическими свойствами основы и клейкого слоя, которые по природе молекулярны. Изменения скорости и угла отрыва могут привести к значительному разбросу значений, поэтому для обеспечения воспроизводимости их необходимо снизить до минимума (9).

X1.6.3 Визуальная оценка:

Окончательным этапом испытания является визуальный осмотр покрытия после отрыва ленты, который по своей природе субъективен. Так адгезия покрытия, определенная разными операторами, может отличаться (9).

X1.6.3.1 Суть испытаний методом клейкой ленты сводится к тому, чтобы определить объем отслоившегося образца покрытия по нормативной описательной шкале. Обнажение подложки может быть обусловлено факторами, не связанными с адгезией покрытия, включая требование о выполнении надрезов покрытия (отсюда синоним

«измерение адгезии методом сетчатых надрезов»). Требование о выполнении надрезов оправдано, поскольку надрезы создают свободные углы, с которых может начаться отслаивание покрытия без преодоления когезионной прочности.

X1.6.3.2 Метод надрезов пригоден для испытания покрытий металлических поверхностей, а для покрытий пластиковых или деревянных поверхностей процесс может привести к ошибочному проявлению слабой адгезии из-за необычной границы между слоями. Для покрытий мягких поверхностей, возникает вопрос, насколько глубоко следует выполнить надрез, и возможно ли выполнить надрез только до границы?

X1.6.3.3 В основном, если испытательные плитки исследуют под микроскопом, часто становится ясно, что отрыв покрытия происходит в результате разрушения подложки на или ниже границы, а не в результате адгезионного разрушения между покрытием и подложкой. Часто также наблюдается когезионное разрушение внутри пленки покрытия. Однако при испытании методом клейкой

ленты когезионные разрушения подложки и покрытия происходят редко, поскольку клейкий слой ленты не обладает достаточной прочностью для преодоления когезионных прочностей обычных подложек и органических покрытий. Хотя некоторые довольно хрупкие подложки могут обнаружить когезионное разрушение, измерение адгезии методом клейкой ленты не предусматривает определения места разрушения (7,8).

X1.6.4 Применение данного метода в полевых условиях может привести к отклонениям в результатах, поскольку изменение температуры и относительной влажности может повлиять на клейкую ленту, покрытие и подложку.

X1.7 Заключение

X1.7.1 Отбросив все спорные вопросы, если данные методы испытаний будут использоваться в пределах требований раздела «Область применения» и выполняться аккуратно, возможно получение некоторого представления об относительном уровне адгезии.

ЛИТЕРАТУРА

- (1) Миттал, К. Л., «Измерение адгезионной прочности: последние достижения, нерешенные вопросы и перспективы», «Измерение адгезионной прочности тонких и толстых пленок, а также объемных покрытий», *ASTM STP 640*, ASTM, 1978, стр. 7–8.
- (2) Коркорон, И. М., «Адгезия», глава 5.3, *Руководство по испытанию краски*, издание 13, *ASTM STP 500*, ASTM, 1972, стр. 314–332.
- (3) Гарднер, Х. А. и Сворд, Г. Г., *Руководство по испытанию краски*, издание 12, глава 7, Лаборатория Гарднера, Bethesda, MD, 1962, стр. 159–170.
- (4) Миттал, К. Л., *Журнал научных основ и технологии адгезии*, том 1, № 3, 1987, стр. 247–259.
- (5) Штоффер, Дж. О. и Гадолия, С. К., *Журнал американских красок и покрытий*, том 70, № 50, 51, 1991

стр. 36–40 и 36–51, соответственно.

- (6) Сухенг, Ву, *Сцепление и адгезия полимеров*, «Marcel Dekker, Inc.», Нью-Йорк, штат Нью-Йорк, 1982, стр. 531.
- (7) Нельсон, Г. Л., Грей, К. Н. и Бакли, С. И., *Современные краски и покрытия*, том 75, № 10, 1985, стр. 160–172.
- (8) Нельсон, Г. Л. и Грей, К. Н., «Адгезия покрытий к пластмассам», *Материалы, Симпозиум по покрытиям, растворимым в воде и с большим содержанием твердых частиц*, том 13, г. Новый Орлеан, штат Луизиана, февраль 5–7, 1986, стр. 114–131.
- (9) Миттал, К. Л., переработанное, «Симпозиум по особенностям адгезии полимерных покрытий», *Материалы*, Электрохимическое общество, 1981, стр. 569–582.

ОБЗОР ИЗМЕНЕНИЙ

Со времени последнего издания настоящего стандарта (D 3359 - 97) были внесены следующие изменения, которые могут повлиять на использование настоящего стандарта, изменения определены Комитетом D01.

- (1) Исключена ссылка на Метод испытаний D 2197 в разделе «Справочные документы», а также был отредактирован текст сноски 10 во избежание путаницы с другим методом испытания адгезии.

- (2) Добавлены пп. 7.1.1, 8.5, 12.1.1 и 13.4 для испытательных образцов, подвергаемых погружению.

Компания «ASTM International» не делает никаких заявлений относительно юридической силы каких-либо запатентованных прав, которые оттаиваются в связи с каким-либо объектом, упомянутым в настоящем стандарте. Мы определенно заявляем пользователям настоящего стандарта, что ответственность за определение юридической силы любых таких запатентованных прав и риск нарушения таких прав всецело ложится на них.

Настоящий стандарт может быть в любое время пересмотрен надлежащим техническим комитетом и подлежит рассмотрению каждые пять лет, и если он не будет пересмотрен в результате этого, он должен быть либо заново утвержден, либо изъят из обращения. Ваши комментарии относительно пересмотра настоящего стандарта или работы над другими стандартами приветствуются и должны направляться в штаб-квартиру компании «ASTM International». Ваши комментарии будут внимательно рассмотрены на собрании надлежащего технического комитета, на котором Вы можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не были рассмотрены надлежащим образом, Вам необходимо сообщить о своем мнении Комитету ASTM по стандартам, который располагается по нижеприведенному адресу.

Авторское право на настоящий стандарт принадлежит компании «ASTM International», которая расположена по адресу: США, Пенсильвания, Бар Харбор Драйв 100, почтовый ящик C700, Вест Коншохокен, PA 19428-2959. Индивидуальные копии настоящего стандарта (в одном или нескольких экземплярах) Вы можете получить, связавшись с ASTM по вышеприведенному адресу или по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555; по электронной почте service@astm.org; или через сайт ASTM в Интернет (www.astm.org).