



# La centrifugazione analitica rivoluziona i test di adesione

Prof. Dr. Dietmar Lerche, Dipl.- Ing. Uwe Dietz - LUM



## Introduzione

I materiali compositi, prodotti per incollaggio, sovrapposizione di strati e rivestimento, si prestano a svariate funzioni in un gran numero di applicazioni. L'incollaggio – si applica come tecnica emergente in costruzioni leggere, nel settore automobilistico, nell'industria elettronica, nell'ottica ed in molti altri campi. Inoltre, le modifiche superficiali ed i rivestimenti conferiscono proprietà speciali quali resistenza alla corrosione, particolari proprietà ottiche o elettriche o semplicemente un migliore aspetto nel caso di rivestimenti decorativi. La resistenza sia dell'incollaggio che del rivestimento, tenendo conto dell'ambiente

di applicazione, è un fattore essenziale ai fini della funzionalità del prodotto e richiede una verifica sia in sede progettuale che in controllo qualità.

La resistenza dell'incollaggio viene comunemente controllata mediante macchine di trazione, progettate però per analizzare un campione alla volta. Per ottenere una buona riproducibilità, sono necessarie delle speciali dime di montaggio ed allineamento e la verifica di certi assemblaggi risulta comunque difficile da testare. Nel caso dei rivestimenti e dei materiali multistrato, poi, le comuni procedure di test (peel test) forniscono solo valutazioni semi-quantitative o qualitative. Questo articolo descrive una tecnica

di analisi quantitativa completamente nuova basata sulla centrifugazione analitica. Il nuovo Adhesion Analyser LUMiFrac® è uno strumento che usa la forza centrifuga per applicare il carico ai campioni e consente di determinare la resistenza dei rivestimenti e degli adesivi su 8 campioni contemporaneamente.

## Procedure di prova

Al momento, adesione e resistenza di incollaggio sono principalmente determinati sia per trazione in direzione opposta delle due parti precedentemente unite (DIN EN 15870, pull test, vedi fig. 1[1]), grattando una superficie rivestita secondo

uno schema predefinito (ISO 2409, cross-cut test [2]), o per peeling mediante forza ortogonale al piano di adesione (ISO 8510 [3,4]), (Fig. 2). La prova di trazione è l'unica procedura che determina la forza critica che causa la rottura dell'incollaggio o del

rivestimento. Ma per ottenere questo è necessario progettare specimen e pinze specifiche per fissare il prodotto ed allinearli correttamente in modo da evitare forze di distorsione indesiderate e che falsano i risultati. Tale metodo, inoltre è

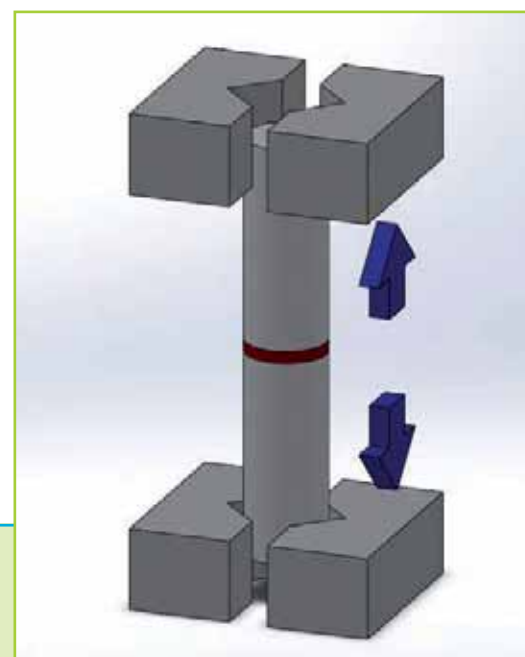


Fig. 1

Prova di trazione [5] secondo DIN EN 15870  
Tensile testing after [5] according to DIN EN 15870



## Centrifuge technology revolutionises adhesion testing

Prof. Dr. Dietmar Lerche, Dipl. - Ing. Uwe Dietz - LUM

## Introduction

Composite materials, manufactured by bonding, layering, and coatings fulfil a great variety of functions in a wide field of applications. Bonding – as an emerging joining technology is applied in lightweight construction, in automotive and electronics industry, in optics, composite materials and many other fields. In addition, surface modification and coatings

provide special functions like corrosion resistance, special optical or electric properties or just a good appearance due to decorative coating. The strength of both, adhesive bonds and coatings, under the respective environmental conditions, is an essential for its functionality. It needs to be analysed both in design and quality control. However, bonding strength is commonly tested by tensile strength instru-

ments designed to handle only one sample. To achieve good reproducibility, special clamping aids and alignment constructions are necessary and joints of certain materials are difficult to test.

In case of coatings and multilayered materials common test procedures (e.g. peel test) allow only semi-quantitative or qualitative evaluation. This article describes a completely new quantitative test technology based on an-

alytical centrifugation. The new analytical instrument Adhesion Analyser LUMiFrac® uses the centrifugal force as test load and allows to determine bonding and adhesive strength of up to 8 samples simultaneously.

## State-of-the-art testing procedures

At present, adhesive or bonding strength is mostly deter-

mined either by pulling the two parts of the joint apart (DIN EN 15870, pull test, see fig. 1[1]), by scratching a coated surface according to a special lattice design (ISO 2409, cross-cut test [2]), or by peeling a coating off the substrate (ISO 8510 [3,4], Fig. 2). The tensile test is the only procedure that delivers the critical tensile strength, which causes the failure of joint or coating. But to achieve this, specially designed test



Fig. 2 Test setup di un peel a 90° secondo ISO 8510-1:1990 [3]  
 Test setup of a 90° peel test according to ISO 8510-1:1990 [3]

progettato per test singoli. Per ottenere classifiche di performance di assemblaggi a seconda di diverse combinazioni di materiali, adesivi e condizioni di curing, i diversi esperimenti si rivelano particolarmente onerosi in termini di tempo.

### Principi della tecnica di centrifugazione

Nella centrifuga, la forza centrifuga fornisce la trazione al campione (Fig. 3).

La forza centrifuga agente su uno strato di adesivo è data da  
 $FC = m \omega^2 r = m (2 \text{ RPM}/60)r$   
 (eq. 1)

Dove  $m$  indica la massa totale del campione adesivo,  $\omega$  la velocità angolare ed  $r$  la distanza radiale del centro della massa del campione.

Data una sezione di adesione,  $A$ , lo stress in trazione è fornito dall'eq. 2:

$$\sigma = F / A \quad (\text{eq. 2})$$

La forza di carico può essere facilmente variata regolando la velocità di rotazione fino a 13.000 RPM e la massa del campione adesivo (test stamp).

Un tipico setup consiste in un sistema composto da sub-

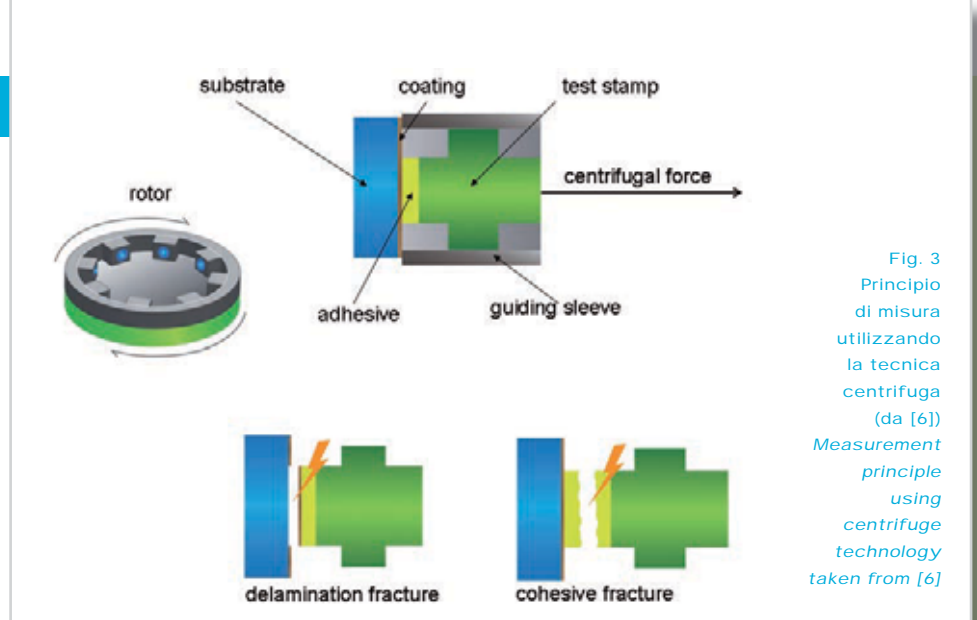


Fig. 3 Principio di misura utilizzando la tecnica centrifuga (da [6])  
 Measurement principle using centrifuge technology taken from [6]

strato1/adesivo/substrato2. Il substrato1 agisce direttamente da massa attiva che esercita la forza traente sul substrato 2 mediante l'interposizione dell'adesivo. Il substrato2 è contenuto in un supporto cilindrico e trattenuto in posizione da un collare di ritenzione al termine del cilindro. Il collare lascia passare attraverso di sé l'adesivo ed il substrato

*specimen must be used to clamp the two parts and care has to be taken to have a good alignment to avoid shear forces. This test method is only designed for single sample testing. Series of experiments to get a significant ranking of bonding strength between different material combinations, different adhesives, and/or curing conditions are therefore very time consuming.*

### Principle of the centrifuge technology

*In the centrifuge the radial directed centrifugal force provides the tensile force on a sample (Fig. 3).*

*The centrifugal force acting on the layer of adhesive is given by*  
 $FC = m \omega^2 r = m (2 \text{ RPM}/60)r$   
 (eq. 1)

*Herein  $m$  denotes the total*

to1 all'interno del modulo di rilevazione della rottura (FDM). 8 di questi moduli vengono caricati con altrettanti campioni, anche di differente natura, e vengono posizionati ciascuno in una delle 8 posizioni del rotore. Questo sistema consente di posizionare ciascun campione senza l'adozione di grip o altri accorgimenti che potrebbero falsare i risultati generando distorsioni. Le masse attive (substrato 1) sono disponibili in vari materiali per consentire le giuste compatibilità tra adesivi e superfici, nonché un ampio range di forze di carico. Grazie all'utilizzo di diverse masse, sono utilizzabili in trazione forze centrifughe da 0,1 a 6,5kN. In aggiunta, le forze possono essere variate di un fattore 4 dalle diverse aree dello stampo di prova (eq.2). L'Adhesion Analyser LUMiFrac viene fornito con lo speciale software SEPView® che verte su uno speciale e collaudato database e che è stato già utilizzato in altri sistemi basati su centrifuga-

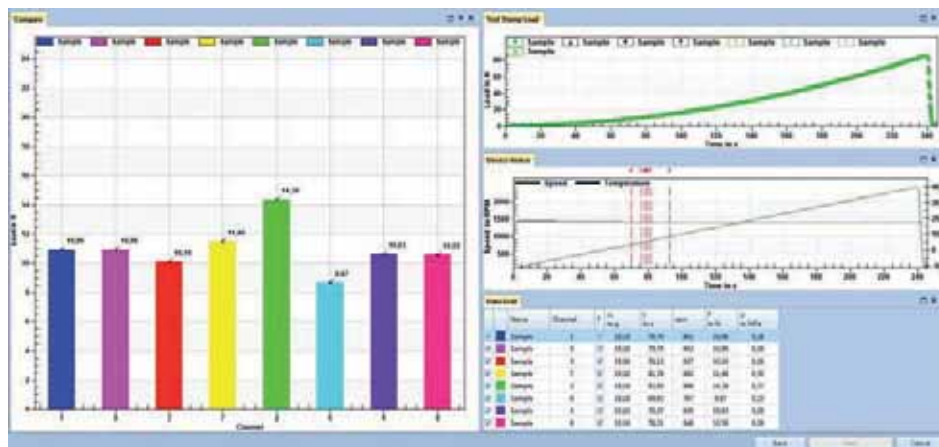


Fig.4 Schermata tratta da SEPView. Carichi di rottura (a sinistra), profilo di carico contro tempo ed RPM e tabella riassuntiva (a destra)  
Breaking load (left), loading- and RPM-progression over time and summary table (right) in SEPView

zione analitica quali il LUMiSizer [7, 8]. Consente di impostare metodi (SOP) (es. rampa di velocità, carichi alternati, temperatura), controllare la misura, acquisire i dati, stoccarli ed analizzarli nonché produrre un report. Un'analisi, tipicamente, inizia con l'inserimento dei nomi dei campioni, prosegue con la scelta dalla libreria del tipo di massa che verrà applicata al campione, e la scelta del tipo di analisi tipo la rapidità dell'incremento di velocità. Durante il test, la velocità aumenta secondo il metodo selezionato. Se il

valore critico di forza viene raggiunto, l'accoppiamento cede, il rivestimento si rompe o la struttura si delamina e la massa precedentemente adesa alla superficie (cp. Fig. 3) si sposta leggermente verso l'esterno del rotore. Questo minimo spostamento è rilevato da uno specifico sensore che comunica l'evento al software. Basandosi sulla velocità cui avviene la rottura, il tipo di massa utilizzata, SEPView calcola automaticamente il carico di rottura per ciascuno degli 8 campioni secondo le equazioni 1 e 2.

I risultati vengono visualizzati immediatamente sul monitor mediante un grafico ad istogrammi (Fig.4) e possono essere memorizzati e stampati assieme a tutti gli altri dati sperimentali. Il LUMiFrac consente sia la comparazione di campioni della medesima natura, sia la comparazione di differenti combinazioni di accoppiamenti, substrati, adesivi, rivestimenti e variazioni nel processo. Nonostante si tratti di un sistema multicampione, ha misure molto compatte (Fig. 5), e richiede solo un

limitato periodo di pratica. L'impostazione del software, il caricamento del rotore e l'ottenimento dei risultati secondo DIN EN 15870 avvengono entro 5 minuti. In aggiunta, la riproducibilità ne risulta sostanzialmente avvantaggiata in quanto non esistono deformazioni dovute al fissaggio con grip e tutti gli 8 campioni vengono misurati contemporaneamente e nelle stesse condizioni ambientali.

### Esempi applicativi e risultati

La funzionalità della misura è stata verificata con differenti tipi di accoppiamento, differenti tipi di materiale, adesivi e processo di curing. La Fig. 6 mostra l'influenza del rapporto di miscela e di temperatura di curing sulla resistenza di resina epossidica bicomponente su rame e acciaio da costruzione S235. È molto facile notare come la resistenza aumenti variando i rapporti di miscelazione

mass of the rotating test stamp,  $\omega$  the rotational angular velocity and  $r$  the radial distance of the centre of mass of the test stamp. With the effective cross-area of the glued parts,  $A$ , the tensile stress is given by eq. 2:

$$\sigma = F / A \quad (\text{eq. 2})$$

The loading force can easily be varied by the rotational speeds up to 13,000 RPM and the mass of the test stamp.

A typical test specimen consists of substrate1/adhesive/substrate2. Substrate1 itself acts as the test stamp and is glued by means of the adhesive to substrate2. The latter is supported by a cylindrical sleeve and

the only geometrical constraint consists in being in area larger as the cross section of the sleeve. The sleeve guides the stamp and this assembly is easily inserted into the failure detection modul (FDM). 8 of these modules, equipped with the same kind or different samples, are slid into the 8 detection positions of the rotor. This design assures a fixed position of each assembly without any clamping that may cause unwanted shear forces. Test stamps are available in different materials to cover a wide range of material combinations on the one hand side, and to enable a wide range of loads posed

upon the test specimen on the other hand side. With different test stamp masses, centrifugal forces from 0.1 N to 6.5 kN can be realised. In addition, strength can be varied by a factor of 4 by different cross areas of the test stamp (cp. eq.2). The Adhesion Analyser LUMiFrac comes with the approved database-based software SEPView®, which has already been used in other analytical centrifuges like LUMiSizer [7, 8]. It allows programming special SOPs (e.g. velocity of force increase, alternating loads, temperature), controls the measurement, performs the data acquisition and data

management as well as data analysis and documentation. A typical measurement starts with the input of the sample names, the selection of the type of test stamps from the library and measurement like RPM-time-progress. During the centrifugal test the rotational velocity is ramped up according to program settings. If the critical tensile strength of the test specimen is reached, the joint fails, coating fractures or delamination takes place and correspondingly the test stamp (cp. Fig. 3) moves slightly outward. This relocation is detected in situ by the corresponding FDM and a signal is communicated to

the software. Based on the continuously recorded RPM and the type of test stamp SEPView automatically calculates the critical force/strength of failure for each of the 8 samples according to eqs.1 and 2. Results are immediately displayed as a bar chart on the monitor (Fig. 4) and may be saved and printed together with other experimental data. LUMiFrac allows, on the one hand, the measurement of samples of the same type of materials combination or the comparison of samples regarding different substrates, adhesives, coatings and variations of processing. Despite the multisample approach,



Fig. 5 Analizzatore di Adesione LUMiFrac® (a sinistra) ed il rotore con gli 8 sensori di rottura installati (a destra)  
Adhesion Analyser LUMiFrac® (left) and rotor carrying the 8 failure detection modules for the test assemblies (right)

e effettuando il curing a temperature maggiori.

L'analisi contestuale di accoppiamenti realizzati con materiali ed adesivi differenti consente una comparazione diretta, come visualizzato in Fig. 7. Come viene evidenziato, l'adesivo epossidico utilizzato mostra il valore di resistenza più elevato, superiore a 50 N/mm<sup>2</sup> (50 MPa), indipendentemente dal materiale utilizzato, al contrario, gli adesivi cianoacrilico (CY) e quello poliuretano (PU) mostrano

valori critici assai più bassi e dipendenti dai materiali in cui vengono applicati. Oltre a differenti materiali, adesivi e temperature di curing, anche i diversi pretrattamenti possono essere comparati in un esperimento. Nel caso in cui si voglia misurare la resistenza di un rivestimento, bisogna sincerarsi che la resistenza dell'incollaggio della massa di trazione abbia valori superiori a quelli del rivestimento o della struttura multistrato in esame. In altre parole, il detector FDM rile-

verà qualsiasi tipo di rottura a qualsiasi valore di forza nel range di quelle generate dal LUMiFrac (6.5kN). Questo non avviene nel classico peel test. (ISO 8510 [3,4]) o nel tape-cross-hatch test (ISO 9211-4 [9]), che sono limitati dalle proprietà dell'adesivo dei nastri impiegati. La Fig. 8 mostra i risultati ottenuti con un set di 9 campioni di vetro con rivestimento metallico. Tutti questi campioni superano il peel test secondo ISO 9211-4. Durante il test per centrifugazione avvengono 5 diversi tipi di rotture. Ad un controllo visivo vengono evidenziate rotture per delaminazione, rotture di adesione e di coesione, delaminazione intra-strato, delaminazione parziale, rottura del substrato, elencate in ordine di carico di rottura. Per ulteriori dettagli vedasi [10].

*the benchtop instrument is very compact (Fig. 5), and demands only a minimum hands-on-time. Software settings, loading the rotor, determination of the critical bonding strength/stress*

*according to DIN EN 15870 need less than 5 minutes. Additionally, reproducibility is not only likely to be improved as no influence of shear forces (clamping of pull test) is given, but also because all*

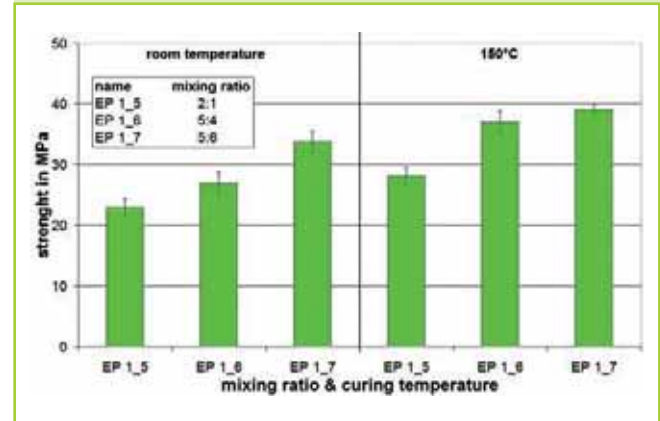


Fig. 6 Risultati di resistenza di accoppiamento tra rame ed acciaio da costruzione. 3 rapporti diversi tra i due componenti della resina epossidica e curing effettuato a temperatura ambiente ed a 150°C  
Results of testing the strength of bonded joints between copper and construction steel. 3 different mixing ratios of a 2-C-Epoxy adhesive cured at room temperature and 150°C



## Conclusioni

È stato descritto un nuovo principio di misura multicampione per la misura di incollaggi o per la resistenza di adesivi su una grande varietà di materiali accoppiati, rivestiti e composti.

A differenza delle comuni macchine di trazione e per peel test, l'Analizzatore di Adesione LUMiFrac® utilizza la forza centrifuga applicata ad 8 campioni per verificarne la resistenza contemporaneamente.

Il LUMiFrac® è un apparecchio analitico compatto e semplice da utilizzare dove i campioni non richiedono di essere immobilizzati in ganasce, al contrario di quanto avviene comunemente nei peel test. Il campione, opportunamente preparato, viene inserito in una speciale slitta che supporta il campione e lo guida verso il

detector di rilevazione di rottura, ed inserito nel rotore. Vengono applicate forze crescenti o secondo cicli predefiniti dall'utente, viene determinato in che condizioni il campione cede durante la centrifugazione ed il risultato viene comunicato al software SEPView sul PC. I dati sperimentali vengono analizzati, visualizzati e memorizzati automaticamente. A confronto con una classica macchina di trazione, (es. DIN EN 15870, pull test), il tempo complessivo (impostazione del software, caricamento dei campioni, analisi e calcolo) per 8 campioni viene ridotto del 85% (5 minuti in totale). I risultati sperimentali riguardo i differenti adesivi, combinazione di substrati e vetro ricoperto di metallo dimostrano l'ampio range di possibili applicazioni per le quali questa nuova tecnica può essere utilizzata.

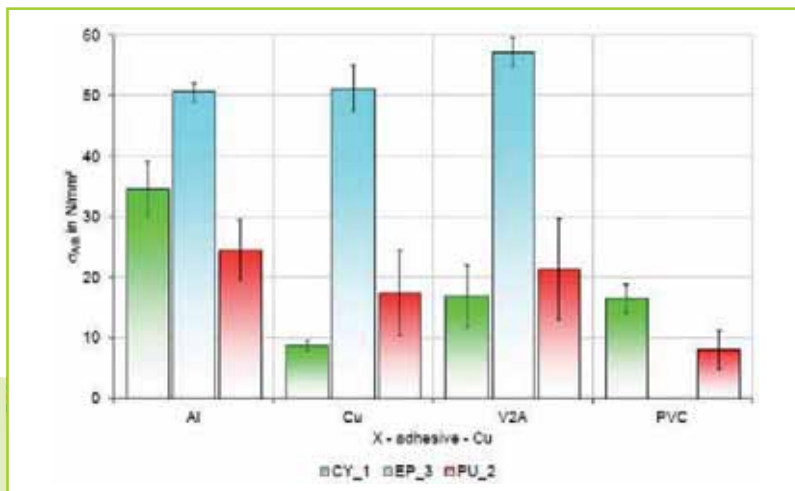


Fig. 7 Confronto tra diversi adesivi (Cianoacrilico (CY), Epossidico (EP), Poliuretano (PU) indicati con colori diversi) e materiali (Allumina, (Al), Rame (Cu), Acciaio inox (V2A) e Cloruro di polivinile (PVC)) accoppiati al rame. Siccome la temperatura di curing era di 180°C, l'abbinamento Cu(EP/PVC non era realizzabile)  
Comparison of different adhesives (Cyanoacrylate (CY), Epoxy (EP), Polyurethane (PU) denoted by different colours) and materials (Alumina, (Al), Copper (Cu), Stainless steel (V2A) and Polyvinyl Chloride (PVC)) bonded to copper. As the curing temperature of EP was 180°C, Cu/EP/PVC joint could not be prepared

8 samples are measured at the same time and the same environmental conditions.

## Application examples and results

The functionality of the measurement system has been verified with different joints, regarding material combination, adhesives and curing processes. Fig. 6 reveals the

influence of mixing ratio and curing temperature on the strength of 2-C-Epoxy resins bonding copper and construction steel S235.

It is easily to read off that higher adhesive strength can be achieved by modifying the mixing ratios as well as by curing at elevated temperatures. Parallel testing of bonds prepared from different material combinations and adhesives allows for direct comparison, as shown in fig. 7.

As becomes obvious, the used Epoxy

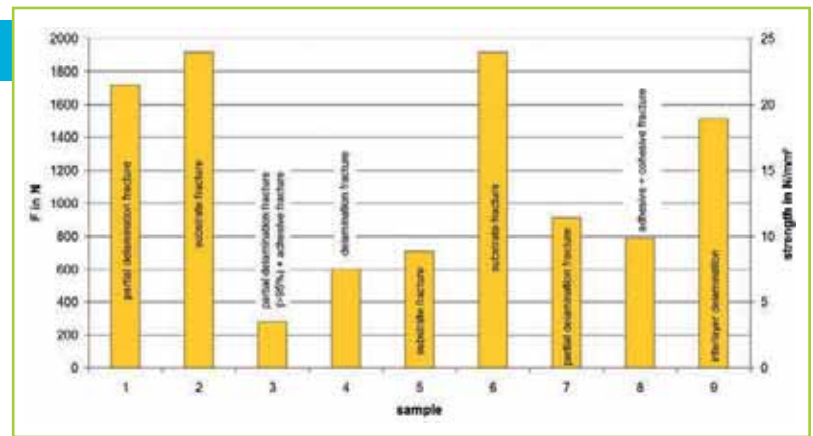


Fig. 8 Carico di rottura (a sinistra) e resistenza corrispondente (a destra) di differenti campioni di vetro con rivestimento in metallo (specchi) per l'industria ottica (vedi [10])

Critical failure force (left) and corresponding strength (right) of differently coated glasses (mirrors) from the optical industry (see [10])

## curriculum vitae

**Professor Dr. sc. nat. D. Lerche** è fondatore e presidente di LUM (Labor, Umweltdiagnostik & Medizintechnik) GmbH, società ubicata a Berlino, Germania. Ha frequentato l'Università Lomonossow di Mosca, Russia, e ha conseguito il Dottorato di ricerca in biofisica presso la nota facoltà di Matematica e Scienze naturali dell'Università Humboldt di Berlino. Nel 1994 ha fondato la società indipendente LUM GmbH nell'intento di fornire strumentazioni uniche ed innovative e promuovere l'innovazione nelle aree delle sospensioni e delle emulsioni.

*Professor Dr. sc. nat. D. Lerche is the founder and chairman of LUM (Labor, Umweltdiagnostik & Medizintechnik) GmbH based in Berlin, Germany. He attended Lomonossow University in Moscow, Russia, and received his PhD in biophysics from the well-known Math and Natural Science Faculty at Humboldt University, Berlin. In 1994 he founded the independent LUM GmbH with the goal to provide innovative and unique instrumentation to advance the fields of suspension and emulsion sciences.*

**Uwe Rietz (Dipl.-Ing. (FH))** riveste il ruolo di Ingegnere dello sviluppo presso LUM a Berlino, Germania. Ha conseguito il diploma di laurea in Ingegneria Automotive presso la HTW Berlin (Università di Scienze Applicate).

*Uwe Rietz (Dipl.-Ing. (FH)) is an Development Engineer for LUM in Berlin, Germany. He obtained his degree in Automotive Engineering from the HTW Berlin (University of Applied Sciences).*

adhesive exhibits independently on the material combination the best tensile strength of more than 50 N/mm<sup>2</sup> (50 MPa). On the other hand, tensile strength for CY and PU is much lower and its ranking depends on the material combination.

Besides different materials, adhesives and different temperatures also different pre-treatment processes can be evaluated in one experiment. If the strength of a coating is to be tested, one has to make sure that the test stamp fixed by an adhesive to the surface of the coating reveals higher values of tensile strength than the coated sample or multi-layered material itself. In other words, the FDM

will detect any form of material failure that occurs for any critical force lower than that generated by the LUMiFrac (6.5 kN). This is not the case for common peel test (ISO 8510 [3,4]) or tape-cross-hatch test (ISO 9211-4 [9]), which are limited due to adhesive properties of the tapes.

Fig. 8 shows results obtained for a set of 9 different metal coated glasses. All of these samples passed the peel test according to ISO 9211-4. During the centrifugal test 5 different types of failure and fracture pattern occurred. Optical inspection revealed delamination fracture, adhesive and cohesive fracture, interlayer delamination, partial delamination fracture

and substrate fracture, listed in the order from the lowest to the highest stress that has been exerted on the samples to achieve these types of failure.

For details refer to [10].

### Conclusions

A new multisample measuring principle to determine bonding or adhesive strength of a wide range of bonded materials, coated materials and composite materials is described. In contrast to common pull and peel tests the Adhesion Analyser LUMiFrac® employs the radially directed centrifugal force to stress up to 8 different samples simultaneously. The LUMiFrac® is a

compact and easy to handle test apparatus, where test samples in contrast to e.g. common pull test need not to be clamped. The usually prepared test specimen is plugged into a special designed sleeve, which supports and guides the test stamp, slid into the failure detection module and placed into the rotor. Increasing or alternating test forces are applied by a programmed rotational velocity and the critical failure force is detected during centrifugation and communicated to the PC-software SEPView. Experimental data of each sample are automatically analysed, displayed online and saved. In comparison to a conventional tensile testing machine (e.g. DIN EN

15870, pull test), the total test time (software settings, putting in samples, test procedure and calculation of failure force/strength) for 8 samples is reduced to less than 85% (5 minutes). Experimental results regarding different adhesives, substrate combinations and metal coated glasses demonstrate the broad applicability of the new test procedure.

### References

- [1] DIN EN 15870: Adhesives – Determination of tensile strength of butt joints
- [2] ISO 2409:2007: Paints and varnishes – Cross-cut test (German version DIN EN ISO 2409:2007)
- [3] ISO 8510-1: 1990: Ad-

- hesives; peel test for a flexible-bonded-to-rigid test specimen assembly - part 1: 90° peel (German version DIN EN ISO 8510-1: 2006: Adhesives; peel test for a flexible-bonded-to-rigid test specimen assembly - part 2 180° peel (German version DIN EN ISO 8510-2:2010)
- [5] U.Rietz, S. Hielscher, U. Beck, D. Lerche; “A new centrifuge technology for efficient and reliable testing of composite strength of bonded joints and coated surfaces”; Congress-ACHEMA 2012; Session: Materials and Materials testing, June 20th, Frankfurt
- [6] U.Rietz, S. Hielscher, U. Beck, D. Lerche; Centrifuge technology revolutionises adhesion testing. Dispersion

- Letters, 4, 2013, 1-9, <http://www.dispersion-letters.com/>
- [7] D. Lerche, T. Sobisch; “Direct and Accelerated Characterization of Formulation Stability, J. of Dispersion Science and Technology, 32:12, 2011 1799-1811; <http://dx.doi.org/10.1080/01932691.2011.616365>
- [8] <http://www.lum-gmbh.com/dispersion-and-stability-analyser.html>
- [9] ISO 9211-4:2012: Optics and photonics – Optical coatings - Part 4: Specific test methods
- [10] U. Beck, G. Reiners, M. Weise, D. Lerche, U. Rietz, H. Niederwald; “Quantitative Adhesion Testing of PVD-Coatings by means of Centrifuge Technology”, Surface & Coatings Technology 205 (2011)182-186.