

How to improve the adhesion properties of the carbon fibre-reinforced composites using the cold plasma



E. Lertora

Enrico Lertora, Marco Pizzorni, Chiara Mandolino, Carla Gambaro
Department of Mechanical, Energy, Management and Transportation Engineering - UNIVERSITY OF GENOVA



INTRODUCTION

In these last years, the use of the polymer matrix based composite materials has consolidated more and more replacing metal materials. In order not to affect the reinforcement inside the composite materials it has been necessary to use a different junction from the traditional methods, highlighting the use of glued junctions. An essential aspect in the construction of a glued joint is the surface treatment of the adhering elements so as to guarantee the highest mechanical strength and durability. The cold plasma as a new technique than traditional methods (mechanical and/or chemical treatments) allows to obtain reactive chemical compounds bonding intrinsically to the adhesive. A great advantage consists in being able to make a treatment involving only the surface

layers without affecting the general mechanical properties, also using process temperatures which do not damage the reinforcement.

EXPERIMENTAL

The investigated material is a CFRP plate, manufactured using the hand lay-up technique with vacuum bag in autoclave, with skins belonging to the 5H-T800-280 gsm class, pre-impregnated with epoxy resin, arranged on five plies and with laminates oriented at 0° for a theoretical thickness of 1,55 mm. The CFRP plates which were manufactured were cut out according to the pre-established geometries reported in the EN 1465 standard for the construction of single overlap joints. Such a standard provides for the simultaneous

construction of five identical samples.

The selected adhesive for the construction of the samples is DP490, manufactured by 3M. DP490 is a black two-component thixotropic epoxy adhesive, which was developed to be used for all applications which require toughness and high mechanical strength and it is ideal for the construction of composite based joints.

As for the surface treatment, the cold plasma has been used with the Multipurpose "Tucano" Plasma System, manufactured by Gambetti Vacuum Technology. It is a reactor, especially designed to carry out cleaning, modification or surface activation operations. The generated plasma is a ionised gas consisting of atoms or molecules at their fundamental or excited state, ions, photons, radicals, neutral species, free

Come migliorare le proprietà adesive dei compositi rinforzati con fibre di carbonio con il plasma a freddo

Enrico Lertora, Marco Pizzorni, Chiara Mandolino, Carla Gambaro
Dipartimento di Ingegneria Meccanica, Energetica, Gestionale e dei Trasporti - UNIVERSITÀ DI GENOVA



INTRODUZIONE

Negli ultimi anni si sta affermando sempre più l'uso di materiali compositi a matrice polimerica in sostituzione a materiali metallici. Per non intaccare il rinforzo presente all'interno dei compositi si è reso necessario il ricorso ad una soluzione di giunzione alternativa ai metodi tradizionali privilegiando l'utilizzo di giunzioni incollate. Aspetto fondamentale nella realizzazione di un giunto incollato è la preparazione superficiale degli aderenti in modo da garantire

la maggiore resistenza meccanica e la durata nel tempo. Il plasma freddo come tecnica alternativa ai metodi tradizionali (trattamenti meccanici e/o chimici) permette di ottenere dei composti chimici reattivi che si legano intimamente con l'adesivo. Un considerevole vantaggio consiste nel fatto di poter realizzare un trattamento che coinvolge solo gli strati superficiali di materiale e lascia quindi inalterate le proprietà meccaniche generali, adottando inoltre temperature di processo che non danneggiano il rinforzo.

SPERIMENTAZIONE

Il materiale oggetto dello studio è un CFRP in lastra prodotta con tecnica di hand lay-up con sacco a vuoto in autoclave, utilizzando pelli del tipo 5H-T800-280 gsm preimpregnate con resina epossidica, disposte su cinque strati con orientamento delle lamine a 0° per uno spessore teorico di 1.55 mm. Le lastre in CFRP prodotte sono state tagliate con le geometrie stabilite dalla normativa EN 1465 per la realizzazione di giunti a singola sovrapposizione. Tale norma prevede la

 electrons. Depending on the atmosphere used, the treatment brings about the appearance of reactive chemical groups on the adhering part of the surface which are found only on the first atom layers, a fundamental factor when the long fibre composite materials are dealt with, as there is the guarantee of not affecting the reinforcement.

Table 1 shows the treatments which have been carried out. Among them, as a comparison, also the surface abrasion and the removal of a peel-ply are listed. The objective pursued by this investigation is the assessment of the surface properties and cutting strength of the joints which underwent a cold plasma surface treatment, therefore, also assessing the performance of such a treatment, compared with

Tab. 1

Surface treatment <i>Trattamento superficiale</i>	Description of the process <i>Descrizione processo</i>	
Abrasion <i>Abrasione</i>	Cloth soaked in acetone + Scotch Brite MX – SR + Cloth soaked in acetone + glue bonding <i>Panno imbevuto di acetone + Scotch Brite MX – SR + Panno imbevuto di acetone + Incollaggio</i>	
Peel ply	Peel ply removal + glue bonding <i>Rimozione peel ply + Incollaggio</i>	
Plasma	cloth soaked with acetone + plasma treatment with different parameters + glue bonding <i>Panno imbevuto di acetone + Trattamento Plasma on differenti parametri + Incollaggio:</i>	
	Power rate (W) <i>Potenza (W)</i>	50, 100, 150
	Exposure time (s) <i>Tempo di esposizione (s)</i>	60, 180, 300
	Gas	air, Argon, Oxygen and nitrogen <i>Aria, Argon, Ossigeno, Azoto</i>

 realizzazione contemporanea di cinque campioni identici tra loro. L'adesivo scelto per la realizzazione dei provini è il DP490 prodotto da 3M. Il DP490 è un adesivo epossidico bicomponente tissotropico di colore nero progettato per l'utilizzo in tutte quelle applicazioni che richiedono tenacia ed elevata resistenza meccanica e risulta adatto alla realizzazione di giunti in composito. Per il trattamento superficiale si è fatto ricorso al plasma freddo utilizzando il Sistema Plasma Multiuso "Tucano" prodotto da "Gambetti Vacuum Technology. Si tratta di un reattore, pensato esclusivamente per effettuare attività di pulizia, modifica e attivazione superficiale. Il plasma

Fig. 1

Treatment <i>Trattamento</i>	Surface wetting – Water drop <i>Bagnabilità superficiale – Goccia acqua</i>
Abrasion <i>Abrasione</i>	
Peel ply	
Plasma Air <i>Plasma Aria (150W-180s)</i>	

che viene generato è un gas ionizzato contenente atomi o molecole presenti nel loro stato fondamentale o eccitato, ioni, fotoni, radicali, specie neutre, elettroni liberi. A seconda dell'atmosfera che si utilizza il trattamento produce la comparsa di gruppi chimici reattivi sulla superficie dell'aderendo che saranno presenti solamente sui primi strati atomici, aspetto, questo, fondamentale quando si parla di materiali compositi a fibra lunga perché si ha la garanzia di non intaccare il rinforzo. In tabella 1 sono riportati i trattamenti eseguiti. Tra i trattamenti a titolo di confronto sono riportati anche l'abrasione superficiale e la rimozione di uno strato pelabile (peel-ply). Lo scopo dello studio è valutare le prestazioni

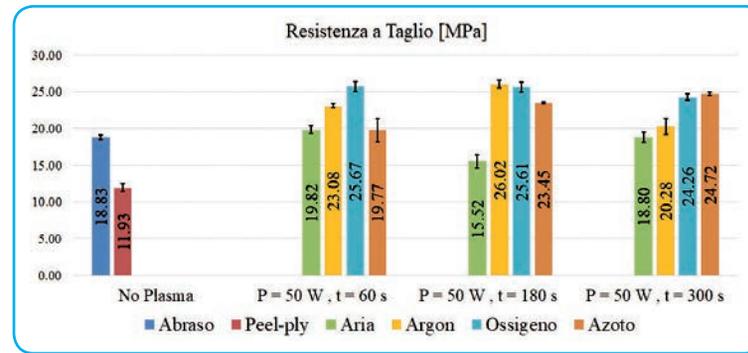


the surface treatment traditional techniques.

The assessment of the substrates surface activation, and their wetting property can be carried out evaluating the contact angle between a calibrated drop of a well known liquid and the substrate. The trend to the liquid spillage on the surface, and therefore the predominance of the adhesive forces, leads to a decrease in the contact angle.

Viceversa, as for the prevailing cohesive forces, the contact angle increases. Depending on the value of this latter, which could range from 0 to 180°C, it is possible to distinguish various behaviours. Contact angles being lower than 90° show that the wetting behaviour is enhanced. On the contrary, contact angles being higher than 90° underline that this phenomenon is not favoured and that the fluid minimizes the contact with the surface giving rise to a compact liquid drop.

Fig. 2



EXPERIMENTAL RESULTS

From the analysis of the reported results, it is possible to state that the plasma treatment allows to improve the surface wetting properties. In Figure 1, for example, a comparison is reported between an abrasion treatment, a peel ply removal and a plasma treatment, among those which have been performed.

The mechanical strength rate and related standard deviations, obtained from the tests on the joints constructed with different surface treatments and divided by the three plasma power rates

used (50W, 100W, 150W) are compared in Figures 2-4.

From the histograms of Figure 4 it is possible to observe how the cold plasma treatment leads to successful results which support its use instead of the mechanical treatments. A general improvement of the joint strength has been observed, regardless of the gas which is used in the process. The best result has been obtained treating the surfaces with the air as a process gas.

used (50W, 100W, 150W) are compared in Figures 2-4.

CONCLUSIONS

The performed and certified tests highlight how important is the choice of a proper surface treatment for the glued joint strength.

The research activity on the subject of the cold plasma treatments on polymer matrix based composites has given excellent results both in terms of achieved surface wettability and of mechanical strength when the joint is cut. Most tested treatments have caused an increase in



in termini di caratteristiche superficiali e di resistenza al taglio dei giunti che hanno subito un trattamento superficiale al plasma freddo, e quindi stabilire l'efficacia di tale trattamento rispetto alle tradizionali tecniche di preparazione superficiale.

La valutazione dell'attivazione superficiale dei substrati e quindi la loro bagnabilità può essere effettuata mediante la valutazione dell'angolo di contatto che si viene a formare tra una goccia calibrata di un liquido noto e il substrato. La tendenza allo spargimento del liquido sulla superficie solida, e quindi il prevalere delle forze adesive, porta ad una diminuzione dell'angolo di contatto. Viceversa, per forze coesive prevalenti, l'angolo di contatto aumenta. In base

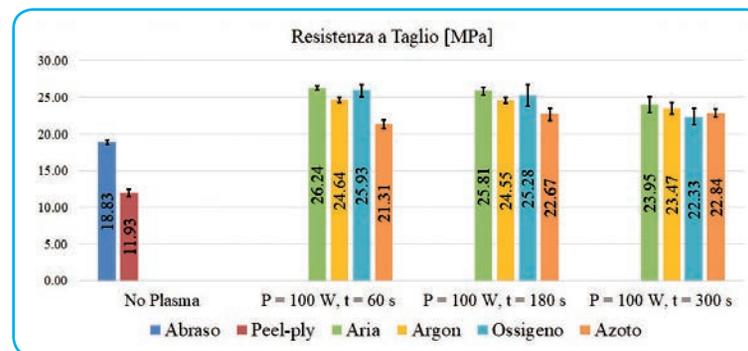
al valore di quest'ultimo, che può essere compreso tra 0 e 180°, è possibile discriminare tra i vari comportamenti. Angoli di contatto inferiori a 90° indicano che il fenomeno di bagnabilità è favorito. Invece angoli di contatto maggiori di 90° sottolineano che il fenomeno risulta sfavorito e che il fluido minimizza il contatto con la superficie

formando una goccia di liquido compatta.

RISULTATI DELLA SPERIMENTAZIONE

Dall'analisi dei risultati riportati è possibile affermare che il trattamento al plasma permette di migliorare la bagnabilità superficiale. In Figura 1 a titolo di esempio è riportato un confronto tra un trattamento di abrasione, una rimozione del peel ply e un trattamento plasma tra quelli effettuati. I valori della resistenza meccanica e le relative deviazioni standard ottenute dalle prove sui giunti realizzati con diverse preparazioni superficiali e suddivise per le tre potenze del plasma adottate (50W, 100W, 150W) sono confrontate nelle Figure 2-4. Da questi istogrammi è possibile notare come il trattamento in plasma freddo porti

Fig. 3





the wetting and mechanical strength properties. The gas which has given the best results is the air, especially, when treating the carbon fibre composites with 150 W power rate and a rather short exposure time, that is 60 seconds. The best outcome is achieved involving a percent increase of the joint strength equal to 44,8%. Therefore, the cold plasma stands for a valid choice rather than the traditional surface treatments also taking into account that the time required for this treatment is short and many pieces can be manufactured at the same time.



a risultati che ne giustificano l'uso in sostituzione ai trattamenti meccanici. Si riscontra un generale miglioramento della tenuta del giunto indipendentemente dal gas di processo utilizzato. Il risultato migliore è stato ottenuto trattando le superfici con aria come gas di processo.

CONCLUSIONI

Le prove svolte e documentate evidenziano quanto sia importante, ai fini della tenuta di un giunto incollato, scegliere un adeguato trattamento superficiale. Lo studio effettuato sui trattamenti in plasma freddo di compositi a matrice polimerica ha portato ad ottimi risultati sia in termini di bagnabilità superficiale raggiunta, sia come resistenza meccanica a taglio del giunto. La quasi totalità dei trattamenti testati ha comportato un aumento di bagnabilità e di resistenza meccanica. Il gas che ha prodotto i migliori risultati è l'aria, in particolare, trattando i compositi in fibra di carbonio con potenze di 150 W e per tempi di esposizione relativamente brevi, 60 secondi, si ottiene il migliore dei risultati che comporta un aumento percentuale della tenuta del giunto pari al 44,8%. Il plasma freddo quindi costituisce una valida alternativa ai trattamenti superficiali tradizionali considerando anche il fatto che i tempi richiesti per tale trattamento sono molto contenuti e si possono trattare contemporaneamente molti pezzi.

Fig. 4

