

Vlastnosti lepidla Evacon-R™

Výzkumná laboratoř Národního archivu, zpracováno 30. 5. 2016

Úvod

V roce 2003 byly ve Výzkumné laboratoři 10. oddělení Národního archivu porovnávány vlastnosti několika průmyslově vyráběných lepidel, určených pro knihařské a kartonážní práce (Akrylep 545x1, Akrylep 545x2, Duvilax BD20 a Planatol Elasta). Cílem bylo zjistit, zda se jedná o materiály dlouhodobě stálé, a zda běžné archiválie nejsou při dlouhodobém nepřímém kontaktu s nimi vystaveny riziku poškození. Na trhu jsou od té doby dostupné také kaširované kartony a lepené krabice, při jejichž výrobě bylo použito lepidlo Evacon-R™, a proto byl stejným testům podroben i tento produkt.

Podle výrobce se jedná o adhezivum vhodné pro knihařské práce, kaširování papíru a výrobu ochranných obalů v rámci konzervace archivních dokumentů, včetně fotografií. Mezi jeho přednosti patří absence plastifikátorů, reverzibilita, neutrální pH a zvýšená odolnost proti kyselé hydrolyze. Předpokládá se, že hydrolytické odolnosti je dosaženo změnou prostorového uspořádání acetátových skupin v důsledku přítomnosti bloků polyethylenu. Materiál vyhovuje požadavkům testu PAT (ISO 18916) a testu Silver Tarnish. Z hlediska chemického složení se jedná o ethylen-vinylacetátový kopolymer (EVA) s malým obsahem uhličitanu vápenatého. Lepidlo dodává firma Conservation by Design Ltd.

Přestože ve Velké Británii je tento materiál konzervátory všeobecně považován za vyhovující, některé studie poukazují na nebezpečí uvolňování těkavých organických kyselin, a to zejména v průběhu několika prvních let po aplikaci¹.

Příprava vzorků

Vzorky pro testování mechanických vlastností byly připraveny obdobně, jako při testování ostatních lepidel. Naředěné adhezivum bylo pomocí nanášecího válečku aplikováno na jednu stranu filtračního papíru Whatman 1 ve vrstvě cca 0,15 mm (tyto vzorky jsou dále označovány zkratkou WE). Tloušťka vzorků se po vyschnutí lepidla pohybovala v rozmezí $0,23 \pm 0,01$ mm. Srovnávací vzorky byly připraveny z čistého papíru Whatman 1.

Vzorky pro ověření reverzibility lepených spojů byly připraveny stejně, pouze místo papíru Whatman 1 byl použit starší dřevitý papír (66 g/m^2).

Umělé stárnutí vzorků bylo prováděno jednak ve vlhké atmosféře (relativní vlhkost 65 %, teplota 80 °C, expozice 28 dnů, ISO 5630/3), jednak v atmosféře suché (55 °C, expozice 60 dnů, nenormovaná zkouška).

Pro testy mikrobiologické odolnosti bylo z nestárnutých vzorků WE a z čistého papíru Whatman 1 vystřiženo po třech kolečkách o průměru 10 mm. Ta byla následně po dobu 7 dnů inkubována na povrchu Czapek-Doxova živného agaru inokulovaného plísní *Penicillium chrysogenum*.

Rozpustnost byla testována na vzorcích připravených nanesením tenké vrstvy lepidla na hodinová sklíčka.

Testované vlastnosti

¹ Stevens, R., Garside, P., Russell, E. A Review of Current and Recent Practice in the Use of Adhesives by the Conservation Department at the British Library. CCI, Proceedings of Symposium 2011 – Adhesives and Consolidants for Conservation, 17.–21. 10. 2011, Ottawa, Canada.

Výběr zkoušených vlastností vzorků odpovídal praktickému zaměření testů. Sledován byl vliv aplikace lepidla na tržné zatížení vzorků, na jejich tažnost a odolnost v přehýbání, dále na mikrobiologickou odolnost, opacitu, barevnost a hodnotu pH studeného jejich vodného výluhu. Kromě toho byla ověřována také rozpustnost lepidla ve vybraných rozpouštědlech a možnost rozebrání lepených spojů s jejich pomocí. Většina vlastností byla vyhodnocena jednak před umělým stárnutím (respektive po 10 měsících přirozeného stárnutí), jednak po stárnutí umělém.

Použité materiály

- Aceton, p. a., Lachema
- Czapek-Doxův agar, Himedia
- Ethanol, 96 % (v/v), p. a., Penta
- Evacon-RTM, lepidlo na bázi ethylen-vinylacetátového kopolymeru, Conservation by Design
- Papír filtrační Whatman #1, 86 g/m², 100 % bavlna, Whatman
- Papír s obsahem dřevoviny, 66 g/m², materiálůvá sbírka Národního archivu
- *Penicillium chrysogenum*, sbírka Národního archivu
- Toluén, p. a., Lachema
- Voda demineralizovaná, vodivost 1–10 $\mu\text{S/cm}$, pH = 6,5

Použité přístroje

- Klimatizační komora PR-2KP, Espec corp., Japonsko
- Klimatizační komora LHL-114, Espec corp., Japonsko
- Leukometr, Carl Zeiss, Jena, NDR
- pH metr PerpHecT Log R meter, model 310, ATI, Orion, U.S.A.
- Elektroda SenTixMic, WTW, Německo
- Přístroj na měření odolnosti v přehýbání podle Schoppera, VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig
- Přístroj na měření tahových vlastností, Alvetron TH1, Lorentzen & Wettre
- Spektrofotometr Konica-Minolta CM-2600d, Konica-Minolta, Japonsko

Výsledky

Tržné zatížení

Poměr mezi tržným zatížením vzorků WE a čistých vzorků byl před stárnutím přibližně 1,3 v podélném a 1,4 v příčném směru, což odpovídá výsledkům získaným pro ostatní testovaná lepidla (Planatol Elasta, Akrylep 545x2, Duvilax BD 20). To je možné vysvětlit příspěvkem relativně homogenní vrstvy lepidla k celkové pevnosti materiálu.

Během obou typů umělého stárnutí došlo pouze k minimálním změnám tohoto poměru, tržné zatížení u WE vzorků však bylo vždy vyšší, než u vzorků čistého papíru. Změny tržného zatížení po stárnutí nepřesáhly 10 % hodnot nestárnutých vzorků. Výsledky jsou shrnuty v Příloze (Obr. 1, 2 a Tab. 1).

Tažnost

Poměr mezi tažnostmi vzorků WE a čistých vzorků byl před stárnutím přibližně 1,7 v podélném a 1,6 v příčném směru. Jedná se, podobně jako v předchozím případě, o důsledek příspěvku tažnosti souvislého filmu k celkové tažnosti materiálu.

Během obou typů umělého stárnutí došlo k mírnému poklesu tohoto poměru, tažnost WE vzorků však zůstala vždy vyšší, než u vzorků čistého papíru. Výsledky jsou shrnuty v Příloze (Obr. 3, 4 a Tab. 2).

Odolnost v přehýbání

Odolnost vzorků v přehýbání se po nanesení adheziva zvýšila přibližně na šestinásobek. To může hrát pozitivní roli například při použití kartonů kaširovaných pomocí tohoto lepidla pro výrobu skládaných krabic. Srovnatelný efekt byl zaznamenán pouze u vzorků s vrstvou lepidla Akrylep 545x2.

Průměrný počet naměřených dvojohybů sice poněkud klesá po obou typech umělého stárnutí, především však v průběhu stárnutí ve vlhké atmosféře, nejedná se však o změny statisticky významné. Výsledky jsou shrnuty v Příloze (Obr. 5, 6 a Tab. 3).

Hodnota pH studených výluhů

Změny hodnot pH studených výluhů vzorků v důsledku nanesení adheziva nejsou významné, a to ani po umělém stárnutí. Pohybují se v akceptovatelném intervalu 6,33–6,70. Vliv přídavku uhličitanu vápenatého uváděného výrobcem nebyl zaznamenán. Výsledky jsou shrnuty v Tabulce 4 v Příloze.

Celková barevná změna

Bezprostředně po aplikaci adheziva byl zaznamenán pouze nepatrný posun barevnosti vzhledem k čistému papíru Whatman 1 ($\Delta E^* = 1,37$). Významné rozdíly mezi čistým papírem a vzorky WE nebyly zaznamenány ani po umělém stárnutí v suché atmosféře. Naproti tomu po stárnutí ve vlhké atmosféře došlo k výraznějšímu ztmavnutí a zežloutnutí těch vzorků, na které byla nanášena vrstva lepidla. Rozdíl mezi oběma typy vzorků byl v tomto případě charakterizován hodnotou $\Delta E^* = 4,54$, rozdíl mezi vzorky WE před vlhkým stárnutím a po něm potom hodnotou $\Delta E^* = 5,79$. Tyto změny je sice možné snadno postřehnout pouhým okem, jsou však menší, než u ostatních testovaných lepidel. To, že k největším změnám došlo při stárnutí ve vlhké atmosféře je v souladu se známou náchylností vinylacetátových polymerů a kopolymerů k hydrolytické degradaci. Podrobné výsledky jsou shrnuty v Tabulce 5 v Příloze.

Opacita

Opacita vzorků se, na rozdíl od ostatních testovaných adheziv, po aplikaci lepidla mírně snížila, zřejmě v důsledku částečného vyplnění pórů papíru. V průběhu stárnutí v suché atmosféře došlo u obou typů vzorků pouze k minimálním změnám, při stárnutí ve vlhké atmosféře však došlo ke zvýšení opacity, a to především u vzorků WE. Tyto změny zřejmě souvisí s nabotáním a zvýšením porozity vzorků. Výsledky jsou shrnuty v Tabulce 6 v Příloze.

Mikrobiologická odolnost

Rychlost růstu plísně na vzorcích WE a na vzorcích čistého papíru Whatman 1 byla srovnatelná, není tedy pravděpodobné, že by aplikace lepidla Evacon-RTM riziko mikrobiologického napadení papíru zvyšovala.

Rozpustnost lepidla

Rozpustnost lepidla ve vodě je v souladu s prohlášením výrobce dobrá, v organických rozpouštědlech (ethanol, aceton, toluen) velmi malá. Podrobnější výsledky jsou shrnuty v Tabulce 7 v Příloze.

Možnost rozebrání lepeného spoje

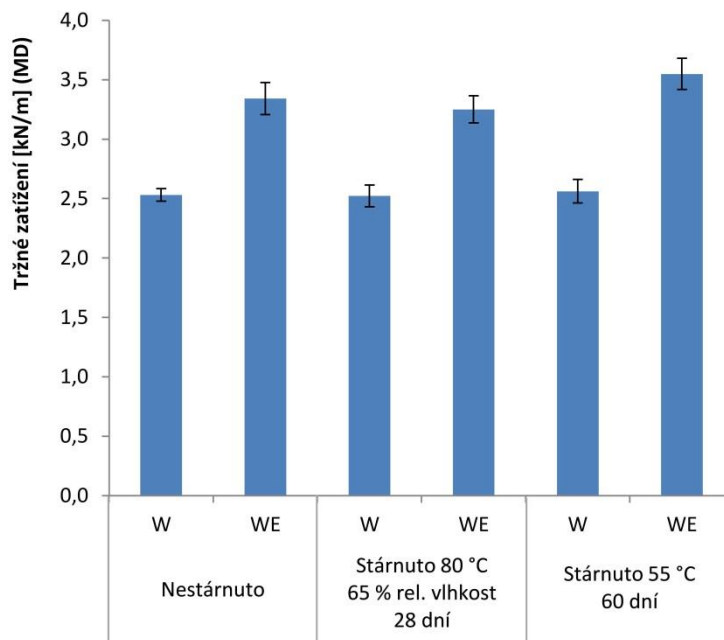
Možnost rozebrání lepeného spoje má význam spíše při knihařských pracích a mytí pracovních pomůcek, než při kaširování materiálů a výrobě ochranných obalů. V těchto případech může být dokonce nežádoucí, protože může vést ke ztrátě pevnosti obalu, a ke kontaminaci uložených dokumentů v případě zasažení obalu vodou.

Reverzibilita spojů je po navlhčení vodou dobrá, přestože lepidlo samotné je obtížné z pórů papíru odstranit bezzbytku. O něco obtížnější je rozebrání spoje po stárnutí v suché a zejména pak ve vlhké atmosféře, nicméně ani v těchto případech nepředstavuje vážný problém. Naproti tomu aplikace organických rozpouštědel (ethanol, aceton, toluen) nemá na pevnost spoje prakticky žádný vliv. Výsledky jsou shrnuty v Tabulce 8 v Příloze.

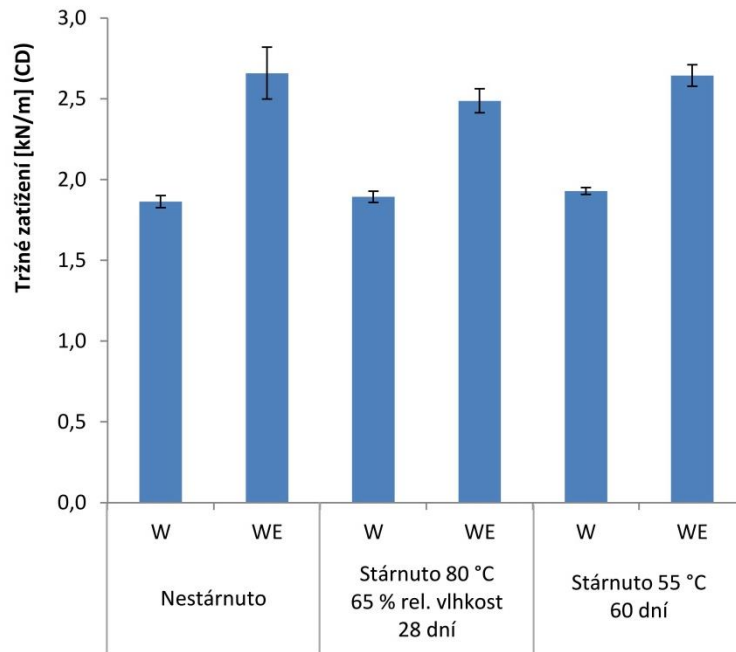
Závěr

Je možné konstatovat, že během testování lepidla Evacon-R™ nebyly zjištěny žádné vlastnosti, které by z hlediska konzervace bránily jeho používání pro kaširování materiálů určených pro výrobu ochranných obalů archiválií a běžné kartonážní práce. Přestože v průběhu umělého stárnutí, a to především stárnutí ve vlhké atmosféře, podléhá měřitelným degradačním změnám, tyto změny nejsou z praktického hlediska považovány za významné a jsou menší nebo srovnatelné se změnami pozorovanými u ostatních testovaných lepidel. Teoretickou výhodou je rozpustnost filmů ve vodě, a s tím související snadná reverzibilita lepených spojů.

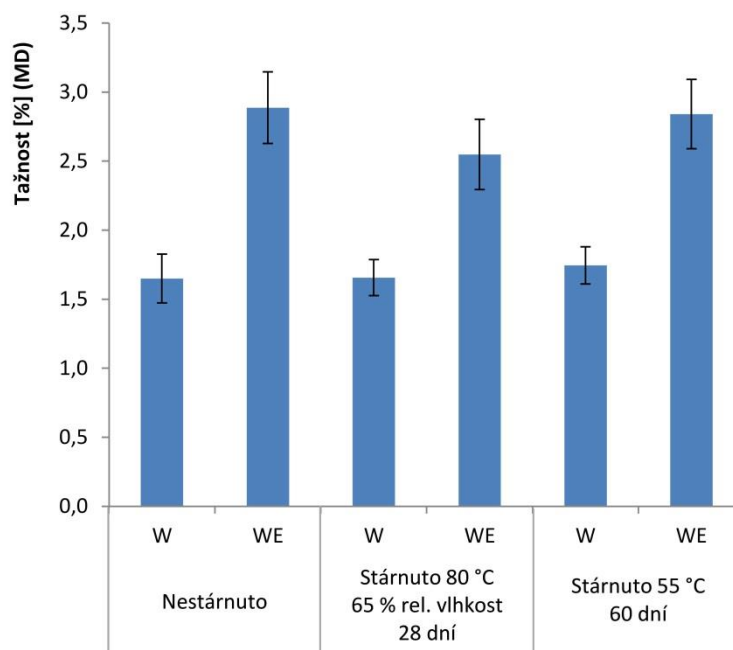
Přílohy



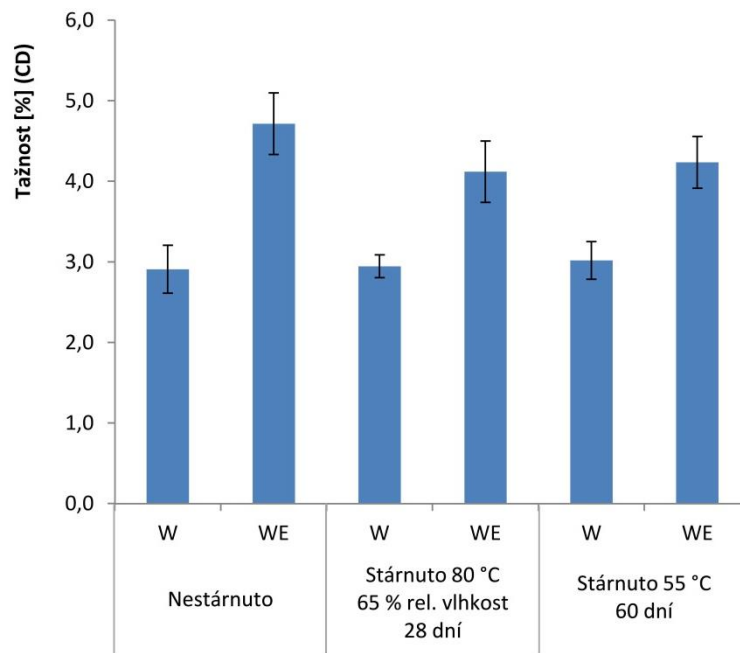
Obr. 1 Tržné zatížení vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 (W) a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-R™ (WE) v podélném směru výroby papíru (MD).



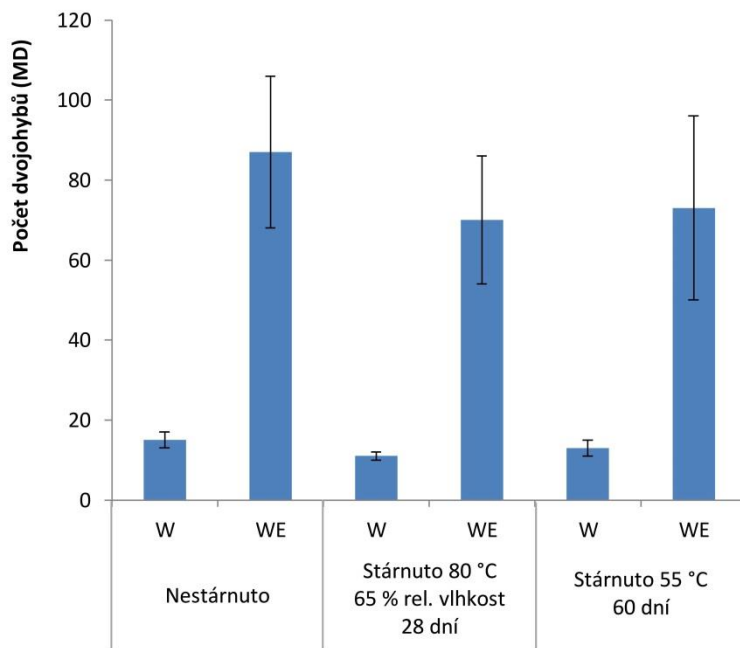
Obr. 2 Tržné zatížení vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 (W) a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-R™ (WE) v příčném směru výroby papíru (CD).



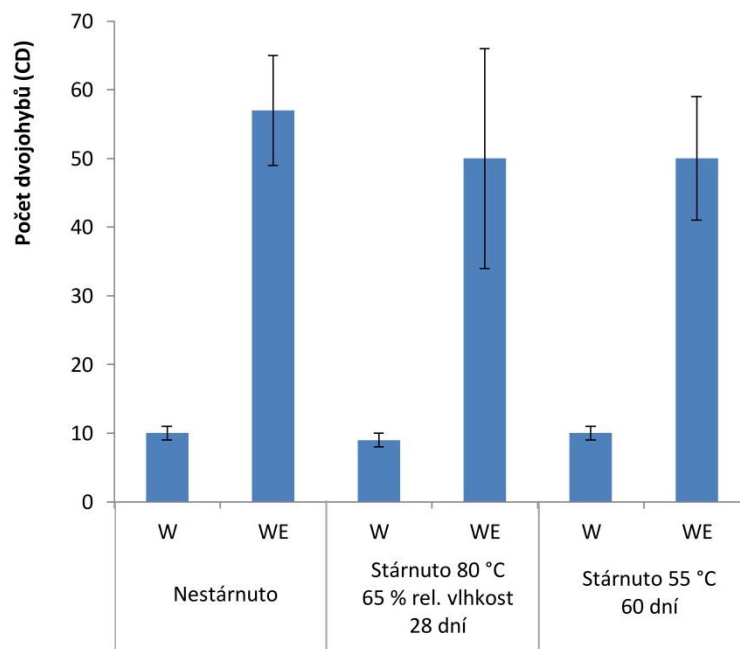
Obr. 3 Tažnost vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 (W) a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-R™ (WE) v podélném směru výroby papíru (MD).



Obr. 4 Tažnost vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 (W) a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-R™ (WE) v příčném směru výroby papíru (CD).



Obr. 5 Odolnost vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 (W) a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-R™ (WE) v přehýbání. Měřeno v podélném směru výroby papíru (MD).



Obr. 6 Odolnost vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 (W) a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-R™ (WE) v přehýbání. Měřeno v příčném směru výroby papíru (CD).

Tabulka 1 Tržné zatížení vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-RTM. SD = výběrová směrodatná odchylka.

Vzorek	Měření	Tržné zatížení [kN/m]					
		Nestárnuto		Stárnuto 80 °C 65 % rel. vlhkost 28 dní		Stárnuto 55 °C 60 dní	
		<i>MD</i>	<i>CD</i>	<i>MD</i>	<i>CD</i>	<i>MD</i>	<i>CD</i>
W (Whatman 1)	Průměr	2,531	1,864	2,523	1,894	2,562	1,930
	SD	0,052	0,037	0,091	0,035	0,100	0,021
WE (Whatman 1 + Evacon - R)	Průměr	3,342	2,659	3,251	2,488	3,549	2,645
	SD	0,135	0,161	0,115	0,074	0,132	0,067

Tabulka 2 Tažnost vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-RTM. SD = výběrová směrodatná odchylka.

Vzorek	Měření	Tažnost [%]					
		Nestárnuto		Stárnuto 80 °C 65 % rel. vlhkost 28 dní		Stárnuto 55 °C 60 dní	
		<i>MD</i>	<i>CD</i>	<i>MD</i>	<i>CD</i>	<i>MD</i>	<i>CD</i>
W (Whatman 1)	Průměr	1,65	2,91	1,66	2,95	1,75	3,02
	SD	0,18	0,30	0,13	0,14	0,13	0,23
WE (Whatman 1 + Evacon - R)	Průměr	2,89	4,72	2,55	4,12	2,84	4,24
	SD	0,26	0,38	0,25	0,38	0,25	0,32

Tabulka 3 Odolnost v přehýbání vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-RTM. SD = výběrová směrodatná odchylka.

Vzorek	Měření	Nestárnuto		Stárnuto 80 °C 65 % rel. vlhkost 28 dní		Stárnuto 55 °C 60 dní	
		<i>MD</i>	<i>CD</i>	<i>MD</i>	<i>CD</i>	<i>MD</i>	<i>CD</i>
W (Whatman 1)	Průměr	15	10	11	9	13	10
	SD	2	1	1	1	2	1
WE (Whatman 1 + Evacon - R)	Průměr	87	57	70	50	73	50
	SD	19	8	16	16	23	9

Tabulka 4 Hodnoty pH vzorků čistého filtračního papíru Whatman 1 a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-RTM.

Vzorek	Hodnoty pH								
	Nestárnuto			Stárnuto 80 °C, 65 % rel. vlhkost, 28 dní			Stárnuto 55 °C, 60 dní		
	1	2	Průměr	1	2	Průměr	1	2	Průměr
W (Whatman 1)	6,31	6,54	6,43	6,30	6,07	6,19	6,54	6,68	6,61
WE (Whatman 1 + Evacon - R)	6,21	6,44	6,33	6,34	6,59	6,47	6,72	6,68	6,70

Tabulka 5 Rozdíl barevnosti mezi vzorky čistého filtračního papíru Whatman 1 a téhož papíru s naneseným lepidlem Evacon-RTM před stárnutím a po stárnutí. SD = výběrová směrodatná odchylka.

Vzorek		Měření	L*	a*	b*	$\Delta E^*(WE - W)$ u vzorků WE $\Delta E^*(stár. - nestár.)$ u vzorků W
W (Whatman 1)	Nestárnuto	Průměr	97,71	0,19	2,38	---
		SD	0,04	0,02	0,12	---
WE (Whatman 1 + Evacon - R)		Průměr	96,41	-0,03	2,74	1,37
		SD	0,13	0,03	0,10	0,14
W (Whatman 1)	Stárnuto 80 °C 65 % rel. Vlhkost 28 dní	Průměr	95,83	0,62	3,79	2,39
		SD	0,04	0,02	0,07	0,20
WE (Whatman 1 + Evacon - R)		Průměr	93,07	0,81	7,39	4,54
		SD	0,18	0,09	0,54	0,44
W (Whatman 1)	Stárnuto 55 °C 60 dní	Průměr	97,60	0,18	2,71	0,35
		SD	0,01	0,01	0,03	0,93
WE (Whatman 1 + Evacon - R)		Průměr	96,17	-0,07	3,68	1,75
		SD	0,10	0,03	0,09	0,10

