

Einfluss klebstoffspezifischer Eigenspannungs- und
Schädigungszustände auf das Festigkeits- und
Beständigkeitsverhalten von Metallklebverbindungen

Christian Schäfers

Einfluss klebstoffspezifischer Eigenspannungs- und Schädigungszustände auf
das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten von Metallklebverbindungen

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)
der Fakultät für Maschinenbau
der Universität Paderborn

genehmigte
DISSERTATION

von

Dipl.-Ing. Christian Schäfers
aus Riesenbeck

Tag des Kolloquiums: 05.03.2004

Referent: Prof. Dr.-Ing. Ortwin Hahn

Korreferenten: Prof. Dr.-Ing. Gerhard Kötting

Prof. Dr.-Ing. Michael Schlimmer

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Assistent im Labor für Werkstofftechnik der Fachhochschule Münster in Kooperation mit dem Laboratorium für Werkstoff- und Fügetechnik der Universität Paderborn von 1998 bis 2003.

Meinem akademischen Lehrer, Herrn Prof. Dr.-Ing. Gerhard Kötting, danke ich herzlich für die Betreuung der Arbeit, die Anregungen und Diskussionen, sowie die stete Unterstützung.

Dem Leiter des Laboratorium für Werkstoff- und Fügetechnik, Herrn Prof. Dr.-Ing. Ortwin Hahn, danke ich für die Betreuung und die großzügige Förderung der Arbeit.

Den Mitarbeitern des Labors für Werkstofftechnik, insbesondere den Herren Dipl.-Ing. Jan Erik Schifter, Dipl.-Ing. Markus Pellmann und Frau Dipl.-Ing. Cordula Fuest, den Herren Frank Westhues und Sebastian Lodde sowie allen Studenten, die als Studentische Hilfskräfte oder im Rahmen von Diplomarbeiten zum Fortgang der Arbeit beigetragen haben, gilt mein Dank für die gute Zusammenarbeit und die fruchtbaren fachlichen Diskussionen.

Mein Dank gilt auch den Mitarbeitern der Mechanischen Werkstatt der Fachhochschule Münster, insbesondere den Herren Jürgen Walke, Thomas Gehltomholt, Markus Thies, Dirk Schildwächter, Stefan Becker und Albert Stegemann, für die fachmännische Unterstützung bei der Erstellung der Vorrichtungen und Probenkörper, Herrn Dipl.-Ing. Holger Uphoff vom Labor für Werkstoffanalytik der Fachhochschule Münster für die freundliche Unterstützung bei der Rasterelektronenmikroskopie sowie den Mitarbeitern des Laboratoriums für Werkstoff- und Fügetechnik der Universität Paderborn.

Es haben keine Vorveröffentlichungen zum Thema der Promotion stattgefunden.

1	Formelzeichen und Abkürzungen	1
1.1	Formelzeichen	1
1.2	Abkürzungen	2
2	Einleitung	3
3	Stand der Erkenntnisse	5
3.1	Haftmechanismen zwischen Klebstoff und Fügeteiloberfläche	5
3.2	Schädigungsmechanismen	6
3.2.1	Feuchteaufnahme	7
3.2.2	Metallkorrosion	8
3.2.3	Korrosion infolge alkalischer Klebstoff-Wasser-Reaktionen	8
3.2.4	Temperaturbeanspruchung	9
3.2.5	Versagen infolge Lastspannungen	9
3.3	Innere Spannungen	10
3.3.1	Ermittlung von inneren Spannungen	11
3.3.2	Härtungseigen- und Thermospannungen in Klebverbindungen	12
4	Zielsetzung	16
5	Versuchswerkstoffe	18
5.1	Klebstoffe	18
5.2	Fügeteilwerkstoffe	20
5.3	Oberflächenvorbehandlung und Korrosionsschutz	21
5.3.1	Baustahl S235	21
5.3.2	Stahllegierungen (DC01 und H1000)	22
5.3.3	Aluminiumlegierungen	22
5.3.4	Magnesiumlegierungen	23
6	Mikroskopische Untersuchungen der Klebschichtstruktur	24
7	Mechanische Eigenschaften	26
7.1	Zugversuch an Schulterproben aus der Klebstoffsubstanz	26
7.1.1	Versuchsdurchführung	26
7.1.2	Versuchsergebnisse	27
7.2	Zugversuch an Stumpfklebverbindungen	29
7.2.1	Versuchsdurchführung	29
7.2.2	Versuchsergebnisse	31

7.3	Zugversuch an einschnittig überlappten 'dicken' Zugscherproben	41
7.3.1	Versuchsdurchführung	41
7.3.2	Versuchsergebnisse	43
7.4	Zusammenhang zwischen E, E _{kc} , G	46
8	Ermittlung der thermischen Längenausdehnungskoeffizienten	49
8.1	Thermomechanische Analyse (TMA)	49
8.2	Lasermessung an stabförmigen Proben	52
9	Expansions- und Kontraktionsverhalten / Spannungsaufbau in Klebschichten während der Härtung	56
9.1	Versuchseinrichtung zur Ermittlung des Expansions- und Kontraktionsverhaltens von Klebverbindungen in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung	57
9.1.1	Anforderungen und konstruktive Umsetzung	57
9.1.2	Probenformen und –abmessungen	61
9.1.3	Messgenauigkeit der Vorrichtung	62
9.1.4	Temperaturverlauf in der Klebfuge	63
9.1.5	Darstellung und Vergleich der Messergebnisse	64
9.1.6	Vergleich der Ergebnisse Rundprobe - Rechteckprobe	74
9.2	Versuchseinrichtung zur Ermittlung des Spannungsaufbaus in Klebverbindungen während der Härtung	75
9.2.1	Anforderungen und konstruktive Umsetzung	75
9.2.2	Probenformen und –abmessungen	81
9.2.3	Messgenauigkeit der Vorrichtung	81
9.2.4	Temperaturverlauf in der Klebfuge	81
9.2.5	Darstellung und Vergleich der Messergebnisse	83
10	Ermittlung innerer Spannungen in Klebschichten nach der Härtung	89
10.1	Berechnung der Spannungen	92
10.1.1	Hauptnormalspannungen	92
10.1.2	Achsenspannungen	95
10.1.3	Vergleichsspannung	96
10.2	Darstellung und Vergleich der Ergebnisse	96
10.2.1	Spannungsverlauf in der Klebfuge 25x3x5mm	97
10.2.2	Relaxation in der Klebfuge 25x3x5mm	99
10.2.3	Spannungen in Klebfugen mit freier Kontraktionsmöglichkeit in Klebschichtdickenrichtung	100

11	Dichtebestimmung an Klebstoffsubstanzen und Klebschichten	102
12	Bestimmung der Feuchteaufnahme von Klebstoffen und Klebschichten	108
12.1	Feuchtigkeitsaufnahme der Klebstoffsubstanzen	110
12.2	Einfluss der Klebschichtdicke und der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung auf die Feuchtigkeitsaufnahme	112
13	Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten	115
13.1	Prüfbedingungen	115
13.2	Einschnittig überlappte 'dünne' Zugscherproben gemäß DIN EN 1465	116
13.2.1	Probenherstellung und Herstellung	116
13.2.2	Festigkeitsverhalten ohne Korrosionseinfluss	120
13.2.2.1	Einfluss der Klebschichtdicke	124
13.2.3	Einfluss der klimatisch-korrosiven Beanspruchung	125
13.3	Untersuchungen bei schwingender Beanspruchung	131
13.4	Modifizierter Keiltest	137
14	Zusammenfassung	142
15	Literatur	148
16	Anhang	159

1 Formelzeichen und Abkürzungen

1.1 Formelzeichen

a) lateinisch

a	mm	Rissfortschritt unter Bewitterung
a_0	mm	freie Biegelänge (Abstand Keil – Klebschicht)
A_0	Nmm	Biegeenergie der Fügeteile
A_{Bruch}	Nm	Arbeitsaufnahmevermögen bis zum Bruch
A_B	mm^2	Oberfläche der Referenzbleche
A_P	mm^2	Äußere Fügeteiloberfläche der Klebungen
d_k	mm	Klebschichtdicke
Δd_{chem}	%	Chemische Kontraktion der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
Δd_{exp}	%	Expansion der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
Δd_{kontr}	%	gesamte Kontraktion der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
Δd_{phys}	%	Physikalische Kontraktionsspannung der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
$\Delta \sigma_{\text{chem}}$	MPa	Chemische Kontraktionsspannung der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
$\Delta \sigma_{\text{exp}}$	MPa	Expansionsspannung der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
$\Delta \sigma_{\text{kontr}}$	MPa	gesamte Kontraktionsspannung der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
$\Delta \sigma_{\text{phys}}$	MPa	Physikalische Kontraktion der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung
E	MPa	einachsiger Klebstoffelastizitätsmodul
E_{KC}	MPa	querkontraktionsbehinderter Klebstoffelastizitätsmodul (Kompressionselastizitätsmodul)
E_V	MPa	Vergleichselastizitätsmodul
F_a	N	Ausschlagkraft
F_m	N	mittlere Kraft
F_o	N	obere Kraft
F_u	N	untere Kraft
ΔG_K	g	Gewichtszunahme der Klebschichten
ΔG_P	g	Gewichtszunahme der gesamten Probe
ΔG_B	g	Gewichtszunahme der Referenzbleche infolge Feuchteanlagerung

h	mm	Keilhöhe
l_k	mm	Klebschichtlänge
ΔL	mm	Probenverlängerung
n	-	Mengenangabe (z.B. Probenanzahl)
r.F.	%	relative Feuchte
T_g	°C	Glasübergangstemperatur
V_k	mm ³	Volumen der Klebschichten

b) griechisch

α	1/K	Thermischer Längenausdehnungskoeffizient der Klebstoffsubstanz
α_d	1/K	Thermischer Längenausdehnungskoeffizient der Klebschicht
ε_a	µm/m	Dehnung zur Winkelrichtung 0° (0°/45°/90°-DMS-Rosette)
ε_b	µm/m	Dehnung zur Winkelrichtung 45° (0°/45°/90°-DMS-Rosette)
ε_c	µm/m	Dehnung zur Winkelrichtung 90° (0°/45°/90°-DMS-Rosette)
σ_1, σ_2	MPa	Hauptnormalspannungen
σ_F	MPa	mittlere Fügeteilspannung
σ_x, σ_y	MPa	Achsenspannungen
$\sigma_{y,max}$	MPa	max. Klebschichtspannung senkrecht zur Klebfuge
τ	MPa	(mittlere) Nennschubspannung
τ_{max}	MPa	maximale Schubspannung
ν	-	Querkontraktionszahl

1.2 Abkürzungen

beh	Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung
unbeh	keine Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung
AFW	Anfangswert
KKT	Klima-Korrosions-Test
RT	Raumtemperatur
SST	Salzsprühtest
SWT	Schwitzwassertest
VFB	Verschärzte Freibewitterung

2 Einleitung

Kleben ist in vielen Bereichen des Maschinen-, Geräte- und Apparatebaus eine eingeführte und bewährte Fügetechnik, vor allem dann, wenn die Ziele Leichtbau, Werkstoffhybridbauweise oder das Verbinden beschichteter Materialien sind.

Einschränkungen und Unsicherheiten in der Anwendung der Klebtechnik ergeben sich jedoch aus der Tatsache, dass die Festigkeit von Klebverbindungen im Laufe der Zeit unter Einwirkung mechanischer und klimatisch-korrosiver Beanspruchung abnehmen kann. Bekannte und in zahlreichen Veröffentlichungen behandelte Schädigungsmechanismen sind Feuchte und salzhaltige Medien, die zur korrosiven Unterwanderung einer Metallklebverbindung führen können.

Dagegen wurde dem Einfluss innerer Spannungen, die während der Härtung bzw. bei Temperatur- oder Temperaturwechselbelastung in der Klebfuge entstehen, d.h. den Faktoren Härtungseigen- und Thermospannungen und gegebenenfalls damit einhergehenden Schädigungen der Klebschichten, bislang nur wenig Aufmerksamkeit geschenkt.

Von zentraler Bedeutung ist dabei das Vernetzungsverhalten in der Klebfuge.

Das Abbinden von Klebstoffen ist grundsätzlich mit einer Volumenänderung verbunden. Bei der Vernetzung chemisch reagierender Klebstoffe kommt es bedingt durch das Aneinanderrücken der Klebstoffmoleküle während der Vernetzungsreaktion zu einer Volumenverringerung (chemische Kontraktion).

Gemäß dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten α bewirkt die Abkühlung von der Härtungstemperatur bei heißhärtenden Klebstoffen zudem ein deutliches Kontraktionsbestreben der Klebschicht (physikalische Kontraktion). Wegen der Schichthaftung zu den Fügeteilen ist diese Kontraktion jedoch grundsätzlich eingeschränkt und es kommt zur Ausbildung von inneren Spannungen (Härtungseigen- und Thermospannungen), siehe schematische Darstellung in **Bild 2.1**.

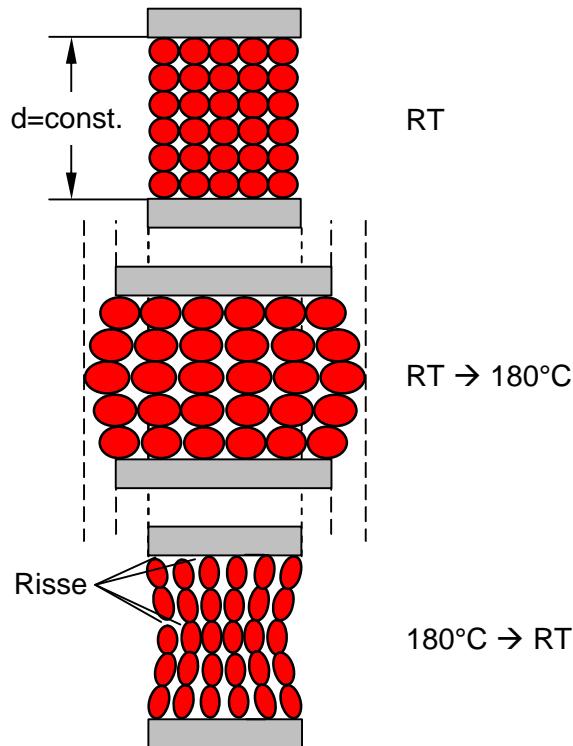


Bild 2.1: Entstehung von inneren Spannungen / Rissen bei der Klebstoffaushärtung - schematisch

Dabei ist der gegenüber dem Metall wesentlich höhere thermische Ausdehnungskoeffizient des Klebstoffs von maßgeblicher Bedeutung. Zum Vergleich:

$$\alpha_{\text{Stahl}} \approx 12 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$$

$$\alpha_{\text{Klebstoff}} \approx 100...300 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$$

Abhängig von Fügeteil und Klebstoff können die Auswirkungen der inneren Spannungen unterschiedlich sein:

- Bei biegeweichen Fügeteilen kann die Volumenänderung der Klebschicht zu Gestaltabweichungen im Bereich der Klebnähte führen, so genannten Klebnahmarkierungen, da die Fügeteile der Kontraktionsbewegung des Klebstoffes folgen können.
- Bei biegesteifen Fügeteilen ist dies nicht bzw. nur eingeschränkt möglich. Hier kann es zum Abbau der inneren Spannungen durch Relaxationsvorgängen oder Risse sowohl im Bereich der Adhäsionszone als auch der Kohäsionszone kommen.

Letztere Zusammenhänge, insbesondere deren Einfluss auf das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten, sind bisher noch nicht Gegenstand systematischer Untersuchungen gewesen.

3 Stand der Erkenntnisse

Die Klebtechnik ist eines der ältesten Fügeverfahren überhaupt und in vielen industriellen Anwendungsbereichen fest etabliert [1-10]. Sie bietet dabei eine Vielzahl von Vorteilen gegenüber anderen Fügetechniken:

- Die flächige Verbindungsform gewährt im Vergleich zu Schraub-, Niet- oder Schweißverbindungen einen relativ gleichmäßigen Kraftfluss und damit gerade bei dünnen Wandstärken ein hervorragendes Tragverhalten bei dynamischer Belastung.
- Die Klebschicht wirkt der Spaltkorrosion entgegen.
- Die Herstellung einer Klebverbindung erfolgt ohne wesentliche Beeinflussung von Form und Materialeigenschaften der zu fügenden Bauteile, da diese weder durchbohrt noch aufgeschmolzen werden müssen. Veredelte Werkstoffe können daher ohne Beeinträchtigung der metallischen oder organischen Beschichtung stoffschlüssig gefügt werden.
- Die Herstellung von Klebverbindungen kann problemlos in automatisierte Fertigungssysteme integriert werden.
- Kleben kann vorteilhaft mit Punktschweißen, Durchsetzfügen, Schrauben oder Nieten kombiniert werden.

Zu beachten ist jedoch, dass die Festigkeit einer Klebverbindung unter mechanischer und klimatisch-korrosiver Beanspruchung abnehmen kann, wobei die diesbezüglich beim Kleben auftretenden physikalischen und chemischen Reaktionen und Wechselwirkungen bislang nicht zusammenhängend geklärt sind [67].

3.1 Haftungsmechanismen zwischen Klebstoff und Fügeteiloberfläche

Das Phänomen der Adhäsion ist aufgrund seiner Komplexität nicht vollständig und einheitlich beschrieben, man kann jedoch grundsätzlich zwischen verschiedenen Bindemechanismen unterscheiden [31]:

- Adhäsion mechanischer Verzahnung in mikroskopischen und makroskopischen Dimensionen
 - Adhäsion aufgrund elektrostatischer Anziehungskräfte
 - Adhäsion aufgrund chemischer Bindungskräfte
- } Haupt- und Nebenvalenzbindungen

Es ist davon auszugehen, dass die angeführten Mechanismen in einer realen Klebung überlagert oder auch in Zwischenformen existieren. Dabei hängt es von der Art des Klebstoffs und der Substratoberfläche ab, welche Mechanismen überwiegen. So geht man allgemein davon aus, dass in Kunststoffklebungen elektrostatische Kräfte vorrangig wirken. Dagegen wird bei Metallklebungen die Bedeutung chemischer Bindemechanismen hervorgehoben [31].

Durch chemische und elektrochemische Behandlung der Klebfläche, beispielsweise durch Konversionsbehandlungen wie Phosphatieren und Chromatieren, kann durch die damit erzeugte feinstrukturierte Oberfläche die Haftung erhöht werden. Die Mikrorauigkeit bewirkt dabei zum einen eine Vergrößerung der wirksamen Adhäsionsfläche und zum anderen die Möglichkeit mikromechanischer Verzahnung der Klebstoffmoleküle in den Poren der Fügeteiloberfläche.

3.2 Schädigungsmechanismen

Von der Vielzahl der auf eine Klebverbindung wirkenden Schädigungsmechanismen ist insbesondere der Einfluss von Feuchte und salzhaltigen Medien Gegenstand zahlreicher Veröffentlichungen [11-35].

Wenngleich das Verständnis um weitere Degradationsmechanismen wie innere Spannungen, bzw. der Überlagerung von inneren Spannungen, Lastspannungen, atmosphärischen Einflüssen und Temperaturwechsel z.T. noch Lücken aufweist, kann zwischen verschiedenen Ursachen und Mechanismen differenziert werden, siehe **Bild 3.2.1**.

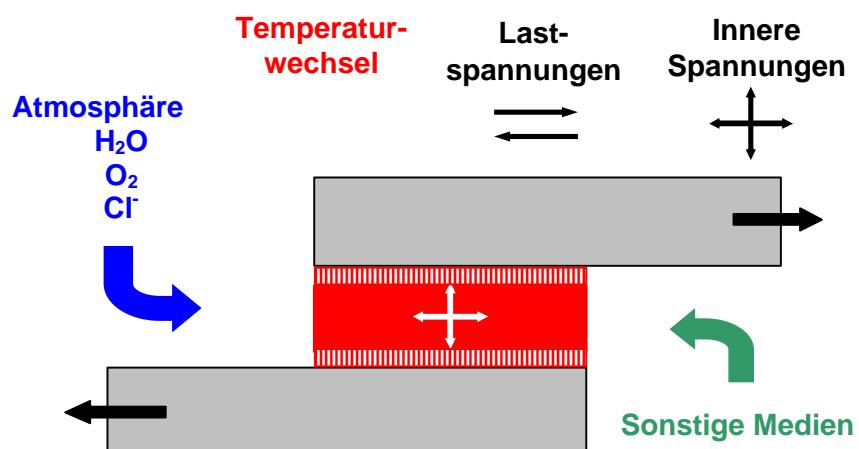


Bild 3.2.1: Beanspruchung einer Klebverbindung durch atmosphärische Einflüsse, Last- und innere Spannungen

3.2.1 Feuchteaufnahme

Feuchtigkeit ist eine wesentliche Ursache für die Schädigung von Klebverbindungen [20-30].

Die Klebstoffe, die üblicherweise für das Metallkleben eingesetzt werden, sind organische Kunststoffe und nicht diffusionsdicht gegenüber gasförmigen Medien, vor allem Wasserdampf. Dieser diffundiert über den Fugenrand in die Klebfuge ein, verändert je nach chemischer Zusammensetzung des Klebstoffs dessen Molekulargefüge und gegebenenfalls die mechanischen Eigenschaften der Klebschicht [28].

Dabei kann die Feuchteaufnahme der Klebschicht u.U. sogar positive Auswirkungen haben. Infolge der Weichmachung können z.B. Spannungsspitzen an den Überlappungsenden abgebaut werden.

Im Hinblick auf die Beständigkeit der Klebverbindung überwiegen jedoch die negativen Aspekte der mit der Feuchteaufnahme verbundenen Weichmachung [31]:

- Schwächung der Polymergerüste in den Grenzschichtzonen durch Hydratisierung und/oder Hydrolyse sowie durch mikroskopische Quell- und Kapillardrücke
- Schwächung/Aufhebung der Adhäsion durch Konkurrenzreaktionen des Wassers mit den spezifischen Substrat-Klebschichtbindungen (Nebenvalenz-, Elektronenpaar-, polare salzartige, Komplexbindungen)
- Schwächung/Auflösung der Metalloxide

Dabei hat die Morphologie der Klebzone einen erheblichen Einfluss auf die vom Klebfugenrand ausgehende Feuchtedurchdringung. Untersuchungen von [24] haben gezeigt, dass das Sorptions- und Quellverhalten stark klebschichtdickenabhängig ist. Diffusionsgeschwindigkeit und spezifische Feuchteaufnahme steigen mit kleiner werdenden Klebschichtdicken überproportional an. Verantwortlich dafür ist bei chemisch abbindenden Klebstoffen der lamellare Aufbau der Polymerstruktur in der Grenzschicht. Die dazwischen liegenden Hohlräume bzw. Bereiche geringerer Dichte besitzen ein größeres Wasseraufnahmevermögen als die restliche Klebschicht, die sich in einiger Entfernung von der Substratoberfläche einstellt. Die Diffusionskoeffizienten der verschiedenartigen Schichten unterscheiden sich um den Faktor 3-5.

3.2.2 Metallkorrosion

Unter organischen Schichten können prinzipiell die gleichen Korrosionsprozesse ablaufen wie an der freien Metalloberfläche. Voraussetzung ist eine wässrige Phase an der Oberfläche, die eine elektrische Leitung zwischen kathodischen und anodischen Bereichen ermöglicht. Derartige Zonen bilden sich bevorzugt an Fehlstellen aus, durch die die erforderliche Potentialdifferenz infolge unterschiedlicher Sauerstoffkonzentration geschaffen wird. Fehlstellen in diesem Sinne sind bei Metallklebungen Schnittkanten oder die Überlappungsenden, da hier die Lokalelementbildung grundsätzlich begünstigt ist. Hinzu kommt, dass Schutzüberzüge, d.h. Lackierungen wie z.B. die Elektrotauchlackierung im Falle von Karosserieklebungen, in diesen Bereichen Poren enthalten können. Die so initiierte und vorwärtschreitende Metallkorrosion kann dann zu einer schnellen Zerstörung des geklebten Verbundes führen. Dies ist vor allem dann möglich, wenn die Verbindung gleichzeitig dem Angriff salzhaltiger Atmosphäre ausgesetzt ist, da die Salzionen als katalytisch wirkende Stoffe den Korrosionsprozess beschleunigen [31- 33].

Das Auftreten von Metallkorrosion hängt dabei sehr stark von der Korrosionsbeständigkeit und Oberflächenbeschaffenheit der Fügeteilwerkstoffe ab. So bieten beispielsweise verzinkte Stahlbleche (unter Berücksichtigung der Art der Verzinkung) gegenüber dem nicht veredelten Schwarzblech einen besseren Schutz vor der korrosiven Unterwanderung von Klebverbindungen.

3.2.3 Korrosion infolge alkalischer Klebstoff-Wasser-Reaktionen

Organische Schichten sind häufig in sauren wässrigen Medien besser beständig als in alkalischen. Die örtliche Alkalisierung kann Ursache für kathodische Blasenbildung, Enthaftung und anschließende Korrosion sein.

Ein alkalisches Milieu kann in Klebschichten dadurch entstehen, dass Bestandteile des Polymergerüstes oder im Netzwerk nicht fest eingebaute Stoffe (Härterreste, Zuschlagstoffe) mit Wasser unter gleichzeitiger Bildung von Hydroxylionen reagieren. Es liegt nahe, dass dadurch Korrosionsmechanismen in Klebungen z.B. mit verzinkten Stahlsorten oder Aluminium initiiert und beschleunigt werden können, da diese in alkalischen Medien korrodieren [31].

3.2.4 Temperaturbeanspruchung

Mit rein durch Temperatur bedingten Schädigungen ist bei den meisten heute angebotenen Konstruktionsklebstoffen erst bei Temperaturen oberhalb von etwa 120°C zu rechnen. Einer oxidativen Alterung wird in diesem Temperaturbereich keine signifikante Bedeutung beigemessen [92].

Temperaturwechsel hingegen können sich gravierend auswirken. Auf diesen Gesichtspunkt wird nachfolgend eingegangen, siehe **Kapitel 3.3.2**.

3.2.5 Versagen infolge Lastspannungen

Äußere Lasten führen in der Klebfuge zu Kriechvorgängen und nach dem Überschreiten materialspezifischer Grenzwerte zur Ausbildung von Mikrorissen. Die Diffusion von Umgebungsmedien wird dadurch erleichtert und die vorher diskutierten Versagensprozesse werden intensiviert [18, 31].

Zur Beurteilung des Versagens infolge Lastspannungen stehen für den Kurzzeitversuch unter quasistatischer oder dynamischer Beanspruchung eine Reihe von Prüfmethoden zur Verfügung [94].

Als ein geeignetes Prüfverfahren zur Beurteilung der Beständigkeit von Klebverbindungen unter ständiger Last hat sich der Keiltest erwiesen.

Genormte Prüfmethoden wie der 'Wedge Rupture Test' (ISO 10354) und der Keiltest (DIN 65448) basieren jedoch auf dem so genannten 'Boeing Wedge Test' zur Überwachung des Fertigungsschritts 'Oberflächenvorbehandlung der Fügeteile für das Kleben mit strukturellen Klebstoffen'. Diese Keiltests sind jedoch auf die Anforderungen und Randbedingungen in der Luftfahrt zugeschnitten und daher im Hinblick auf die Anwendung im Automobilbau nur eingeschränkt geeignet [84]. Auf die Anforderungen der im Automobilbau eingesetzten Klebverbindungen zugeschnitten ist der von [84] untersuchte modifizierte Keiltest, der auch für die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen angewendet wurde.

3.3 Innere Spannungen

Eigenspannungen im strengen Sinne sind Spannungen in einem abgeschlossenen stoffschlüssigen System, das keinerlei äußeren Einwirkungen ausgesetzt ist. Die mit den Eigenspannungen verbundenen Kräfte und Momente befinden sich im mechanischen Gleichgewicht [36].

Im VDI-Lexikon Werkstofftechnik [37] hingegen werden auch die durch äußere Temperatureinwirkung induzierten thermoelastischen Spannungen zu den Eigenspannungen gezählt.

Allgemein wird zwischen Eigenspannungen erster, zweiter und dritter Art unterschieden, je nach Größe der Bereiche, in denen die Spannungen nach Betrag und Richtung angenähert konstant bleiben:

- Eigenspannungen erster Art sind über große Werkstoffbereiche nahezu gleich, d.h. konstant in Größe und Richtung. Bei Eingriff in das Kräfte- und Momentengleichgewicht von Körpern, in denen Eigenspannungen erster Art vorliegen, treten immer makroskopische Maßänderungen auf.
- Eigenspannungen zweiter Art sind nur über kleine Werkstoffbereiche, z.B. Körner, nahezu homogen. Ein Eingriff in dieses Gleichgewicht kann makroskopische Maßänderungen auslösen.
- Eigenspannungen dritter Art sind über kleinste Werkstoffbereiche (mehrere Atomabstände) homogen. Bei Eingriff in dieses Gleichgewicht treten keine makroskopischen Maßänderungen auf.

Die Ausbildung von Eigenspannungen hängt entweder mit Vorgängen bei der Herstellung und Bearbeitung von Komponenten und Werkstoffen oder mit den thermischen bzw. mechanischen Belastungsabläufen im Betriebseinsatz zusammen.

Die Entstehung von Eigenspannungen folgt immer der gleichen Gesetzmäßigkeit:

Unterschiede im Bestreben von Teilchen oder Werkstoffzonen nach Volumenänderung, was jedoch bei stofflichem Zusammenhang zu einer gegenseitigen Verformungsbehinderung und damit zu Eigenspannungen führt.

Es können praktisch positive – gewollte – meist aber negative – z.B. rissauslösende – Auswirkungen damit verknüpft sein. Beispiele dafür sind:

- Räumlich ungleichmäßige Abkühlung von Gussstücken oder rasche Temperaturwechsel im Einsatz
- Ungleichmäßige Abkühlung zusammengesetzter Komponenten nach dem Schweißen
- Unterschiedliche Kaltverformung in Kern- und Randzonen von Werkstücken beim Walzen und Strangpressen sowie bei spanender Bearbeitung einschließlich Schleifen
- Oberflächenvergütung durch Kugelstrahlen, Walzen, Nitrieren, oder z.B. elektrolytische Metallabscheidung

Die technisch bedeutsamen, thermisch induzierten Eigenspannungen (thermoelastische Spannungen) treten in homogenen Körpern grundsätzlich auf, wenn wegen der begrenzten Wärmeleitfähigkeit der Werkstoffe größere Temperaturgradienten in Richtung des Wärmeflusses aufgebaut werden. Diese führen nach Maßgabe des Ausdehnungskoeffizienten zu unterschiedlichen thermischen Längenänderungen und damit zu Spannungen.

Bei der Herstellung wie auch bei betrieblicher Temperaturbeanspruchung treten derartige Spannungen in Verbundwerkstoffen oder in Werkstoff- bzw. Schichtverbunden um so stärker in Erscheinung, je größer der Unterschied in den Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Komponenten bzw. Schichten ist, z.B. im Schichtverbund einer Metallklebung.

3.3.1 Ermittlung von inneren Spannungen

Eine hinreichende rechnerische Bestimmung von Eigenspannungen ist bislang nur in wenigen Fällen durch entsprechende Modellierung der physikalischen Vorgänge bei der Entstehung möglich [37]. Man ist daher fast ausschließlich auf experimentelle Methoden angewiesen.

In der Literatur sind dazu eine Vielzahl von Methoden bekannt [36-60]. Sehr ausführlich wird in [38] auf die einzelnen Messverfahren eingegangen und die Anwendungsgebiete sowie die Grenzen der Methoden erläutert.

Innere Spannungen werden durchweg über die Ermittlung des eigenspannungserzeugenden Verformungszustandes nach Betrag und Richtung gemessen, aus dem unter Zuhilfenahme der elastischen Werkstoffkonstanten der Eigenspannungszustand berechnet wird.

Die mechanischen Verfahren sind meist zerstörender Art. So wird die Probe beispielsweise bei der Zerlegemethode schrittweise zerstört bzw. freigeschnitten und die dadurch hervorgerufene Verformungsänderung am Restbauteil gemessen. Daraus werden dann die ursprünglich vorhandenen und durch das Zerlegen ausgelösten Eigenspannungen berechnet.

Lediglich die Bohrloch- und Ringkernmethode gelten aufgrund des meist vernachlässigbar kleinen Eingriffes in das Werkstück als quasi-zerstörungsfrei.

Zum Messen der ausgelösten Dehnungen werden heute meist Dehnmessstreifen verwendet, wobei die Anordnung der einzelnen DMS, z.B. Rosettenform, dem Verfahren angepasst ist.

Zur generell zerstörungsfreien Gruppe der Messverfahren gehören die für die Werkstückoberfläche einsetzbare Röntgenmethode sowie das Ultraschallverfahren, welches sowohl für Messungen an der Oberfläche als auch für Volumenmessungen eingesetzt werden kann [36].

3.3.2 Härtungseigen- und Thermospannungen in Klebverbindungen

Im Schichtverbund einer Klebung entstehen während der Herstellung sowie im Bauteilbetrieb bei Temperatur- bzw. Temperaturwechselbeanspruchung innere Spannungen.

Als wesentliche Ursachen treten Klebstoffvolumenänderungen beim Abbinden der Klebschicht sowie der im Vergleich zu metallischen Werkstoffen deutlich höhere Ausdehnungskoeffizient in Erscheinung [61-65, 80]. **Bild 3.3.2.1** fasst Ursachen für Klebschichtvolumenänderungen zusammen.

Klebschicht - Volumenänderungen	Folgen
<u>Während der Herstellung</u> infolge <ul style="list-style-type: none"> - chemischer Vernetzung - Abgabe von Spaltprodukten oder leichtflüchtigen Rezepturbestandteilen - treibmittelinduzierter Expansion 	→ Härtungseigenspannungen → strukturelle Schädigungen
Thermische Kontraktion beim Abkühlen von heißhärtenden oder von Schmelzklebstoffen (Schrumpfen) nach Maßgabe des Temperaturdehnungskoeffizienten α	→ Thermospannungen → strukturelle Schädigungen
<u>Während des Bauteilbetriebs</u> Kontraktion bzw. Expansion nach Maßgabe des Temperaturdehnungskoeffizienten α bei Temperatur- bzw. Temperaturwechselbeanspruchung	→ Thermospannungen → strukturelle Schädigungen

Bild 3.3.2.1: Ursachen für Klebschicht-Volumenänderungen und deren Folgen

Bei einkomponentigen heißhärtenden Strukturklebstoffen, die beispielsweise für Strukturauteile im Karosseriebau im wesentlichen eingesetzt werden, bewirken die chemische Vernetzung und die Abkühlung von der Härtungstemperatur (ca. 180°C) ein deutliches Kontraktionsbestreben der Klebschicht. Wegen der Schichthaftung zu den Fügeteilen ist diese Kontraktion jedoch grundsätzlich eingeschränkt bzw. behindert, siehe Skizze in **Bild 3.3.2.2**.

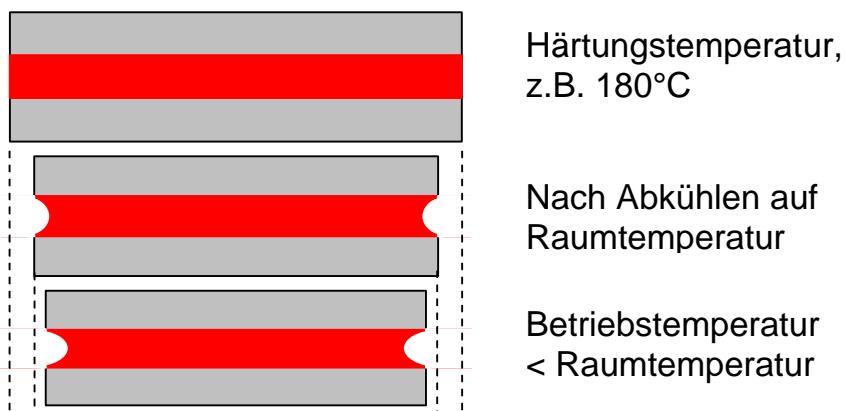


Bild 3.3.2.2: Aufbau von Klebschichtspannungen, schematisch

Auch Klebschichten aus 2-komponentigen Klebstoffen sind davon betroffen, vor allem wenn beispielsweise zur Verkürzung der Härtungszeit die Temperatur erhöht wird, in der Regel auf 60°C – 120°C.

Darüber hinaus wird das Entstehen von Eigenspannungen und damit einhergehenden Klebschichtschädigungen von konstruktiven wie auch fertigungstechnischen Randbedingungen geprägt, was aus verschiedenen Untersuchungen hervorgeht [11, 66-69]. Dabei wird schwerpunktmäßig der Einfluss von Aushärtebedingungen, Fügeteillagerung und –wandstärke auf das mechanische Verhalten der Klebschichten untersucht.

Ist etwa, wie in vielen Praxisfällen gegeben, die Klebschichtkontraktion senkrecht zu den Fügeflächen eingeschränkt oder nicht möglich (**Bild 3.3.2.3**), wird der innere Spannungszustand intensiviert, bzw. die Gefahr irreversibler struktureller Klebschichtschädigungen ist gegeben, siehe **Bild 3.3.2.4**.

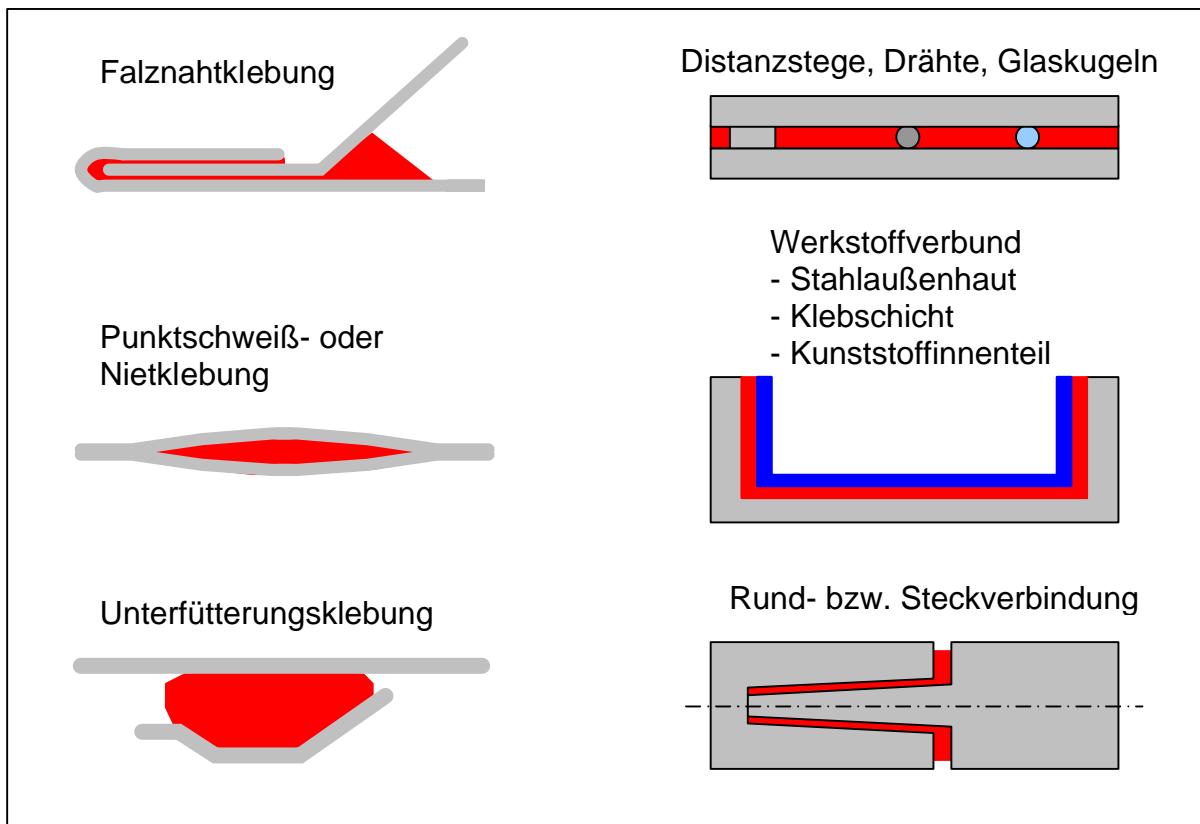


Bild 3.3.2.3: Schematische Darstellung der Ausführung von Klebverbindungen

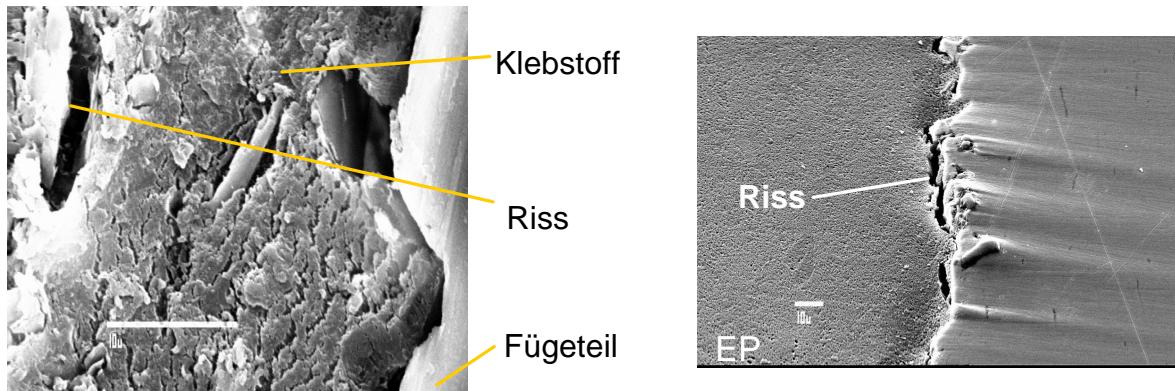


Bild 3.3.2.4: Rissbildung infolge Schrumpfungsbehinderung beim Härteten, Stahlklebungen (S235) mit Epoxidharzklebstoffen [95]

In verschiedenen Arbeiten ist versucht worden, innere Spannungen in Klebverbindungen experimentell und auch rechnerisch zu quantifizieren. In [58, 72, 75-78] wird dazu die Biegestreifenmethode herangezogen. Durch einseitiges Beschichten von ebenen streifenförmigen Substraten mit Klebstoffen entsteht nach dem Aushärten ein gekrümmter Verbund. Aus der Krümmung wird mit Hilfe entsprechender Berechnungsansätze auf die verursachenden Spannungen geschlossen. Wegen der einseitigen Beschichtung werden die Verhältnisse in Klebverbindungen nur eingeschränkt wiedergegeben. Mit Hilfe der in [70] durchgeführten FEM-Berechnungen an geklebten optischen Bauteilen konnten Hinweise und Folgerungen für die Gestaltung spannungsärmerer Konstruktionen gewonnen werden.

Die von [71] durchgeführten Modellrechnungen verdeutlichen den Aufbau und die Verteilung von Eigenspannungen physikalisch plausibel. Allerdings fehlt die experimentelle Vertiefung an realen Klebungen.

Eine zusammenfassende Bewertung mit Blick auf die eingangs formulierten Fragen ergibt:

- Eine experimentelle Methode zur Quantifizierung von Härtungseigenspannungen und Thermospannungen in Metallklebverbindungen ist nicht verfügbar.
- Der Zusammenhang zwischen herstellungsbedingtem inneren Spannungszustand, gegebenenfalls Schädigungszustand und dem daraus beeinflussten Langzeitverhalten ist unzureichend bekannt.

4 Zielsetzung

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung der Zusammenhänge zwischen dem klebstoffspezifischen Eigenspannungs- und Schädigungszustand sowie deren Einfluss auf das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten von Metallklebverbindungen.

Zur differenzierten Beurteilung erfolgen die Untersuchungen sowohl an Klebverbindungen mit als auch ohne Distanzierung der Fügeteile in Klebschichtdickenrichtung. Durch die Distanzierung soll die Kontraktion in Dickenrichtung behindert werden, um somit einen inneren Spannungszustand zu erzeugen wie er sich vergleichbar in vielen Anwendungsfällen ergibt, wenn beispielsweise durch eingelegte Drähte oder Glaskugeln eine definierte Klebschichtdicke eingestellt wird.

Zunächst sollen die mechanischen Klebstoffeigenschaften in Klebverbindungen, die durch den inneren Spannungszustand mitbestimmt werden, ermittelt und denen der Klebstoffsubstanz gegenübergestellt werden.

Der Schwerpunkt der Arbeit liegt jedoch in der Untersuchung der Härtungs- und Abkühleigenspannungen einkomponentiger heißhärtender Strukturklebstoffe.

Dabei geht es um die Erfassung der klebstoffspezifischen Vorgänge während der Vernetzung. Dazu sollen Versuchsmethoden entwickelt werden, die eine kontinuierliche Messung des Expansions- und Kontraktionsverhaltens während des gesamten Aushärtevorgangs ermöglichen. Neben der Messung der Klebschichtdickenänderung erfolgt auch die Erfassung der inneren Spannungen in Klebschichtdickenrichtung, wenn eine freie Klebschichtdickenänderung durch Fixierung der Fügeteile unterbunden wird.

In einem weiteren Schritt soll durch geeignete Methoden eine Aussage über den Spannungsverlauf in der Klebfuge in Abhängigkeit vom Zustand der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung getroffen werden.

Neben den Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften erfolgt auch eine mikroskopische Betrachtung des Einflusses innerer Spannungen auf die Struktur der Klebfuge.

Zur Beurteilung der durch die Schädigungsmechanismen hervorgerufenen Effekte wird das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten anhand von einschnittig überlappten Zugscherproben sowohl quasistatisch als auch dynamisch im Zugschwellbereich untersucht.

Ergänzend sollen Rissfortschrittsuntersuchungen an Keilproben durchgeführt werden, die es ermöglichen, die Auswirkung einer Überlagerung bzw. Aneinanderreihung mehrerer Einflussfaktoren unter Last in Abhängigkeit von der Zeit kontinuierlich zu untersuchen.

In Verbindung mit spezifischen Klebstoffkennwerten zur Beschreibung des inneren Spannungszustandes sollen somit Erkenntnisse und Parameter bereitgestellt werden, die zu einer Erleichterung der Klebstoffauswahl, speziell im Hinblick auf die Beständigkeit der Klebverbindung, führen.

5 Versuchswerkstoffe

5.1 Klebstoffe

Aufgrund ihres breiten Einsatzspektrums als strukturelle Konstruktionsklebstoffe wurden primär einkomponentige heißhärtende Pastenklebstoffe ausgewählt. Die einzelnen Klebstoffe unterschieden sich jedoch zum Teil stark hinsichtlich ihres chemischen und physikalischen Aufbaus, so dass sie das breite Spektrum heute eingesetzter Strukturklebstoffe repräsentieren.

Der Klebstoff **Betamate XB 5103** gehört zur Kategorie der klassischen Epoxidharzklebstoffe mit sprödem Verformungsverhalten. In Bördelfalz- oder Punktschweißklebungen wird dieser Klebstoff zur Erhöhung der Betriebsfestigkeit und der Steifigkeit eingesetzt.

Ebenso hochfest, jedoch weniger spröde, ist der **Betamate XD 4600**. Die flexiblere Formulierung ermöglicht den Einsatz dieses Klebstoffes in Festigkeitsverklebungen zur Erhöhung der Crashstabilität.

Zur Gruppe der zähen Epoxidharzklebstoffe, die aufgrund ihres guten elastisch-plastischen Verformungsverhaltens insbesondere in crashrelevanten Bereichen eingesetzt werden, gehört der **Betamate 1496**.

Ergänzend kommen ein zweikomponentiger, ebenfalls heißhärtender, jedoch bei Raumtemperatur vorvernetzbarer, semistrukturer Klebstoff sowie ein einkomponentiger Unterfütterungsklebstoff zum Einsatz.

Bei dem zweikomponentigen **SikaPower 460C1** handelt es sich um einen semistrukturrellen Unterfütterungsklebstoff auf Polyurethan-Basis, der als Stützklebstoff in Hauben und Deckeln zur Steifigkeitserhöhung eingesetzt wird. Zu den klassischen kautschukbasierenden Unterfütterungsklebstoffen zählt der **Terostat 3216**, der aufgrund seiner sehr hohen Flexibilität bei sehr geringen Festigkeiten nicht für Festigkeitsklebungen eingesetzt wird.

Bild 5.1.1 gibt einen Überblick über die verwendeten Klebstoffe.

Klebstoffbezeichnung	Konsistenz	chem. Basis	Mischungsverhältnis	Aushärtebedingungen	
				Vorhärtung	Endhärtung
Betamate XB 5103 (DOW Automotive)	pastös	modifiziertes Epoxidharz	-	-	180°C / 20'
Betamate XD 4600 (DOW Automotive)	pastös	modifiziertes Epoxidharz	-	-	180°C / 20'
Betamate 1496 (DOW Automotive)	pastös	modifiziertes Epoxidharz	-	-	180°C / 20'
SikaPower 460C1 (Sika)	pastös	Polyol / Isocyanat	100:32	RT / 2h	180°C / 20'
Terostat 3216 (Henkel Teroson)	pastös	Kautschuk	-	-	180°C / 20'

Bild 5.1.1: Übersicht der verwendeten Klebstoffe

Sämtliche untersuchte Klebstoffe sind auf die Anforderungen des Karosserierohbaus zugeschnitten und härteten während der üblichen Einbrennphasen der Lackierungen aus, siehe **Bild 5.1.2**.

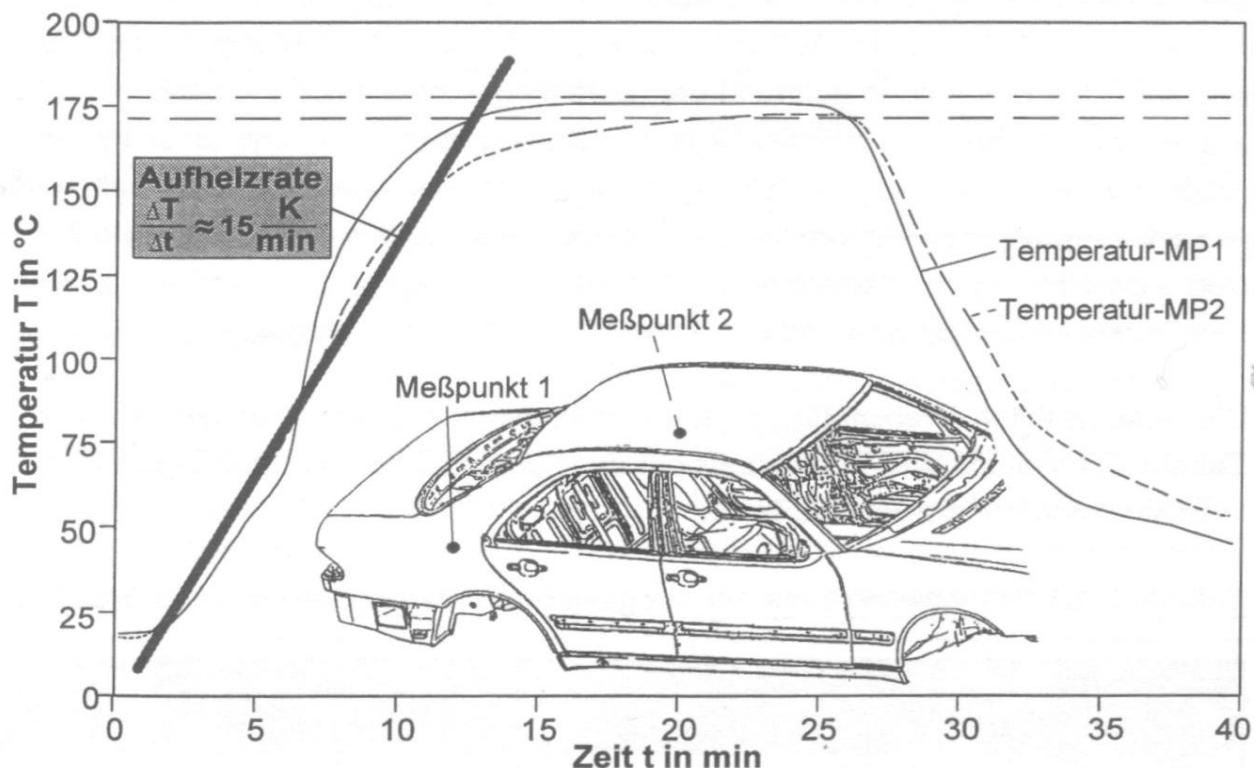


Bild 5.1.2: Temperaturprofil zur Klebstoffhärtung am Beispiel einer PKW-Karosserie [69]

5.2 Fügeteilwerkstoffe

Neben dem klassischen Karosserierohbauwerkstoff Stahl wurde mit Blick auf den zunehmenden Einsatz von Leichtbauwerkstoffen je eine Aluminium- und Magnesiumlegierung untersucht.

Der Stahlwerkstoff S235 als gezogenes Stangenmaterial wurde bei sämtlichen Untersuchungen mit Ausnahme der in **Kapitel 12** und **13** beschriebenen Versuche zur Feuchteaufnahme sowie an einschnittig überlappten 'dünnen' Zugscherproben bzw. dem modifizierten Keiltest als Fügeteilwerkstoff verwendet.

Für die weiteren Untersuchungen lagen neben zwei weiteren Stahllegierungen (DC01 ZE75/75, $s=0,8$ mm und H1000, $s=1,5$ mm) auch die Aluminiumlegierung AA6016 (AC120, $s=1$ mm) als Tafel vor. Bei der Magnesiumlegierung AZ31B hp ($s=2,3$ mm) wurden die entsprechenden Fügeteile aus Strangpress-U-Profilen herausgearbeitet.

Die entsprechenden mechanischen Kennwerte sind in **Bild 5.2.1** angegeben. Da es sich bei dem Aluminiumwerkstoff AA6016 um eine warmaushärtende Legierung handelt, ist diese sowohl im Lieferzustand als auch nach Wärmebehandlung untersucht worden, um den Temperatureinfluss bei der Klebstoffaushärtung auf die mechanischen Eigenschaften zu ermitteln.

Legierung	AZ31B hp	AA6016		DC01 ZE75/75	H1000	S235
Lieferform	Strang- pressprofil	Tafel		Tafel	Tafel	Stange
	LZ	LZ	WB	LZ	LZ	LZ
Zugfestigkeit R_m [MPa]	242	246	262	362	1000-1200	340-470
Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	175	135	185	259	700	235
Bruchdehnung A_{50} [%]	14	31	21	36	5 (A_{80})	26

LZ = Lieferzustand; WB = Wärmebehandelt (180°C/20min)

Bild 5.2.1: Übersicht der verwendeten Werkstoffe

5.3 Oberflächenvorbehandlung und Korrosionsschutz

5.3.1 Baustahl S235

Für sämtliche Fügeteile aus dem Baustahlwerkstoff S235 erfolgte die Vorbehandlung der Fügezone durch Strahlen in einer druckluftbetriebenen Anlage mit Edelkorund K70 (99,7% Al_2O_3 , $\text{F}_2\text{O}_3 < 0,03\%$). Die Rauigkeit der Oberfläche ist **Bild 5.3.1.1** zu entnehmen.

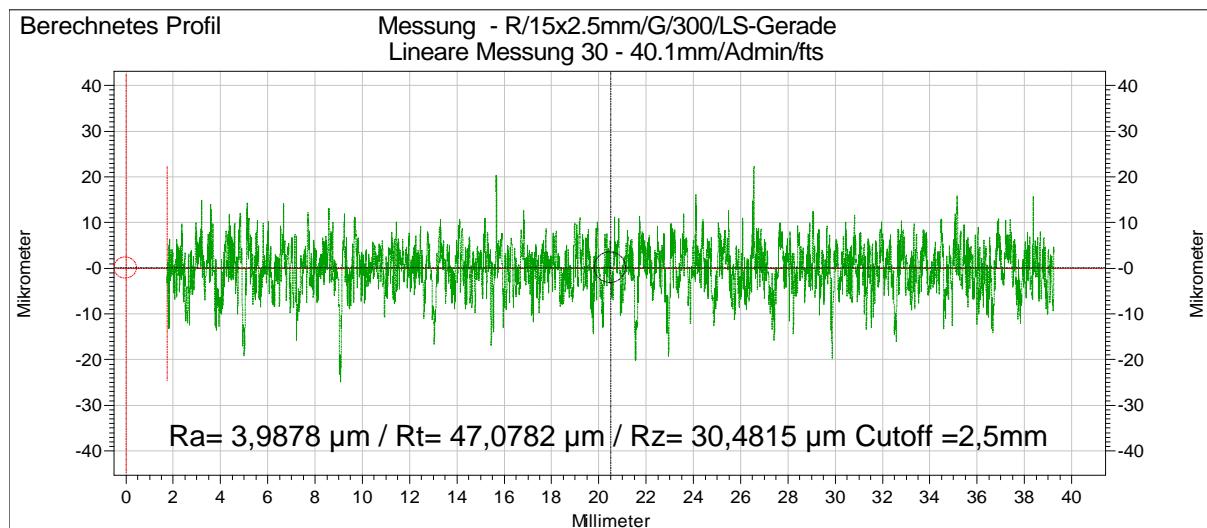


Bild 5.3.1.1: Rauheitsprofil der gestrahlten Fügeteiloberfläche

Anschließend erfolgte eine Reinigung mit Ethanol. Dabei konnte in den Ergebnissen kein Unterschied zu einer Reinigung mit Aceton bzw. Ridoline C72 festgestellt werden [91].

Auf eine anschließende Korrosionsschutzbehandlung konnte verzichtet werden, da diese Proben nicht für Alterungstests verwendet wurden.

Für die Klebverbindungen, die für längere Zeit unter klimatisch-korrosiver Beanspruchung ausgelagert wurden, erfolgte eine auf die Legierung abgestimmte Oberflächenbehandlung mit, wenn nötig, anschließender Grundierung.

5.3.2 Stahllegierungen (DC01 und H1000)

Die Stahlfügeteile wurden vor dem Verkleben alkalisch gereinigt. Eine weitere Oberflächenbehandlung im Sinne einer Konversionsschicht erfolgte vor dem Fügen nicht. Diese wurde nach Herstellung der Klebverbindungen in Form einer Zinkphosphatierung aufgebracht. Im Anschluss erfolgte eine handelsübliche zweikomponentige Grundierung, wie sie in Fahrzeuglackierereien eingesetzt wird. Der Prozessablauf ist in **Bild 5.3.2.1** dargestellt.

Verfahren	Angaben
Alkalische Reinigung	Ridoline C72 (15g/l; pH 11,8; 50°C; 60s)
Fügen	
Korrosionsschutz	<ul style="list-style-type: none"> - Alkalische Reinigung, Ridoline C72 (15g/l; pH 11,8; 50°C; 60s) - Spülen mit VE-Wasser (RT; 60s) - Aktivierung Fixodine C9112 (RT; 90s) - Zinkphosphatierung Granodine 2748 (50°C; 180s) - Vorspülen mit VE-Wasser (RT; 10s) - Nachspülen mit VE-Wasser (RT, 60s) - Trocknung: Umluftofen (50°C; 30min) - 2K-Grundierung (Standox)

Bild 5.3.2.1: Oberflächenvorbehandlung und Korrosionsschutz Stahllegierungen (DC01 und H1000)

5.3.3 Aluminiumlegierungen

Die Oberflächen der Aluminiumfügeteile wurden alkalisch gereinigt, siehe **Bild 5.3.3.1**, um durch den Abtrag der verunreinigten Deckschicht eine saubere reaktive Oxidschicht zu bekommen. Auf eine anschließende Korrosionsschutzgrundierung konnte bei dieser Legierung verzichtet werden.

Verfahren	Angaben
Alkalische Reinigung	Ridoline C72 (15g/l; pH 11,8; 50°C; 60s)
Fügen	
ohne Grundierung	

Bild 5.3.3.1: Oberflächenvorbehandlung Aluminium

5.3.4. Magnesiumlegierungen

Umfangreiche Vorversuche haben gezeigt, dass eine Gelbchromatierung im Kombination mit anschließenden Grundierung einen sehr guten Korrosionsschutz bietet. Ohne eine solche Präparation würde bei Magnesium der Korrosionsangriff zu schnell voranschreiten, so dass eine Prüfung nach Alterung nicht mehr möglich wäre. Die Prozessparameter sind **Bild 5.3.4.1** zu entnehmen.

Verfahren	Angaben
Gelbchromatierung Alotron 5 (Henkel Surface Technologies)	<ul style="list-style-type: none"> - Alkalische Reinigung, Ridoline C72 (15g/l; pH 11,8; 50°C; 60s) - Spülen mit VE-Wasser (RT; 60s) - Dekapieren, Salpetersäure (10%ig; pH 0,46; RT; 10s) - Spülen mit VE-Wasser (RT, 60s) - Gelbchromatierung Alotron 5 (100%ig, pH ≈ 1,3, RT; 40s) - Vorspülen mit VE-Wasser (RT, 10s) - Nachspülen mit VE-Wasser (RT, 60s) - Trocknung: Umluftofen 50°C; 30min
Fügen	
Korrosionsschutz	Elektrostatische Pulvergrundierung (BASF Coatings, Münster)

Bild 5.3.4.1: Oberflächenvorbehandlung und Korrosionsschutz Magnesium

6 Mikroskopische Untersuchungen der Klebschichtstruktur

Die Untersuchung der Klebschichtmorphologie mit Strukturen unter $1\mu\text{m}$ Größe ist aufgrund der erforderlichen Vergrößerungen nur mit der Elektronenmikroskopie möglich.

Für die mikroskopischen Untersuchungen standen Rasterelektronenmikroskope mit bis zu 100.000-facher Vergrößerung zur Verfügung.

Die für die Elektronenmikroskopie notwendige elektrische Leitfähigkeit der zu untersuchenden Proben kann bei nichtleitenden Werkstoffen wie den untersuchten Klebstoffen durch Aufstäuben einer elektrisch leitenden Schicht im Sputterverfahren hergestellt werden.

Bei der mikroskopischen Bruchflächenuntersuchung sind aufgrund der starken plastischen Verformung der Klebfuge beim Bruchvorgang keine eindeutigen Informationen über die Klebschichtmorphologie zu gewinnen. Daher sind in solchen Fällen vergleichsweise geringe Vergrößerungen ausreichend, die neben dem Heraustrennen und Sputtern keine weitere Probenvorbereitung erfordern.

Zur Untersuchung der Klebschichtstrukturen besteht die Möglichkeit, Querschliffe von Klebverbindungen herzustellen. Da jedoch bei der Herstellung der Schliffe durch die Arbeitsschritte Schneiden, Schleifen und Polieren die eigentliche Struktur der Klebfuge verwischt oder beschädigt werden könnte, muss diese im Anschluss an den Poliervorgang wieder freigelegt werden. Ein geeignetes Verfahren dazu ist das Ionenätzen.

Beim Ionenätzen wird die Probenoberfläche mit Ionen beschossen. Die einfallenden Teilchen stoßen auf die Atome im Festkörper und übertragen Energie auf die Atome. Wenn die übertragene Energie größer ist als die Bindungsenergie des Kristallgitters, werden die entsprechenden Atome herausgeschlagen.

Bei der Anwendung des Ionenätzens muss jedoch bedacht werden, dass ein zu intensives Ätzen zu einer Beeinträchtigung der eigentlichen Strukturen bzw. zu einer übermäßigen Präparateerwärmung führen kann [24].

Die eingestellten Parameter nach **Bild 6.1** gewährleisten einen schonenden und in zufriedenstellendem Maße reproduzierbaren Materialabtrag. Die

Abkühlpausen zwischen den einzelnen Ätzvorgängen verhindern eine Probenerwärmung über 40°C.

Druck im Rezipienten	8...10x10 ⁻⁵ bar
Ionisationsgas	Argon
Ionenstrom	5 mA
Zeitzyklus	210 ⁽¹⁾ bzw. 120 ⁽²⁾ min. pulsierend (3 s Ätzen und 6 s Abkühlpause) ⁽¹⁾ Schubbeanspruchte Klebung ⁽²⁾ Sämtliche weiteren Klebungen

Bild 6.1: Parameter beim Ionenätzen

7 Mechanisches Verhalten

Anhand der in diesem Kapitel beschriebenen Untersuchungen erfolgt die Bestimmung der Klebstoff-Eigenschaften unter Zug- und Zugscherbelastung.

Untersucht wird neben dem Einfluss der Schwindungsbehinderung der Einfluss der Klebschichtdicke auf das Spannung-Verformung-Verhalten bei Klebverbindungen im Vergleich zu Klebstoffsubstanzproben, bei denen keine Schwindungsbehinderung vorliegt.

Zur Prüfung unter Normalkraftbeanspruchung dienen der Zugversuch an der Klebstoffsubstanzprobe (**Kapitel 7.1**) sowie der Zugversuch an der Stumpfklebverbindung (**Kapitel 7.2**), während die Prüfung im Zugscherversuch nach DIN 54451 (**Kapitel 7.3**) unter Schubbeanspruchung erfolgt.

7.1 Zugversuch an Schulterproben aus der Klebstoffsubstanz

7.1.1 Versuchsdurchführung

Der Zugversuch an der Klebstoffsubstanzprobe gemäß DIN EN ISO 527 dient zur Ermittlung der mechanischen Eigenschaften des 'reinen' Klebstoffes ohne Beeinflussung einer Haftung zu den Fügeteilen und einer damit verbundenen Beeinflussung des Klebstoffverhaltens.

Die Proben wurden in einer mit Teflonfolie ausgelegten Matrize hergestellt. Nach dem Härten und Abkühlen erfolgte die mechanische Bearbeitung zu Normstäben für den Zugversuch (siehe **Bild 7.1.1.1**).

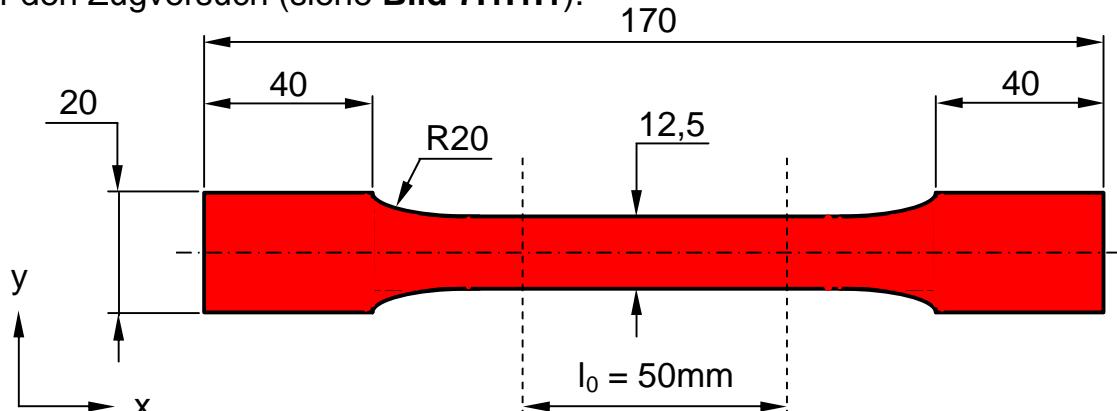


Bild 7.1.1.1: Probengeometrie Schulterprobe

Die Prüfung erfolgte sowohl bei RT als auch bei -25°C und $+80^{\circ}\text{C}$.

Neben der Längsdehnung (x-Richtung) wurde die Breitenänderung (y-Richtung) zur Bestimmung der Querkontraktionszahl ν ermittelt. Die Längsdehnung wurde mit dem serienmäßigen Langwegaufnehmer (Auflösung 10µm) durchgeführt, zur Querkontraktionsmessung wurde ein Feindehnungsaufnehmer (Schenck DSA 10/50, Auflösung 1µm) eingesetzt.

7.1.2 Versuchsergebnisse

Die Versuchsergebnisse zeigen die Unterschiede im Verformungsverhalten der untersuchten Epoxidharzklebstoffe, siehe **Bild 7.1.2.1**.

Der klassische Strukturklebstoff XB 5103 zeigt ein sehr sprödes Materialverhalten bei einem hohen Elastizitätsmodul. Der Betamate 1496 als elastifizierter crashoptimierter Klebstoff hat einen geringeren Elastizitätsmodul, jedoch eine sehr hohe Verformungsfähigkeit und entsprechend eine für Epoxidharzklebstoffe hohe Bruchdehnung. Zwischen diesen Klebstoffen liegt bezüglich seiner Charakteristik der XD 4600, sowohl den Elastizitätsmodul als auch die Bruchdehnung betreffend. Es fällt jedoch auf, dass die Zugfestigkeit des XD 4600 höher liegt, als die des XB 5103. Dies erscheint zunächst ungewöhnlich, liegt aber offensichtlich in der sehr spröden Formulierung des Klebstoffes XB 5103 begründet.

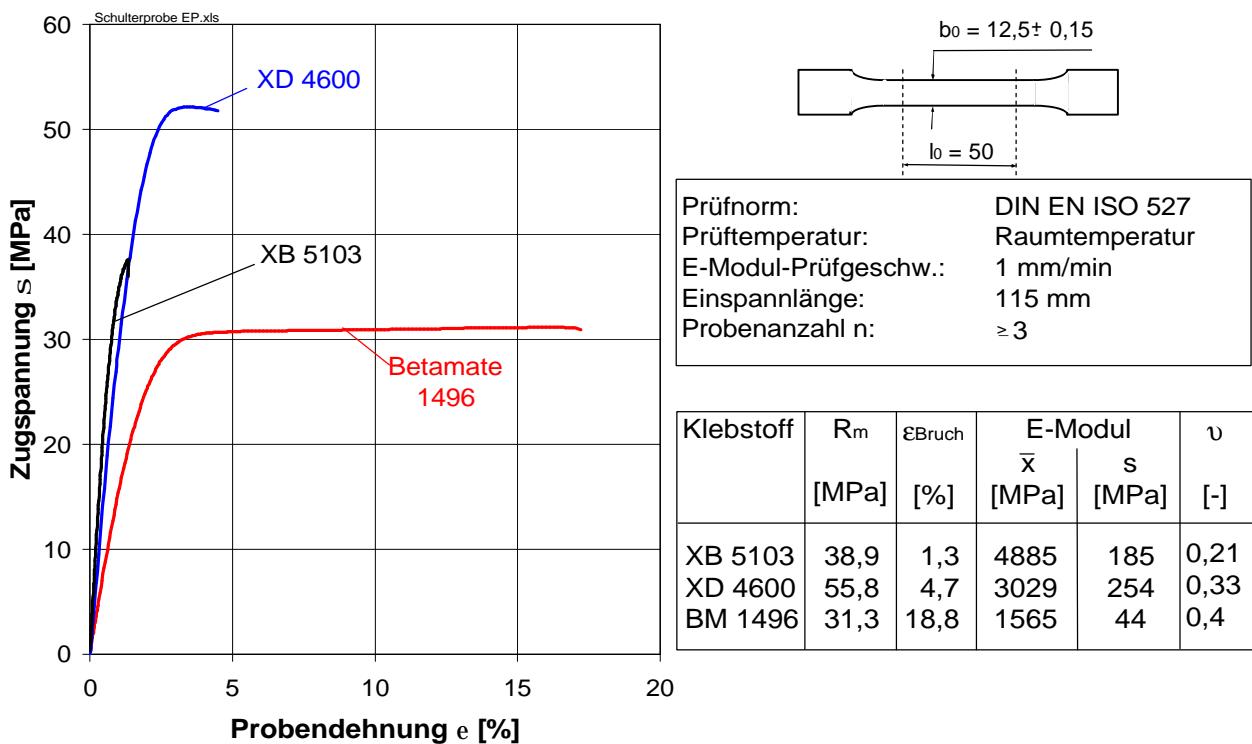


Bild 7.1.2.1: Zugspannung-Dehnung-Kurven von Epoxidharzklebstoffen bei Raumtemperatur

Betrachtet man die Temperaturabhängigkeit sowohl der maximalen Zugspannung als auch des Elastizitätsmoduls fällt der im Vergleich zu den beiden anderen Klebstoffen starke Abfall des XB 5103 bei höheren Temperaturen auf, siehe **Bild 7.1.2.2** und **7.1.2.3**. Diese Charakteristik ist besonders bei der Auswertung von Alterungstest mit Temperaturwechselbeanspruchung von Bedeutung.

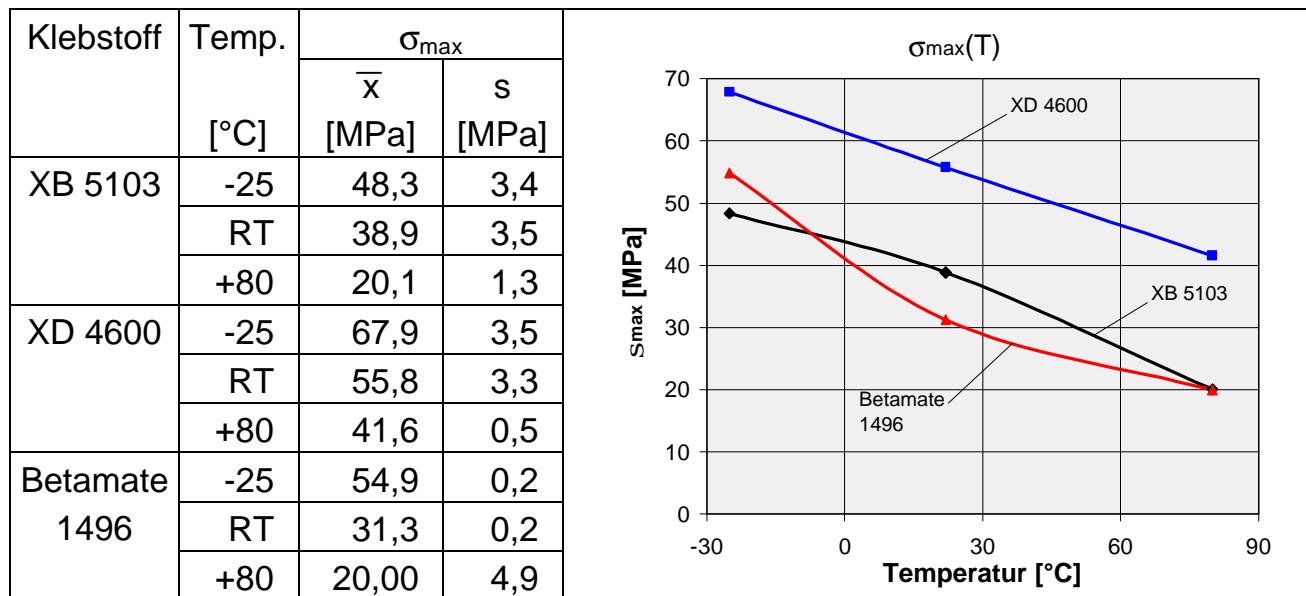


Bild 7.1.2.2: Einfluss der Temperatur auf die maximale Zugspannung (Schulterprobe)

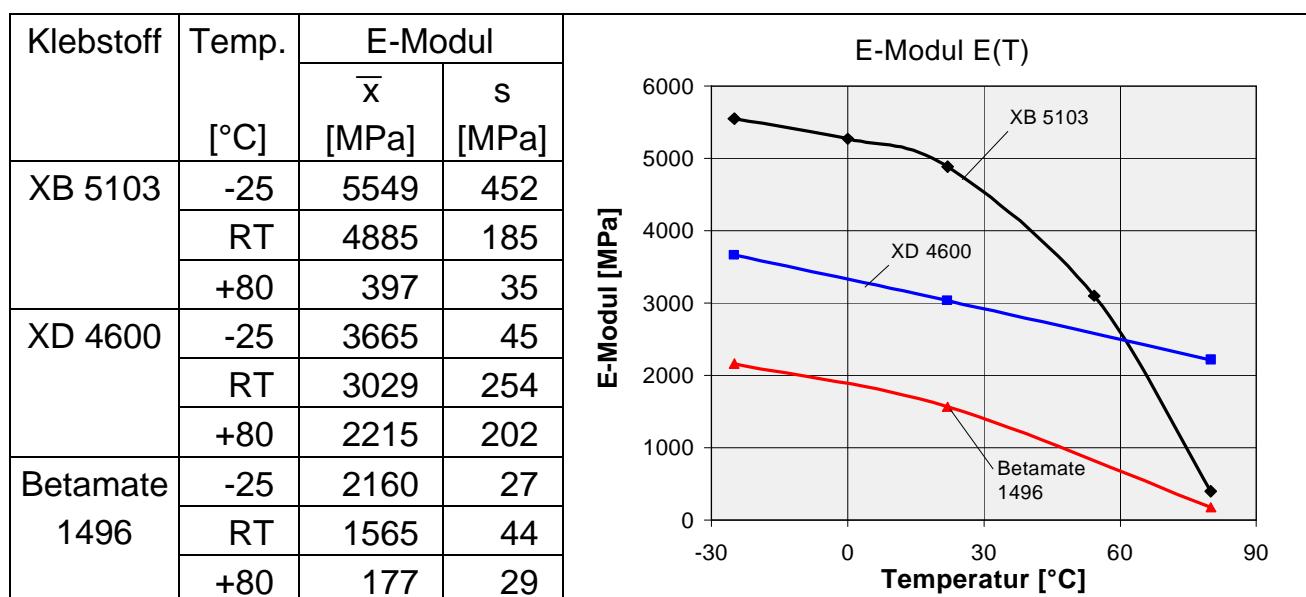


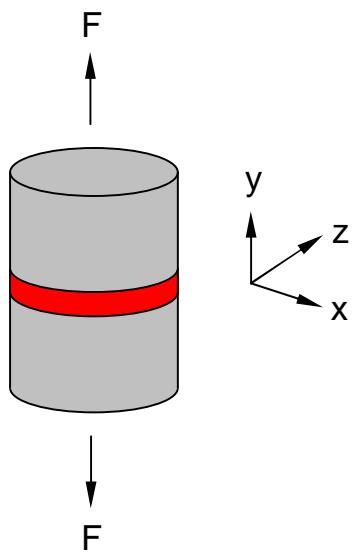
Bild 7.1.2.3: Einfluss der Temperatur auf den Elastizitätsmodul (Schulterprobe)

7.2 Zugversuch an Stumpfklebverbindungen

7.2.1 Versuchsdurchführung

Der Versuch zur Bestimmung der Zugfestigkeit von Stumpfklebverbindungen nach DIN EN 26922 sieht als auszuwertendes Ergebnis einzig die Bruchkraft vor. In Anlehnung an diese Norm und Untersuchungen von [81] erfolgte hier zudem die Aufzeichnung der Klebschichtverformung. Somit ist es möglich, mit diesem Versuch die Klebstoffeigenschaften unter Zugbelastung in dünnen Schichten unter Berücksichtigung der Klebschichtdicke und der Kontraktionsbehinderung während der Vernetzung zu untersuchen.

Statt des einachsigen Elastizitätsmodul E wird der Kompressions-elastizitätsmodul E_{kc} unter Berücksichtigung der Querkontraktionsbehinderung ermittelt.



Dieser errechnet sich unter der Annahme dünner homogener und isotroper Schichten, sowie

$$\sigma_x \neq \sigma_y \neq \sigma_z \neq 0$$

und

$$\varepsilon_y \neq 0, \varepsilon_x = \varepsilon_z = 0$$

aus dem Hooke'schen Materialgesetz:

$$\sigma_y = \underbrace{\frac{1-\nu}{1-\nu-2\nu^2} \times E \times \varepsilon_y}_{E_{kc}} \quad \text{Gl. 7.1}$$

$$\sigma_y = E_{kc} \times \varepsilon_y \quad \text{Gl. 7.2}$$

Bild 7.2.1.1: Querkontraktionsbehinderter Elastizitätsmodul in dünnen Klebfugen

Um den Einfluss der Kontraktionsbehinderung in Dickenrichtung während der Vernetzung auf das Normalspannung-Dehnung-Verhalten der Klebverbindungen differenziert untersuchen zu können, wurden zwei Probentypen mit unterschiedlicher Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung hergestellt, siehe **Bild 7.2.1.2**. Die Geometrie der Klebfuge wurde dabei

entsprechend den Probenkörpern zur Untersuchung des Vernetzungsverhalten (**Kapitel 9**) gewählt.

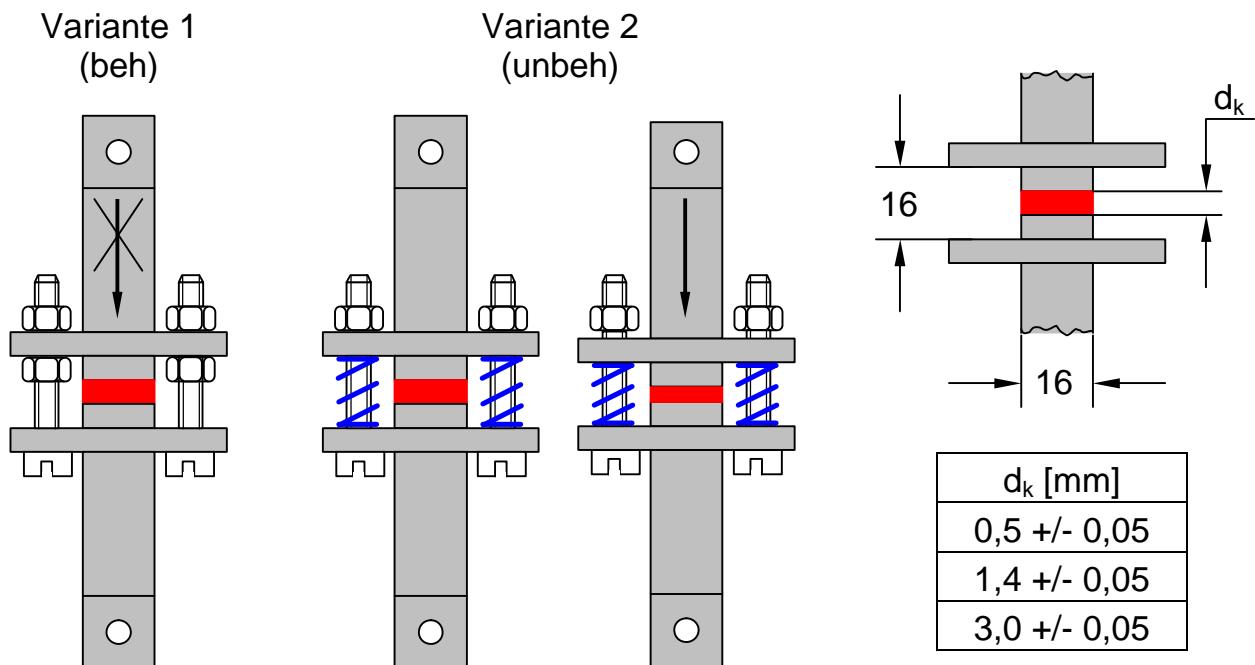


Bild 7.2.1.2: Varianten von Klebungen zur Bestimmung des Normalspannung-Dehnung-Verhalten

Bei Variante 1 wird die Klebschichtdicke durch eine Verschraubung der Fügeteile eingestellt und fixiert. Eine Relativbewegung der Fügeteile in Klebschichtdickenrichtung durch Kontraktion des Klebstoffes ist bei dieser Fixierung nicht möglich.

Die Kontraktion des Klebstoffes in Klebschichtdickenrichtung wird bei der Variante 2 durch die Verwendung von Federn ermöglicht. Die Federn sind so ausgelegt, dass sie das Eigengewicht des oberen Fügeteils abstützen, dem schrumpfenden Klebstoff jedoch nur einen vernachlässigbar kleinen Widerstand entgegensetzen.

Zur Erfassung der Verformungen während des Zugversuches wird ein DMS-basierender Feindehnungsnehmer (Typ HBM DD1) mit einer Genauigkeit von $2,5 \mu\text{m}$ auf einem Fügeteilbund angebracht und mit Einstellschrauben vorgespannt, siehe **Bild 7.2.1.3**.

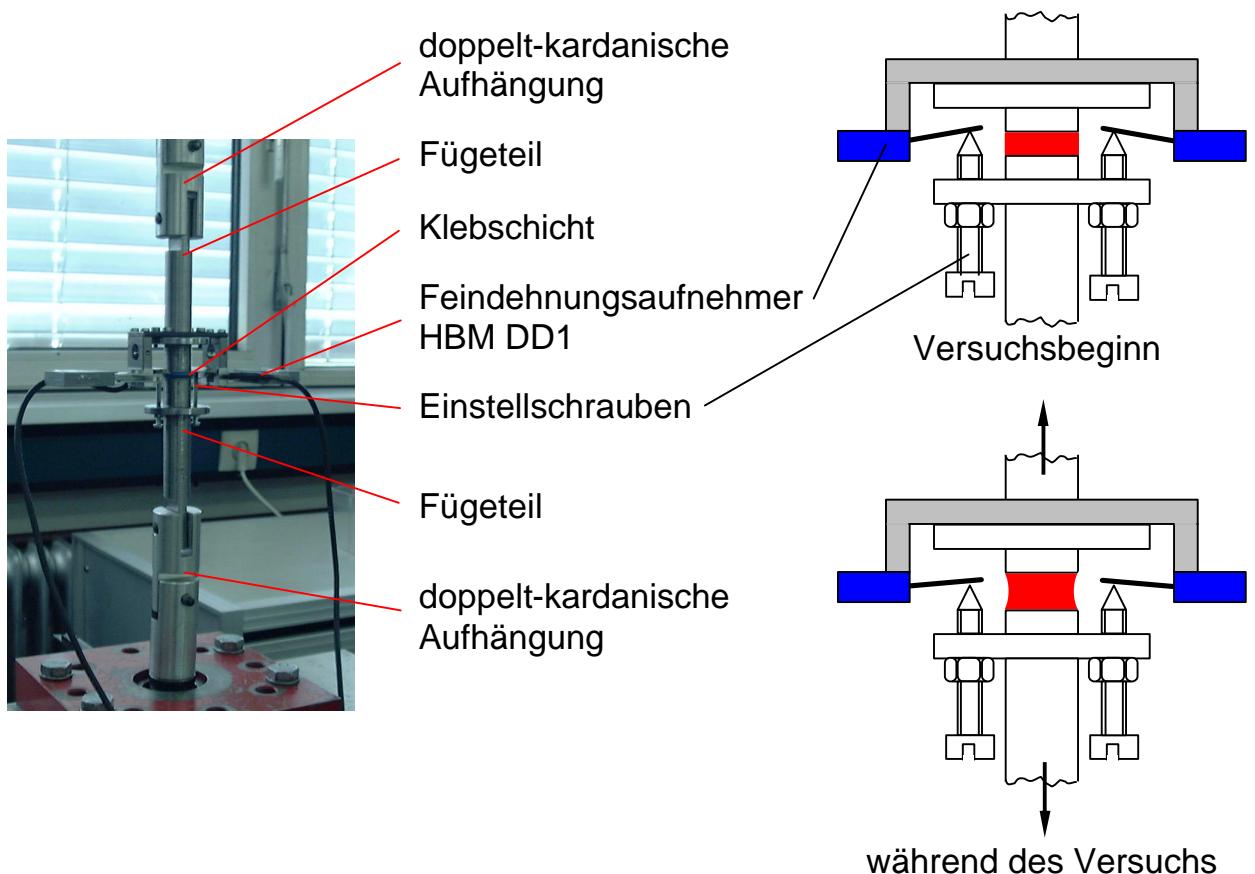
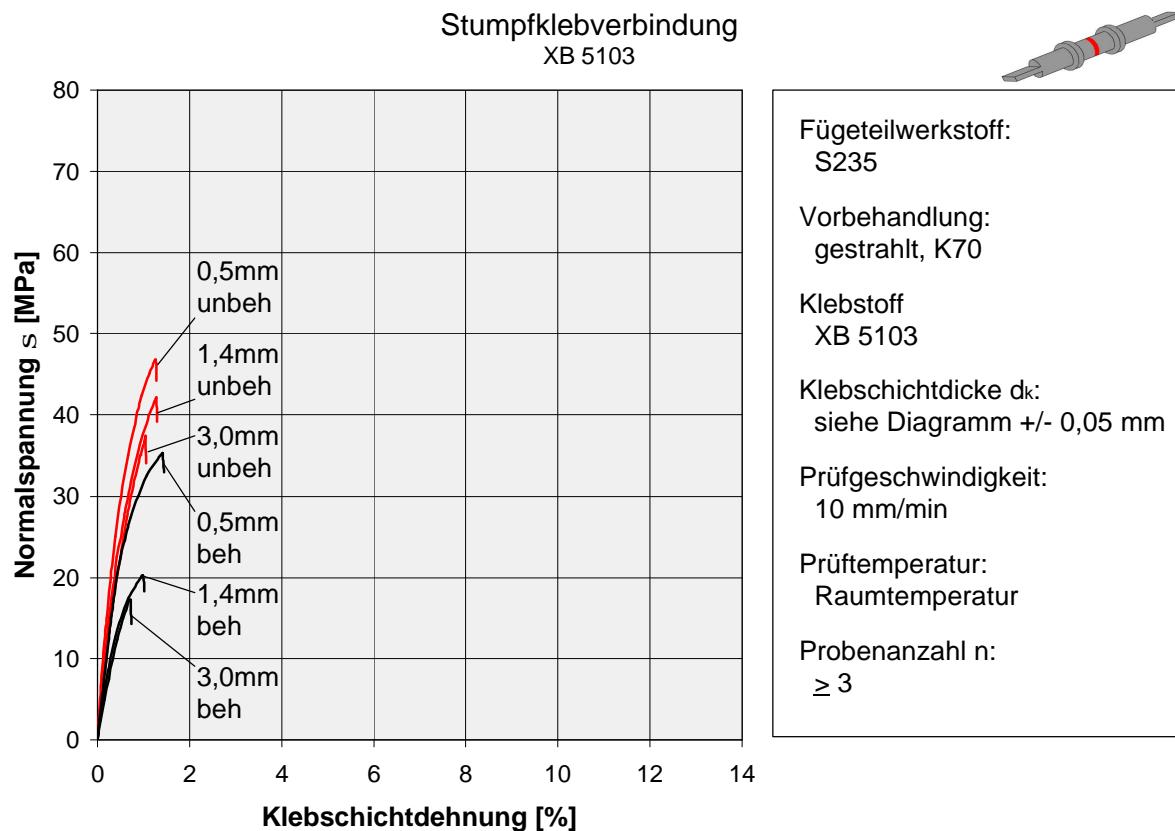


Bild 7.2.1.3: Versuchsaufbau Zugversuch Stumpfklebverbindung

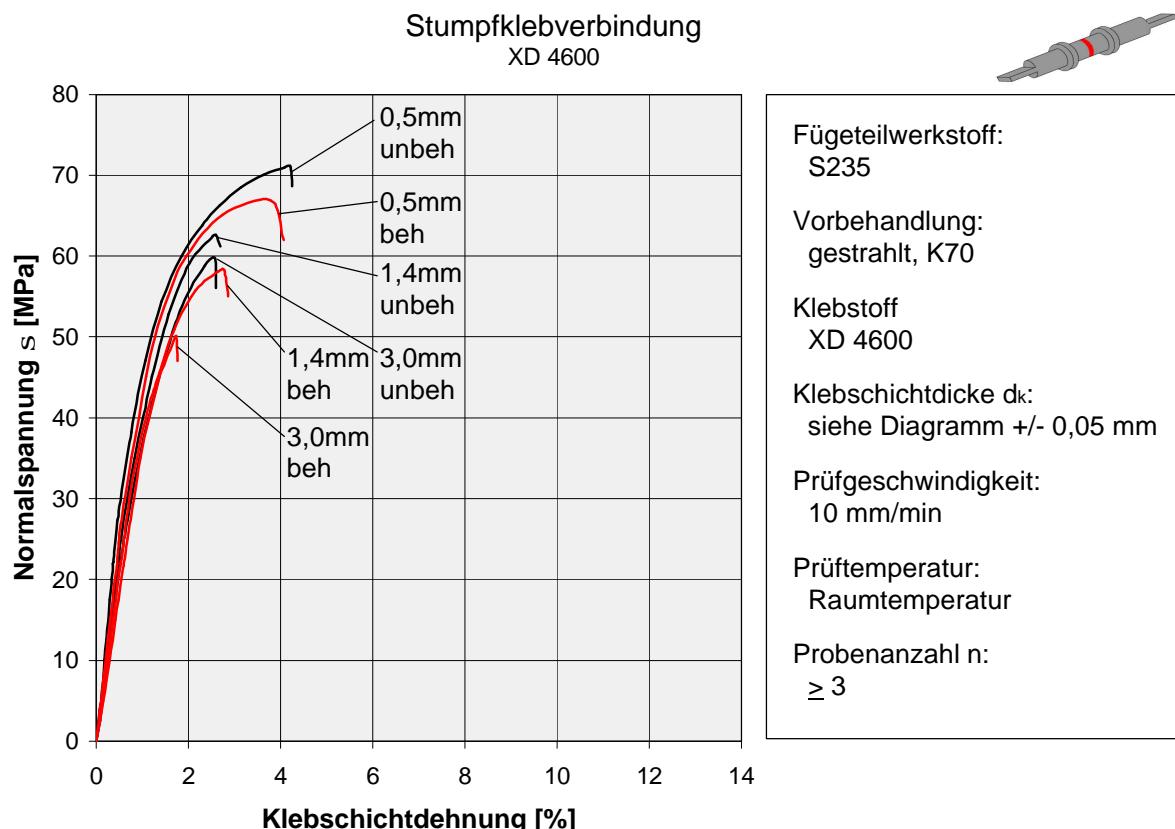
Der Anteil der Fügeteildehnung an der Gesamtdehnung wird durch Referenzmessungen an einteiligen Massivproben entsprechender Abmessungen ohne Klebschicht bei der Auswertung berücksichtigt.

7.2.2 Versuchsergebnisse

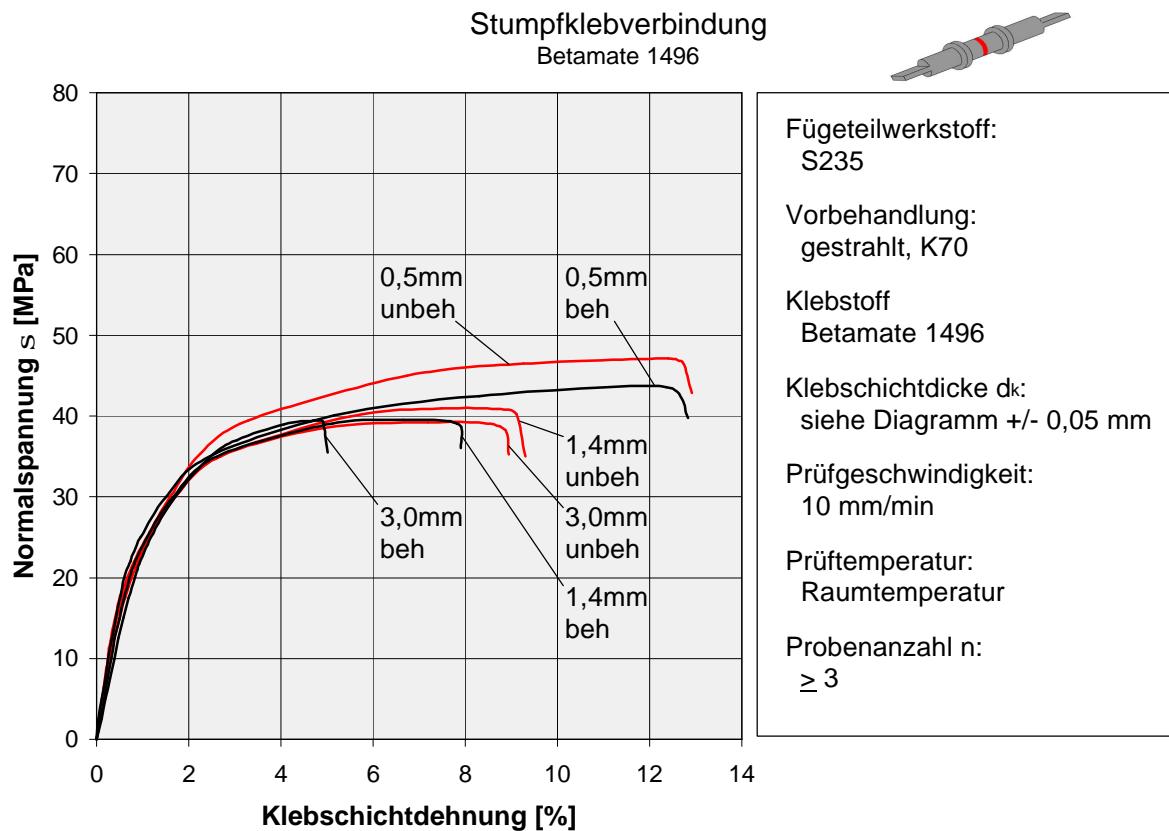
Die Spannung-Dehnung-Kurven der untersuchten Epoxidharzklebstoffe sind in **Bild 7.2.2.1** bis **7.2.2.3** dargestellt. Die Kurvenverläufe zeigen einheitlich für alle drei Klebstoffe eine Abhängigkeit des Klebstoffverhaltens sowohl von der Klebschichtdicke als auch von der Kontraktionsbehinderung während der Vernetzung. Während sich diese Abhängigkeit bei spröden Klebstoffen wie dem XB 5103 am deutlichsten in der Zugfestigkeit zeigt (**Bild 7.2.2.4**), die mit zunehmender Klebschichtdicke und Kontraktionsbehinderung abfällt, ist es bei verformungsfähigen Klebstoffen wie dem Betamate 1496 die Klebschichtdehnung bis zum Bruch, die mit zunehmender Klebschichtdicke und Kontraktionsbehinderung deutlich nachlässt.



**7.2.2.1: Querkontraktionsabhängiges Spannung-Dehnung-Verhalten
XB 5103**



**7.2.2.2: Querkontraktionsabhängiges Spannung-Dehnung-Verhalten
XD 4600**



7.2.2.3: Querkontraktionsabhängiges Spannung-Dehnung-Verhalten Betamate 1496

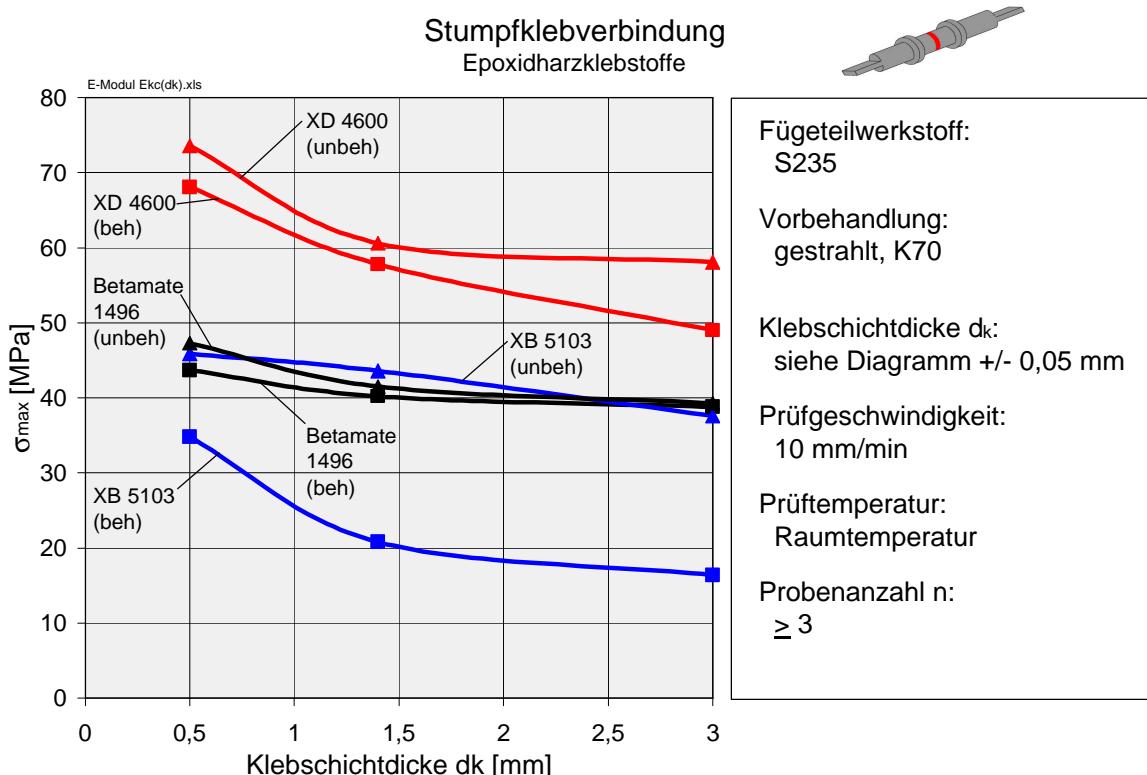


Bild 7.2.2.4: Zugfestigkeit σ_{\max} für unbehinderte und behinderte Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung

Sehr anschaulich stellen sich die Unterschiede durch die prozentuale Abnahme der Arbeitsaufnahme der Stumpfklebverbindungen aus behinderter und unbehinderter Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung dar, siehe **Bild 7.2.2.5**.

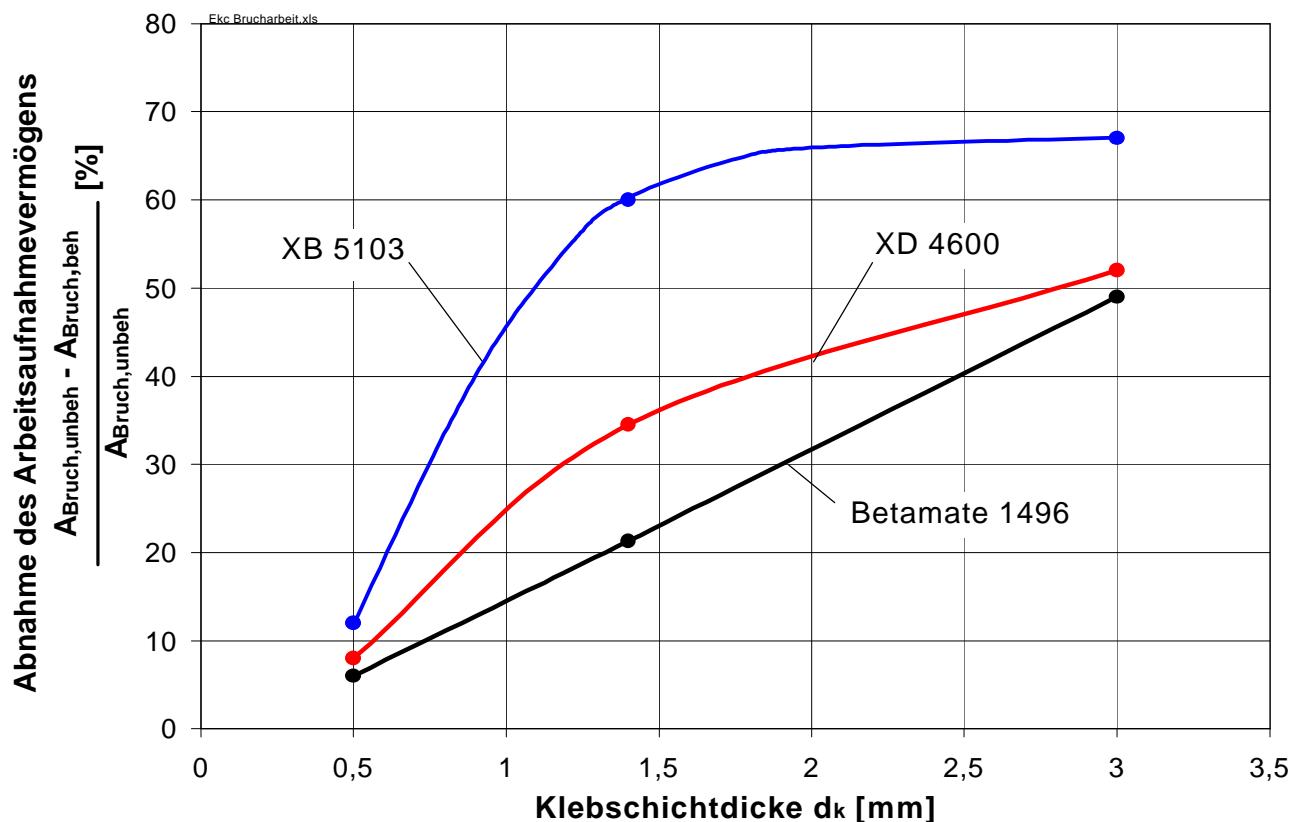


Bild 7.2.2.5: Prozentuale Abnahme des Arbeitsaufnahmevermögens bis zum Bruch

Ebenso deutlich ist die Abhängigkeit des querkontraktionsbehinderten Kompressionselastizitätsmoduls E_{kc} von der Klebschichtdicke und der Kontraktionsbehinderung. Wie in **Bild 7.2.2.6** dargestellt, nimmt der Kompressionselastizitätsmodul zum einen mit zunehmender Klebschichtdicke und zum anderen deutlich auch bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung während der Vernetzung ab.

Gründe für den klebschichtdickenabhängigen Abfall von Elastizitätsmodul und maximaler Zugfestigkeit liegen bekanntermaßen nicht nur in den geometrischen Randbedingungen. Vielmehr wirken neben weiteren Parametern, wie einer die Festigkeit beeinflussenden zunehmenden Querkontraktionsbehinderung bei dünneren Klebschichtdicken und möglichen Inhomogenitäten auch der sich einstellende innere Spannungszustand auf die Klebverbindung ein.

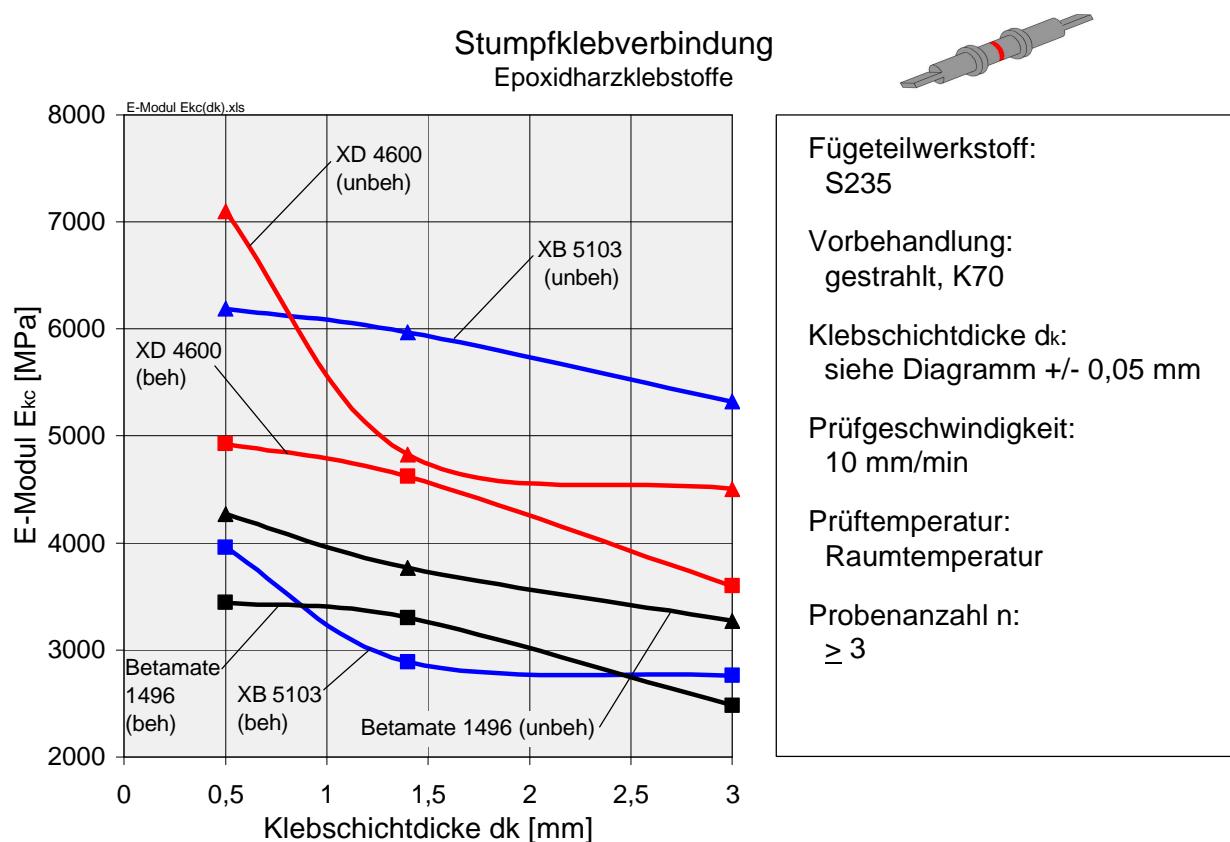


Bild 7.2.2.6: Elastizitätsmodul E_kc für unbehinderte und behinderte Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung

Hinweise auf die konkreten Ursachen für den Abfall von E-Modul und maximaler Zugfestigkeit bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung liefern die Untersuchungen der Bruchflächen. Allerdings gibt die makroskopische Betrachtung allein noch keine hinreichende Begründung für das unterschiedliche Festigkeitsverhalten der Klebstoffe in Abhängigkeit vom Kontraktionsbehinderungszustand. Eine zusammenhängende Erklärung für das verringerte Tragverhalten und die Bruchstruktur der in Klebschichtdickenrichtung kontraktionsbehinderten Proben liefern Untersuchungen der Klebfuge im Rasterelektronenmikroskop (REM).

Beim Klebstoff XB 5103 sind auf den ersten Blick keine großen Unterschiede wie Risse oder Poren im Bruchbild erkennbar. Lediglich die Struktur der Bruchfläche bei den kontraktionsbehinderten Proben ist ähnlich dem Bruchbild von Schiefer, während die Struktur bei den Proben ohne Kontraktionsbehinderung feiner ist, siehe **Bilder 7.2.2.7 bis 7.2.2.12**.



Bild 7.2.2.7: Bruchbild XB 5103
($d_k=0,5\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.8: Bruchbild XB 5103
($d_k=0,5\text{mm}$ / unbeh)

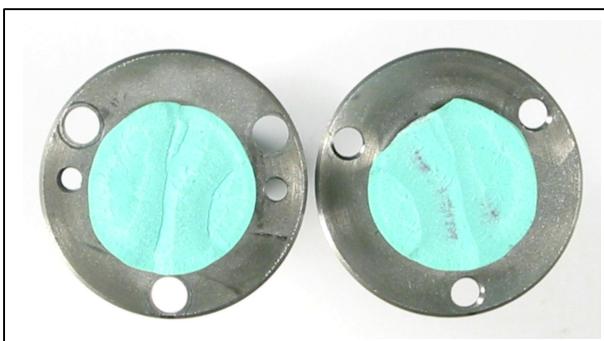


Bild 7.2.2.9: Bruchbild XB 5103
($d_k=1,4\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.10: Bruchbild XB 5103
($d_k=1,4\text{mm}$ / unbeh)



Bild 7.2.2.11: Bruchbild XB 5103
($d_k=3,0\text{mm}$ / beh)

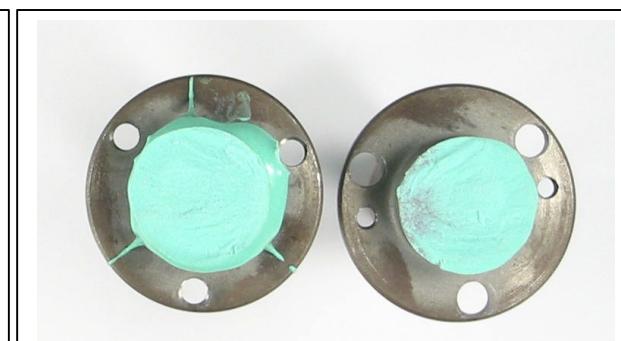


Bild 7.2.2.12: Bruchbild XB 5103
($d_k=3,0\text{mm}$ / unbeh)

Die REM-Aufnahmen zeigen daraufhin beim XB 5103 neben ausgedehnten Rissen in der Grenzzone auch sehr viele bis zu $50\mu\text{m}$ lange, parallel zur Fügeteiloberfläche ausgerichtete Risse innerhalb der Klebfuge, siehe **Bild 7.2.2.13**, die den Rissverlauf während des Zugversuchs von Riss zu Riss über mehrere Ebenen beeinflussen und dadurch das als schieferartig beschriebene Bruchbild erzeugen.

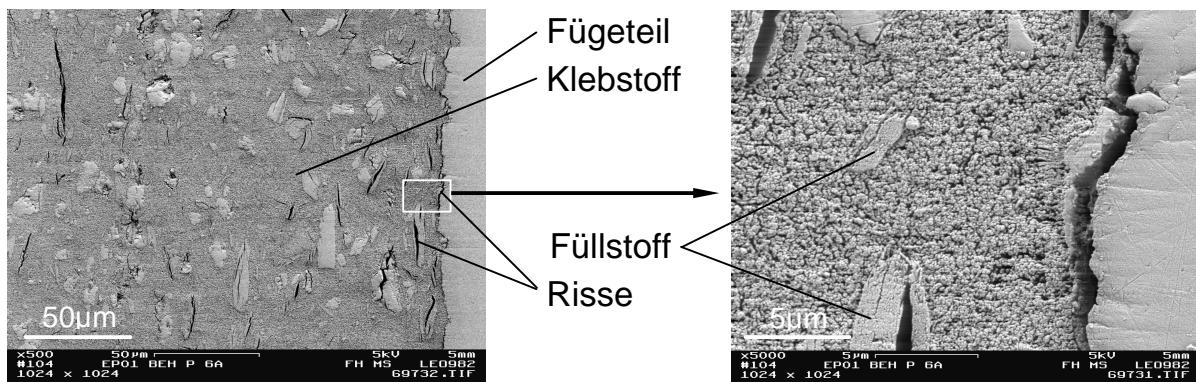


Bild 7.2.2.13: Klebfuge XB 5103, $d_k = 0,5\text{mm}$
kontraktionsbehindert in Klebschichtdickenrichtung

Beim Klebstoff XD 4600 hingegen zeigen die kontraktionsbehinderten Proben deutliche sichtbare Risse ($d_k=1,4\text{mm}$) bzw. Hohlräume (alle d_k) in der Klebfuge, siehe **Bilder 7.2.2.14 bis 7.2.2.19**.

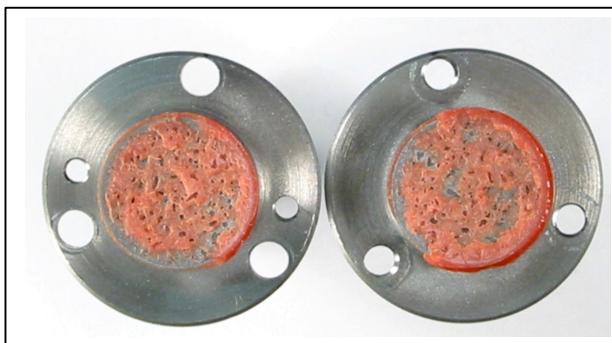


Bild 7.2.2.14: Bruchbild XD 4600
($d_k=0,5\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.15: Bruchbild XD 4600
($d_k=0,5\text{mm}$ / unbeh)

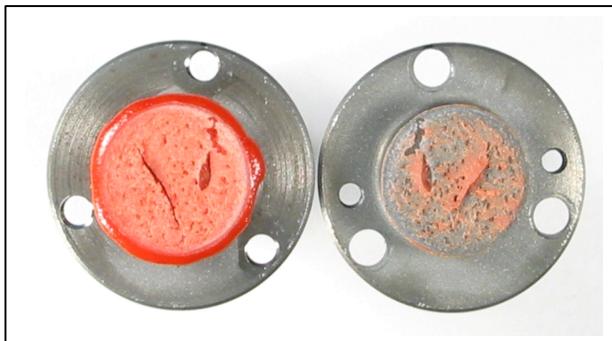


Bild 7.2.2.16: Bruchbild XD 4600
($d_k=1,4\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.17: Bruchbild XD 4600
($d_k=1,4\text{mm}$ / unbeh)

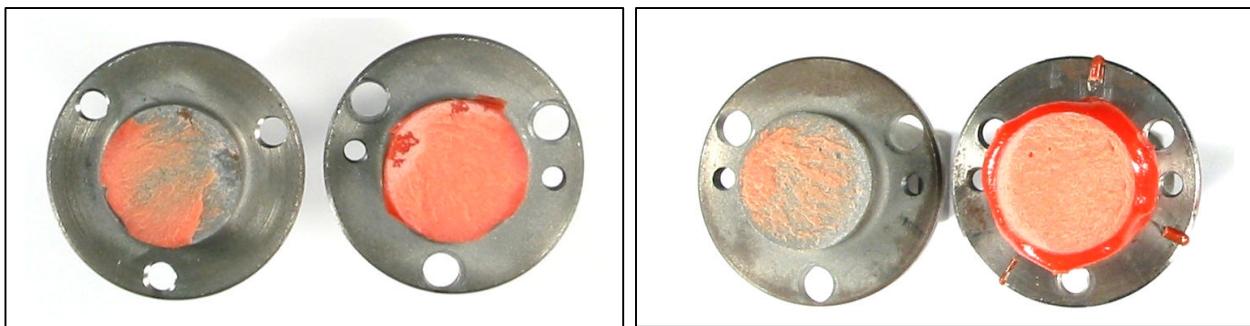


Bild 7.2.2.18: Bruchbild XD 4600
($d_k=3,0\text{mm}$ / beh)

Bild 7.2.2.19: Bruchbild XD 4600
($d_k=3,0\text{mm}$ / unbeh)

Anders als beim XB 5103 finden sich jedoch bei diesem Klebstoff bei der Betrachtung im REM keine mikroskopischen Risse in der Klebfuge, sehr wohl aber wieder in der Grenzzone zum Fügeteil, wo es zu flächigen Ablösungen gekommen ist, siehe **Bild 7.2.2.20**.

Wie in diesem Bildausschnitt zu erkennen, ist die Adhäsion nur abschnittweise zerstört (oberer Bildausschnitt). In anderen Bereichen (unterer Bildausschnitt) ist die Adhäsionszone intakt.

Beim Klebstoff Betamate 1496 beispielsweise zeigten die kontraktionsbehinderten Proben noch deutlichere Risse innerhalb der Klebfuge. Während die Proben mit einer Klebschichtdicke von 1,4mm einen großen Riss aufwiesen, waren es bei der dünneren Klebschicht (0,5mm) viele kleinere Risse. Die Proben ohne Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung hingegen zeigen in einem homogenen Bruchbild keinerlei Risse, siehe **Bilder 7.2.2.21 und 7.2.2.26**.

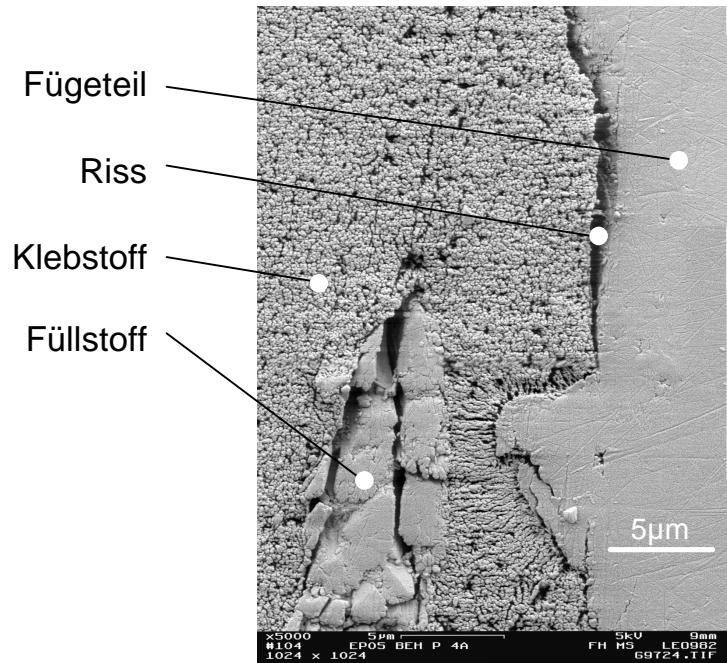


Bild 7.2.2.20: Klebfuge XD 4600, $d_k = 0,5\text{mm}$ kontraktionsbehindert in Klebschichtdickenrichtung



Bild 7.2.2.21: Bruchbild Betamate 1496
($d_k=0,5\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.22: Bruchbild Betamate 1496
($d_k=0,5\text{mm}$ / unbeh)

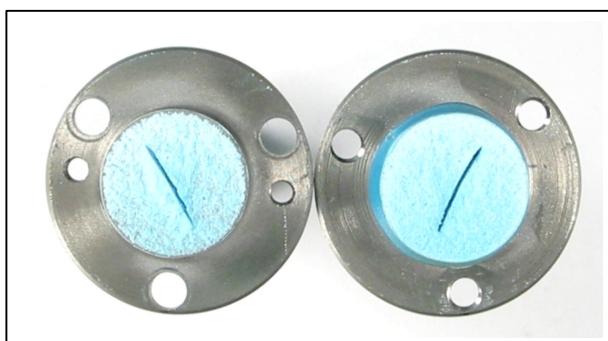


Bild 7.2.2.23: Bruchbild Betamate 1496
($d_k=1,4\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.24: Bruchbild Betamate 1496
($d_k=1,4\text{mm}$ / unbeh)



Bild 7.2.2.25: Bruchbild Betamate 1496
($d_k=3,0\text{mm}$ / beh)



Bild 7.2.2.26: Bruchbild Betamate 1496
($d_k=3,0\text{mm}$ / unbeh)

Die Betrachtung im REM zeigt auch für den Betamate 1496 Risse im Bereich der Grenzzone, siehe **Bild 7.2.2.27**.

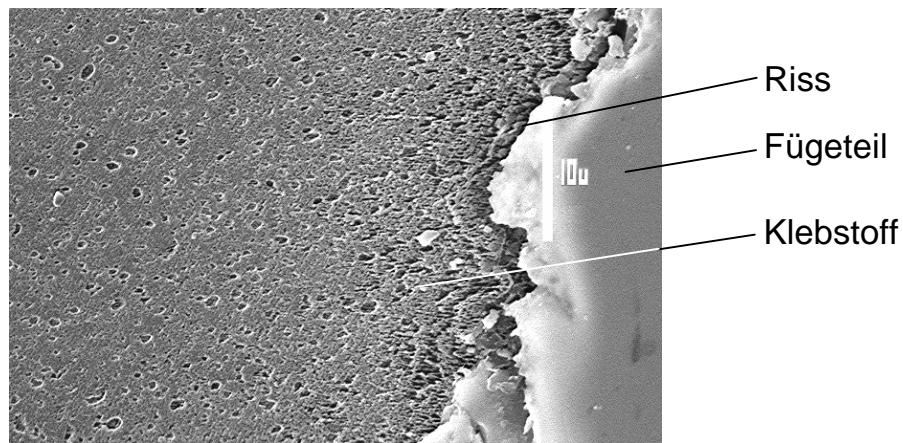


Bild 7.2.2.27: Klebfuge Betamate 1496, $d_k=0,5\text{mm}$
kontraktionsbehindert
in Klebschichtdickenrichtung

Wie auch schon beim XD 4600 (**Bild 7.2.2.20**) ist auch hier die Adhäsionszone nur partiell zerstört. Es konnte festgestellt werden, dass sich bei spröderen Klebstoffen die Rissbildung zwischen Fügeteil und Klebstoff ausgeprägter darstellt und hin zu elastischeren Klebstoffen über den XD 4600 bis hin zum Betamate 1496 abnimmt. Entsprechendes gilt für die Kontraktionsbehinderung der Klebschichten während der Vernetzung. Bei den Proben mit Behinderung der Kontraktion ist eine stärkere Rissbildung zu beobachten. Offenbar werden die inneren Spannungen, die sich durch die unterbundene Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung in der Fuge stärker ausbilden als bei den Proben mit freier Kontraktion, durch Risse abgebaut.

Bei allen drei untersuchten Epoxidharzklebstoffen ist offensichtlich, dass die Risse und Fehlstellen im Klebschichtinneren schon zu einem sehr frühen Zeitpunkt der Vernetzung entstanden sein müssen, da die Rissflächen eine glatte Oberfläche aufweisen, die der Außenhaut der Klebfuge gleicht. Insbesondere bei den Klebstoffen XD 4600 und Betamate 1496, deren Klebung glänzend schimmert, ist dies sehr gut zu beobachten.

Die offenbar makroskopischen Risse und Fehlstellen im Falle der Klebstoffe XD 4600 und Betamate 1496 sind jedoch nicht von entscheidendem Einfluss auf das Festigkeitsverhalten, da sie senkrecht zur Fügeteilloberfläche verlaufen. Vielmehr sind die fügeteilnahmen Risse für einen Abfall des Tragverhaltens bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung verantwortlich, da der

Bruch sehr fügeteilnah verläuft und gewissermaßen die vorhandenen Risse mit einbezieht.

Etwas anders sieht es beim XB 5103 aus. Hier haben die vielen Risse innerhalb der Klebfuge einen sehr großen Einfluss auf das Tragverhalten, da sie parallel zur Fügeteiloberfläche verlaufen und somit die tragende Fläche bei Zugbeanspruchung schwächen. Entsprechend verläuft der Bruch bei diesem Klebstoff nicht nur fügeteilnah, sondern über mehrere Ebenen.

7.3 Zugversuch an einschnittig überlappten ‚dicken‘ Zugscherproben

7.3.1 Versuchsdurchführung

Der Zugscherversuch nach DIN 54451 dient zur Bestimmung des Schubspannung-Schubgleitung-Verhaltens von einschnittig überlappten Klebverbindungen. Des weiteren kann mit diesem Versuch als charakteristischer Messwert der Schubmodul G ermittelt werden. Aufgrund der kurzen Überlappungslänge und der dicken Fügeteile herrscht in der Klebfuge im Vergleich zur ‚dünnen‘ Zugscherprobe ein nahezu gleichmäßiger Spannungszustand.

Die Prüfung erfolgt lagegeregelt mit einer konstanten Traversengeschwindigkeit von 10 mm/min .

Zur Beurteilung des Einflusses der Härtungseigenspannungen auf das Schubspannung-Schubgleitung-Verhalten wurden zwei Varianten von Klebungen hergestellt, siehe **Bild 7.3.1.1**.

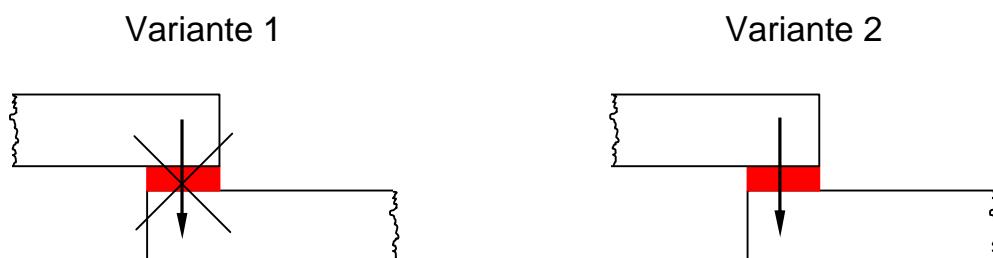


Bild 7.3.1.1: Varianten von Klebungen zur Bestimmung des Schubspannung-Schubgleitung-Verhalten

Bei Variante 1 ist in der Fügevorrichtung keine Relativbewegung der Fügeteile möglich. Dementsprechend ist die Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung unterbunden. Bei der zweiten Variante der Probenherstellung wird eben diese Klebschichtdickenkontraktion während der Klebstoffaushärtung zur Reduzierung der Härtungseigenspannungen ermöglicht. Zusätzlich erfolgte bei beiden Varianten eine Variation der Klebschichtdicke.

Zur präzisen Beschreibung der z.T. sehr geringen Verformungen wird ein DMS-basierender Feindehnungsaufnehmer (Schenck DSA 10/50, Auflösung 1µm) zur Aufzeichnung der Schubgleitung während des Versuches in unmittelbarer Nähe der Klebfuge angebracht, siehe **Bild 7.3.1.2**.

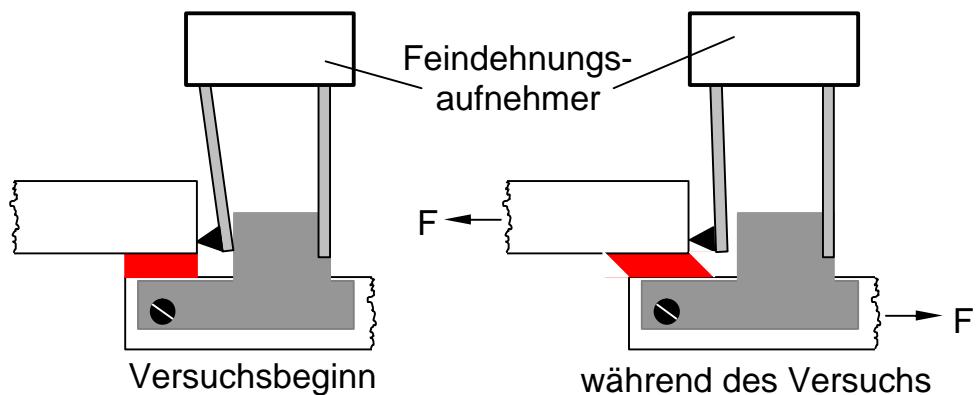


Bild 7.3.1.2: Position des Feindehnungsaufnehmers, schematisch

Um die zu einem geringen Anteil vorhandene und das Messergebnis beeinflussende Dehnung der Fügeteile bei der Auswertung zu berücksichtigen, wurden Vergleichsmessungen an entsprechenden Proben mit einer 'metallischen Klebfuge' durchgeführt, um deren Verformung die Klebstoffmessungen korrigiert werden.

Die Probenabmessungen sind in **Bild 7.3.1.3** dargestellt.

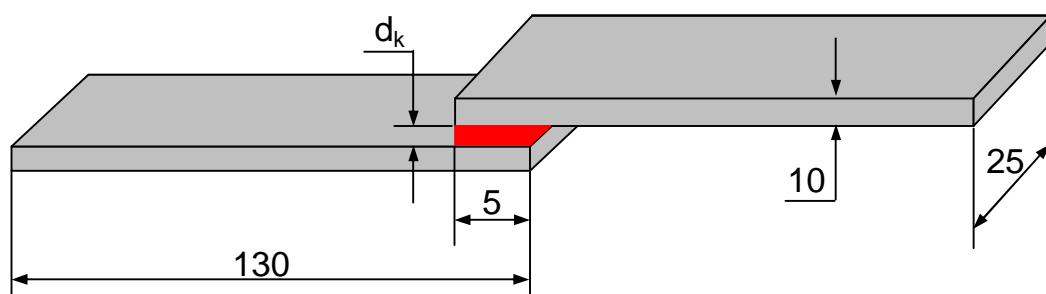


Bild 7.3.1.3: Form und Abmessung der Klebverbindungen

7.3.2 Versuchsergebnisse

Alle drei untersuchten Epoxidharzklebstoffe zeigten eine Abhängigkeit des Schubspannung-Schubgleitung-Verhalten von der Klebschichtdicke, siehe **Bild 7.3.2.1** bis **7.3.2.3**. Auf eine Auswertung für eine Klebschichtdicke von 3,0mm analog zu den Stumpfklebverbindungen (**Kapitel 7.2**) erfolgte nicht, da der Klebstoff bei dieser Klebfugengeometrie zu schnell über die schmale Seite der Fuge abfloss. Dennoch zeigt schon die Auswertung der beiden Klebschichtdicken, dass sowohl die Klebfestigkeit als auch die Bruchdehnung mit zunehmender Klebschichtdicke umso stärker abfallen, je spröder die Klebstoffformulierung ist.

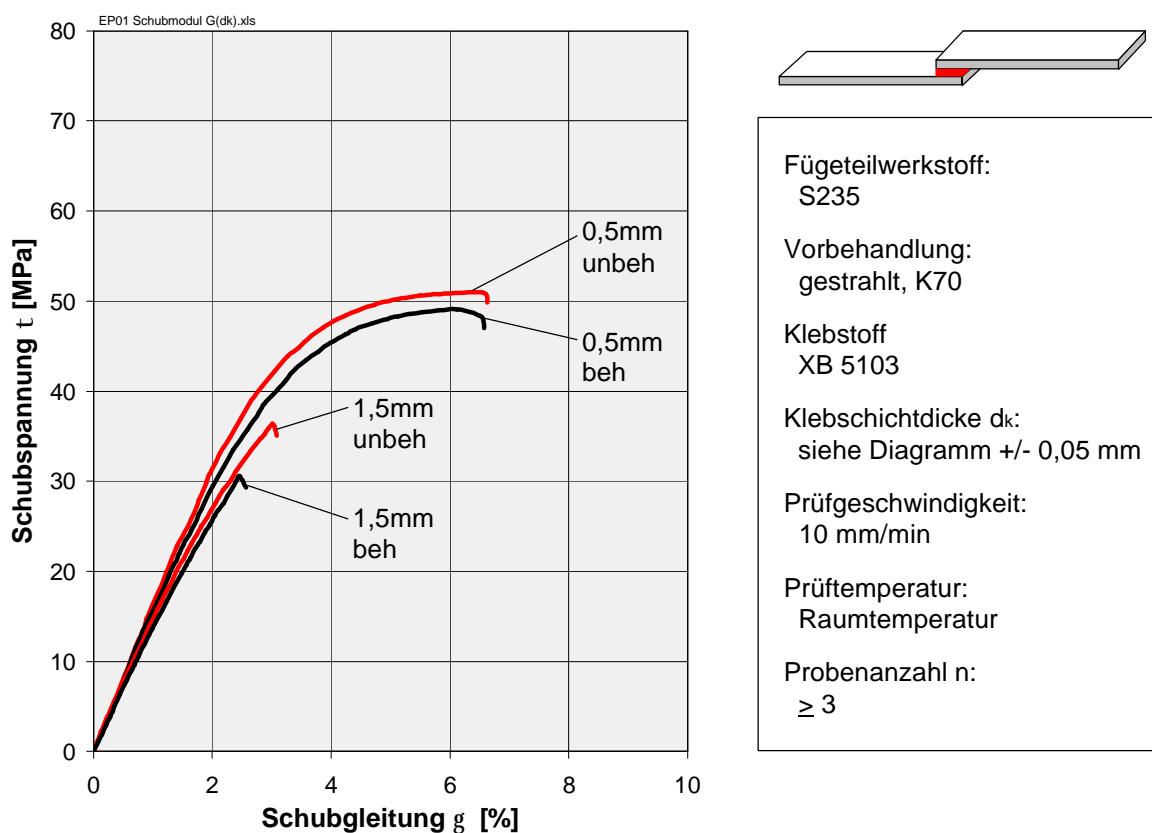
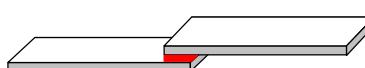
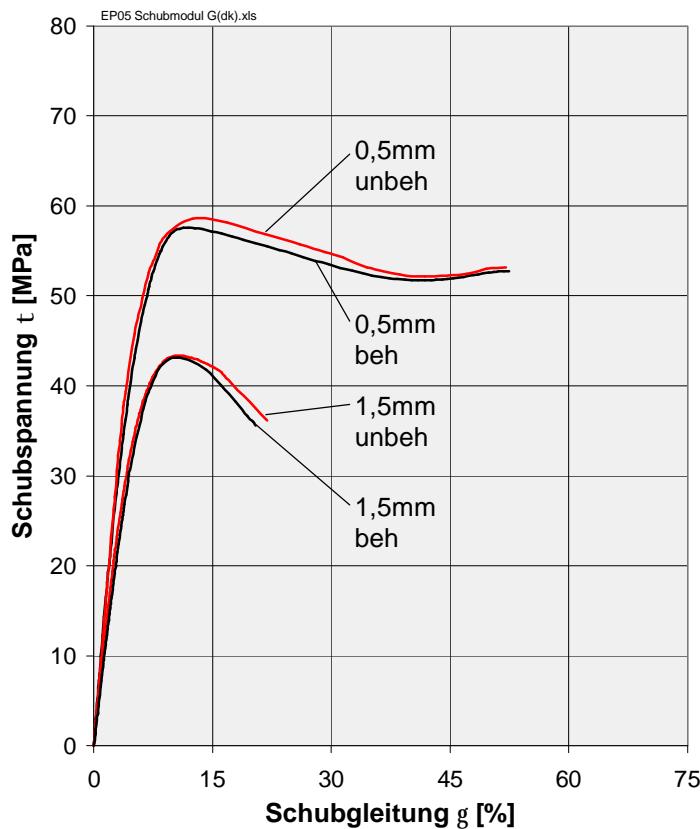


Bild 7.3.2.1: Schubspannung-Schubgleitung-Verhalten XB 5103



Fügeteilwerkstoff:
S235

Vorbehandlung:
gestrahlt, K70

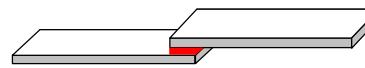
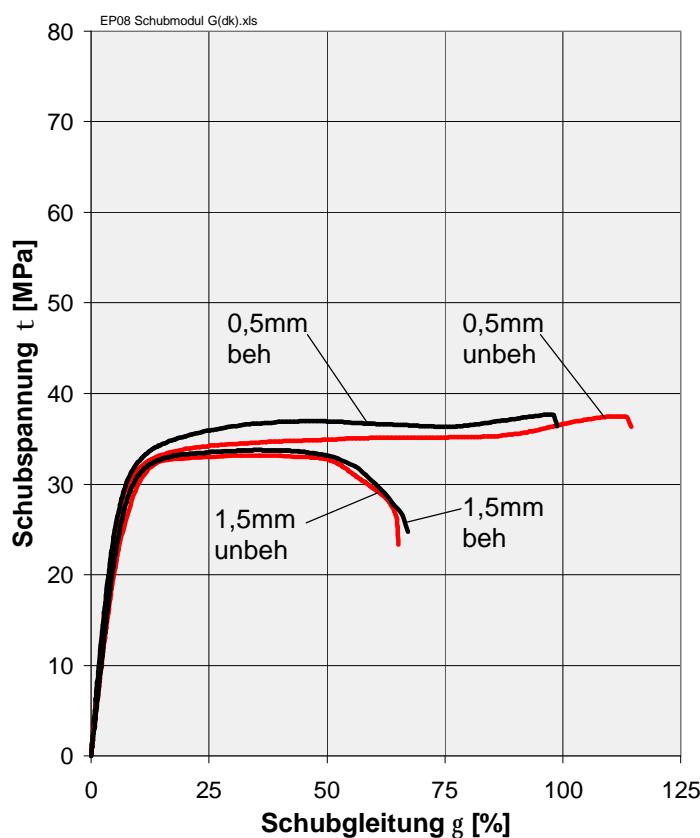
Klebstoff
XD 4600

Klebschichtdicke dk:
siehe Diagramm +/- 0,05 mm

Prüfgeschwindigkeit:
10 mm/min

Prüftemperatur:
Raumtemperatur

Probenanzahl n:
 ≥ 3



Fügeteilwerkstoff:
S235

Vorbehandlung:
gestrahlt, K70

Klebstoff
Betamate 1496

Klebschichtdicke dk:
siehe Diagramm +/- 0,05 mm

Prüfgeschwindigkeit:
10 mm/min

Prüftemperatur:
Raumtemperatur

Probenanzahl n:
 ≥ 5

Bild 7.3.2.2: Schubspannung-Schubgleitung-Verhalten XD 4600

Allerdings ist bei Schubbeanspruchung, anders als bei Normalkraftbeanspruchung, keine signifikante Abhängigkeit des Spannung-Verformung-Verhaltens vom Zustand der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung während der Vernetzung erkennbar, siehe auch den Vergleich der maximalen Schubspannung (**Bild 7.3.2.4**).

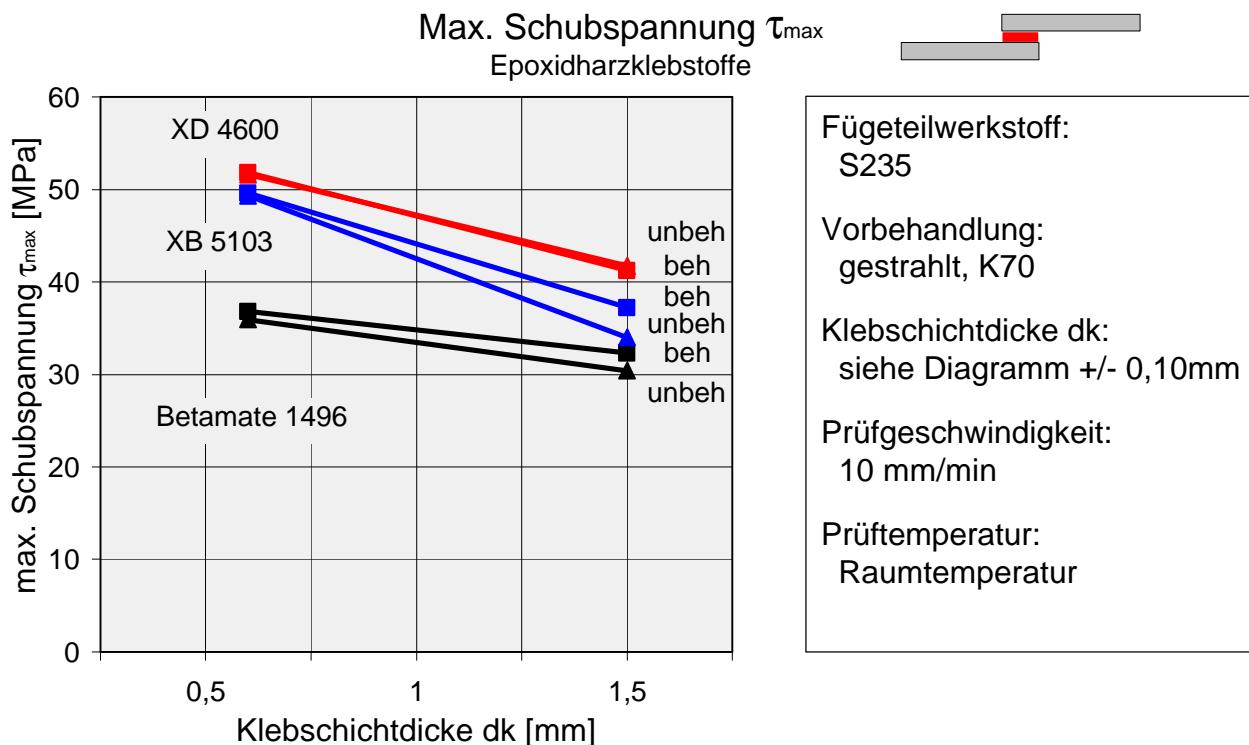


Bild 7.3.2.4: Max. Schubspannung τ_{\max} in Abhängigkeit von der Klebschichtdicke d_k und der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung

Entsprechendes gilt beim Vergleich der Schubmodulwerte (**Bild 7.3.2.5**), die jeweils bei $1/3$ der maximalen Schubspannung τ_{\max} ermittelt wurden.

Es ist offensichtlich, dass die Struktur der Klebschicht in der Art orientiert ist, dass sich die Unterschiede zwischen freier und behinderter Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung primär in Richtung der Normalspannungsbeanspruchung auswirken und nicht bei Schubbeanspruchung.

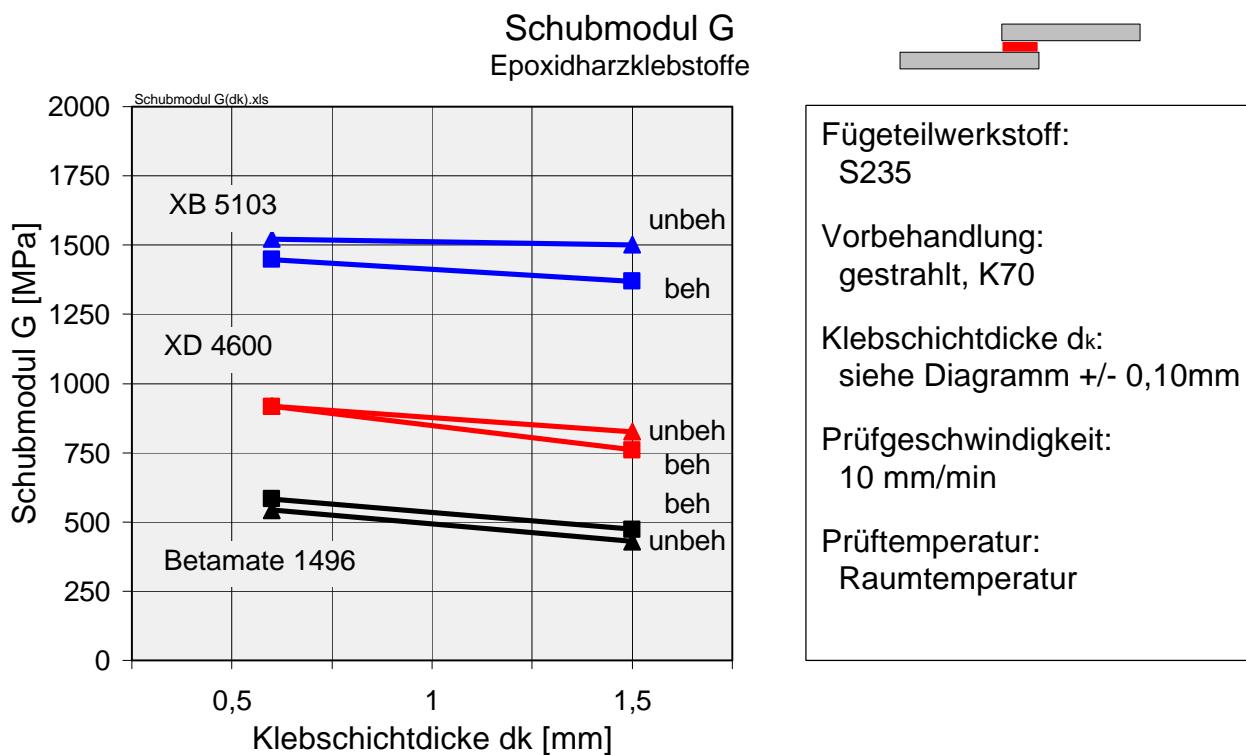


Bild 7.3.2.5: Schubmodul G in Abhängigkeit von der Klebschichtdicke d_k und der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung

7.4 Zusammenhang zwischen E , E_{kc} , G

Die vorliegenden Untersuchungen der Klebstoffe bzw. Klebschichten zeigen, dass die mechanischen Eigenschaften von

- Kontraktionsbehinderungszustand in Klebschichtdickenrichtung
- Klebschichtdicke
- Beanspruchungsrichtung

abhängig sind.

Für den vorliegenden Beanspruchungszustand gilt bei dünnen homogenen und isotropen Schichten zwischen dem einachsigen Elastizitätsmodul E und dem querkontraktionsbehinderten Kompressionselastizitätsmodul E_{kc} der Zusammenhang:

$$E_{kc} = \frac{1-\nu}{1-\nu-2\nu^2} E \quad (\text{Gl. 7.1}) \text{ vgl. } \mathbf{Kapitel 7.2.1}$$

Wendet man diese Gleichung für den Vergleich der in **Kapitel 7.1** und **7.2** ermittelten Werte der jeweiligen Elastizitätsmodule an, ergeben sich für die untersuchten Klebschichtdicken folgende Werte, siehe **Bild 7.4.1**.

Klebstoff	E-Modul [MPa] DIN EN 527	ν [–] aus Zugversuch DIN EN 527	E _{kc} -Modul [MPa]					
			berechnet	Stumpfklebungen (DIN EN 26922)				
				unbeh		beh		
				d _k [mm]				
				0,5	1,4	3,0	0,5	1,4
XB 5103	4885	0,21	5499	6189	5969	5322	3960	2893
XD 4600	3029	0,33	4488	7096	4828	4504	4927	4620
BM 1496	1565	0,40	3354	4272	3770	3275	3444	3303
								2482

Bild 7.4.1: Vergleich der Elastizitätsmodule: Klebstoffsubstanzprobe (DIN EN 527) und Stumpfklebverbindung (DIN EN 26922)

Eine zahlenmäßige Übereinstimmung zwischen den berechneten und den gemessenen Werten besteht nur für Klebschichtdicken von 3mm bei freier Kontraktionsmöglichkeit in Klebschichtdickenrichtung.

Ähnliches gilt für den Zusammenhang zwischen Elastizitäts- und Schubmodul. Für den Fall eines elastisch isotropen Materialverhaltens gilt zwischen den elastischen Konstanten gemäß dem Hooke'schen Gesetz der Zusammenhang:

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (\text{Gl. 7.3})$$

Angewendet auf die untersuchten Klebstoffe ergeben sich aus dem Elastizitätsmodul folgende Schubmodule, siehe **Bild 7.4.2**.

Klebstoff	E- Modul [MPa] DIN EN 527	ν [–] aus Zugversuch DIN EN 527	G-Modul [MPa]			
			berechnet	DIN 54451		
				d _k =0,6mm unbeh	d _k =1,5mm unbeh	d _k =0,6mm beh
XB 5103	4885	0,21	2019	1522	1500	1447
XD 4600	3029	0,33	1139	919	826	917
BM 1496	1565	0,40	559	542	429	584
						473

Bild 7.4.2: Vergleich des Elastizitätsmodul der Klebstoffsubstanzprobe (DIN EN 527) mit dem Schubmodul (DIN 54451) bei $\frac{1}{3} \tau_{\max}$

Bei diesem Vergleich ergibt sich nur für dünne Klebschichten bei den verformungsfähigeren Klebstoffen eine Übereinstimmung zwischen Berechnung und Messung, ein genereller Zusammenhang ist nicht feststellbar.

Die Vergleiche der Resultate aus berechneten und den im Versuch ermittelten Klebstoffdaten bestätigen, dass die Klebschichtstruktur keinesfalls homogen und isotrop aufgebaut ist. Dabei scheint es offensichtlich, dass die Struktur in der Klebfuge maßgeblich vom Aushärtevorgang geprägt wird und sich von der Struktur der Klebstoffsubstanz unterscheidet.

Insbesondere die Messungen des bei dünneren Klebschichten deutlich ansteigenden Kompressionselastizitätsmodul deuten weiterhin an, dass sich die Struktur der Klebfuge in Fügeteilnähe von der in Fugenmitte unterscheidet.

Die Struktur in der Klebfuge scheint dabei derart orientiert, dass sich eine Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung primär bei Normalspannungsbeanspruchung und kaum bei reiner Schubbeanspruchung bemerkbar macht. Während die Stumpfklebverbindungen große Unterschiede in den Ergebnissen zwischen freier und behinderter Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung zeigten, war bei den schubbeanspruchten Klebverbindungen kein signifikanter Unterschied erkennbar. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen tragen zur Bestätigung dieser Annahme bei, siehe **Bild 11.5**

8 Ermittlung der thermischen Längenausdehnungskoeffizienten

Wie im Stand der Erkenntnisse (**Kapitel 3**) erläutert, können unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen Fügeteil und Klebstoff eine Klebverbindung sowohl in der Abkühlphase nach der Härtung als auch bei späterem Temperaturwechsel schädigen und somit großen Einfluss auf das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten nehmen.

In den Untersuchungen sollen die thermische Längenausdehnung von ausgehärteten Klebstoffsubstanzen bestimmt und mit denen der Klebschichten verglichen werden (**Kapitel 9.1**).

Die Ermittlung der thermischen Längenänderungskoeffizienten erfolgt anhand thermodilatometrischer Messverfahren. Neben Messungen an Klebstoffsubstanzproben in einem standardisierten thermomechanischen Analysensystem (TMA), siehe **Kapitel 8.1**, wurden Untersuchungen in einem für diese Messungen entwickelten Lasermesssystem durchgeführt, (**Kapitel 8.2**).

8.1 Thermomechanische Analyse (TMA)

Mit der Methode der thermomechanischen Analyse wird die Längenänderung einer Probe als Funktion der Temperatur bestimmt. Dazu wird der Probenkörper in der Temperierkammer erhitzt bzw. abgekühlt und die dabei hervorgerufene Längenänderung messtechnisch erfasst. Das Eigengewicht des auf der Probe aufliegenden Messföhlers kann durch Ausbalancieren kompensiert werden. Dies geschieht inzwischen üblicherweise über einen Linearmotor.

Als Referenzergebnisse und Basis bei der Entwicklung des Lasermesssystems (**Kapitel 8.2**) wurden diese Versuche mit einem Netzsch TMA 202 direkt beim Hersteller des Messgerätes durchgeführt.

Der prinzipielle Versuchsaufbau ist in **Bild 8.1.1** dargestellt.

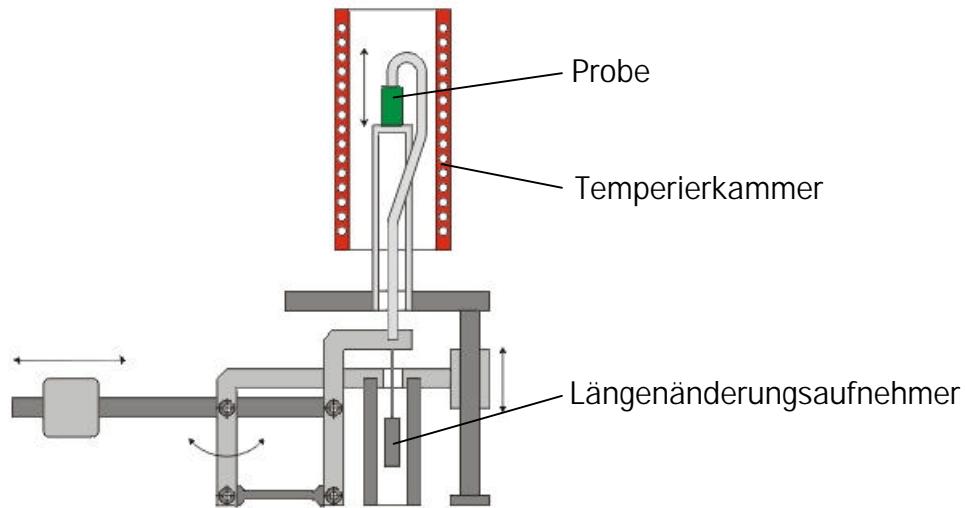


Bild 8.1.1: Versuchsaufbau Thermomechanische Analyse, schematisch [93]

Als Probenkörper werden ausgehärtete Klebstoffrundlinge verwendet, die Abmessungen sind **Bild 8.1.2** zu entnehmen.

Die Herstellung erfolgt in einer Teflonform, um Adhäsion an der Vorrichtung zu verhindern. Nach dem Aushärten (Objekttemperatur 180°C, 20') und Abkühlen können die Proben daher leicht aus der Form entnommen werden.

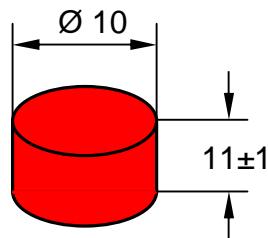


Bild 8.1.2: TMA-Proben –Form und Abmessungen

In **Bild 8.1.3** sind die Verläufe der thermischen Längenänderung für die Epoxidharzklebstoffe XB 5103, XD 4600 und Betamate 1496 dargestellt.

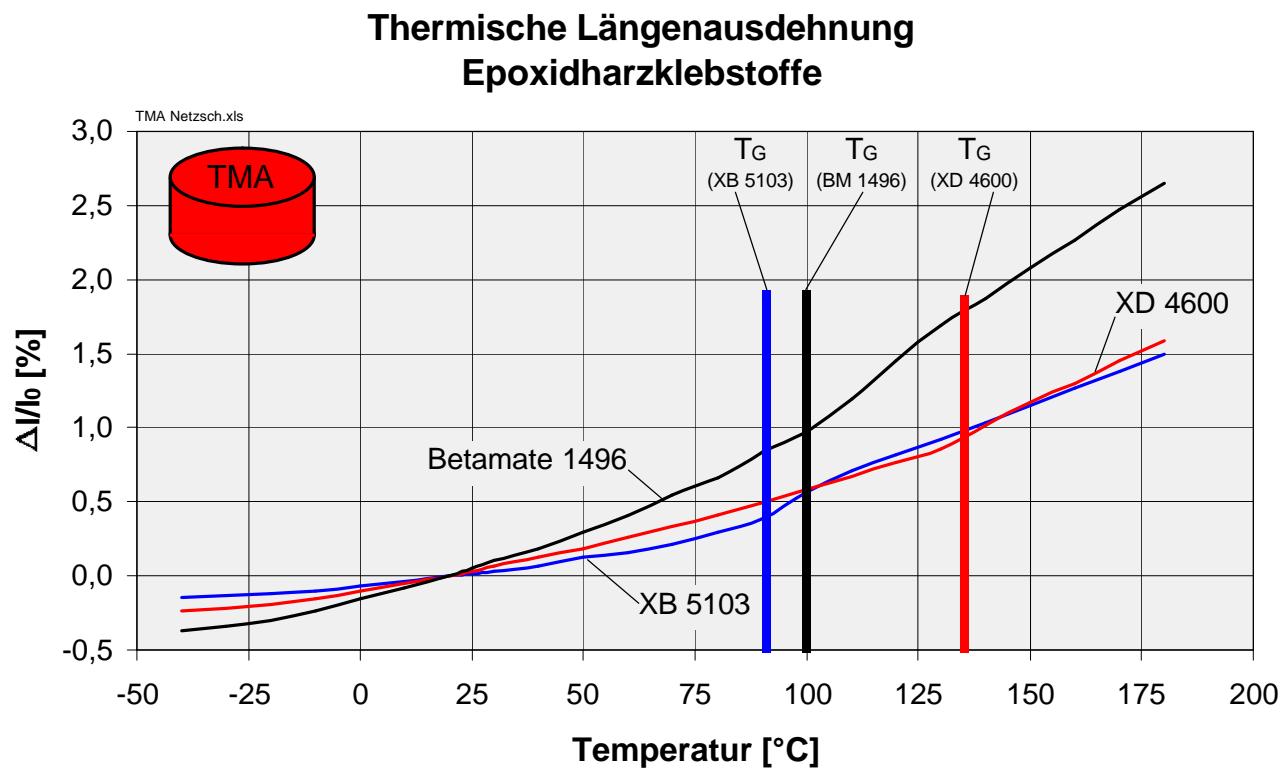


Bild 8.1.3: Thermische Längenausdehnung - TMA

Die Kurvenverläufe und die aus den Kurven errechneten thermischen Längenänderungskoeffizienten (siehe **Bild 8.1.4**) zeigen, dass die Klebstoffe keinen über den untersuchten Temperaturbereich konstanten Wärmedehnungskoeffizienten besitzen.

Dabei fällt auf, dass der Klebstoff im Temperaturbereich um die Glasübergangstemperatur T_G seine größte Steigungsänderung erfährt. Gründe hierfür liegen in der mikrobrownsschen Bewegung der Polymermoleküle, die unterhalb der Glasübergangstemperatur einfriert und folglich die geringere thermische Längenausdehnung unterhalb von T_G erklärt. Die mikrobrownssche Bewegung kennzeichnet eine thermische Bewegung von Kettensegmenten und Seitenketten eines Makromoleküls, ohne dass jedoch das Makromolekül als solches im Sinne eines Platzwechsels in eine dafür ausreichende Bewegung gerät [33].

	XB 5103	XD 4600	Betamate 1496
Temperaturbereich	$\alpha [10^{-6} \text{ 1/K}]$		
-40°C – -20°C	12	21	33
-20°C – 0°C	26	46	72
0°C – 20°C	34	50	78
20°C – 25°C	30	67	104
25°C – 40°C	35	61	87
40°C – 60°C	45	66	110
60°C – 80°C	67	79	129
80°C – 100°C	138	83	155
100°C – 120°C	123	91	238
120°C – 140°C	108	124	205
140°C – 160°C	115	140	191
160°C – 180°C	115	140	190
25°C – 180°C	96	100	167

Bild 8.1.4: Thermischer Längenausdehnungskoeffizient α - TMA

8.2 Lasermessung an stabförmigen Proben

Der Versuchsaufbau zur Ermittlung des thermischen Längenausdehnungskoeffizienten α (**Bild 8.2.1**) beruht prinzipiell auf der Dilatometrie-Methode. Die Erfassung der Längenänderung erfolgt in diesem Fall jedoch berührungslos mittels zweier Messlaser.

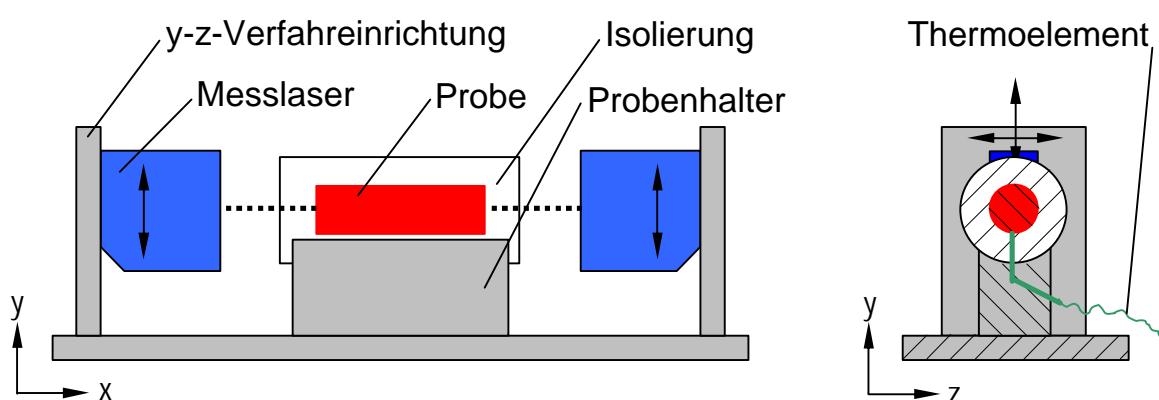


Bild 8.2.1: Versuchsaufbau Lasermessung, schematisch

Das Lasermesssystem wird vor Messbeginn über eine Verfahrenseinrichtung entsprechend der Probengeometrie positioniert.

Die Proben werden zur Vorbereitung auf die Messung im Umluftofen erwärmt. Sie stecken dabei in einer dickwandigen Teflonisolierung, die eine gleichmäßige Temperaturverteilung sicherstellt.

Um eine freie Beweglichkeit der zu messenden Probe zu gewährleisten, ist in der Vorrichtung nur die Messung der Oberflächentemperatur der Probe möglich. Daher wird zu jeder Messung eine zweite Probe (Dummyprobe) gleichen Materials und gleicher Abmessungen mit erwärmt, an der sowohl wiederum an der Probenoberfläche als auch im Probeninneren ein Thermoelement angebracht sind, siehe **Bild 8.2.2**, um die Temperaturverteilung innerhalb der Probe während der gesamten Messung zu protokollieren. Aufgrund der dicken Isolierung beträgt die Temperaturdifferenz zwischen Probenoberfläche und Probeninnerem maximal 5 °C.

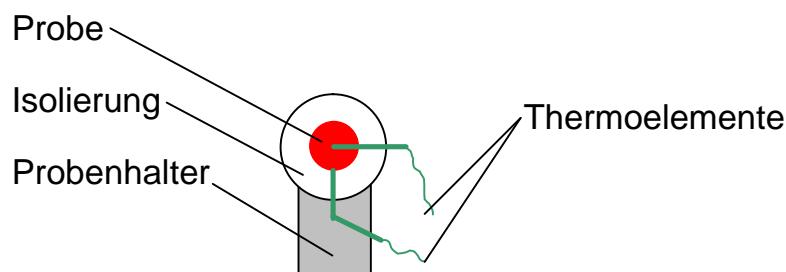


Bild 8.2.2: Dummyprobe

Ist die geforderte Temperatur erreicht, wird die zu messende Probe mitsamt der Isolierung in den Probenhalter der Vorrichtung gelegt. Während der Abkühlung wird über das nach dem Triangulationsprinzip arbeitendes Lasermesssystem die Längenänderung gemessen. Die Dummyprobe liegt dabei zur Messung der Temperaturen in einem Probenhalter neben der Vorrichtung, siehe **Bild 8.2.3**.

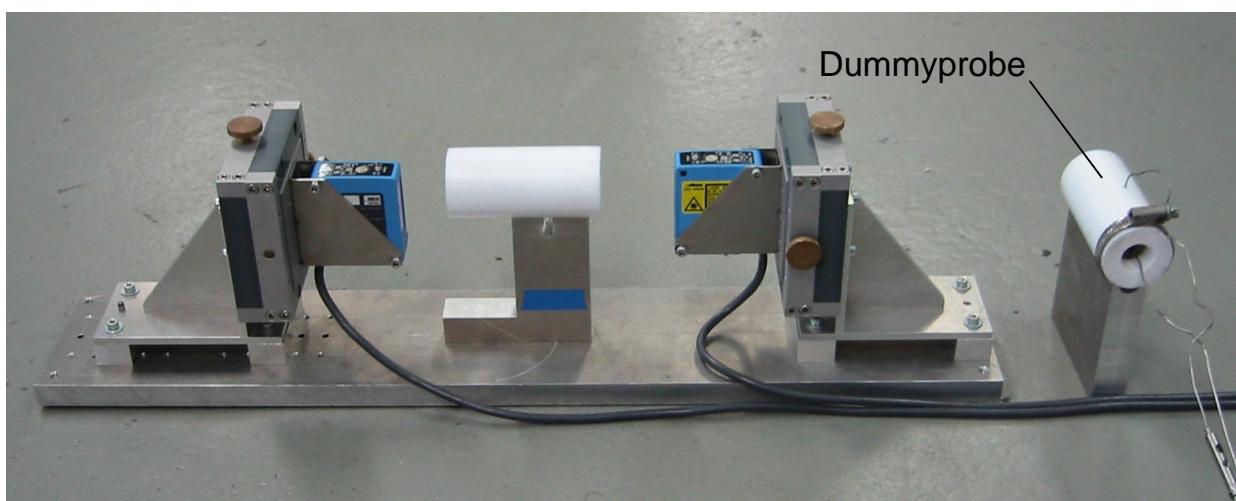


Bild 8.2.3: Vorrichtung mit Dummyprobe

Zur Messwerterfassung wird ein Messverstärker 'Spider 8' in Kombination mit der Software 'Catman' (beides HBM) eingesetzt. Die Weiterverarbeitung der Daten erfolgt mit MS Excel.

Als Versuchskörper werden Rundproben verwendet, deren Herstellung entsprechend den Proben aus **Kapitel 8.1** in einer Teflonform erfolgte. Die Abmessungen sind **Bild 8.2.4** zu entnehmen.

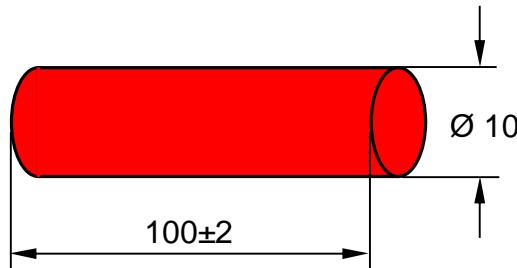


Bild 8.2.4: Probengeometrie Lasermessung

Die Ergebnisse aus den Messungen sind in **Bild 8.2.5** dargestellt.

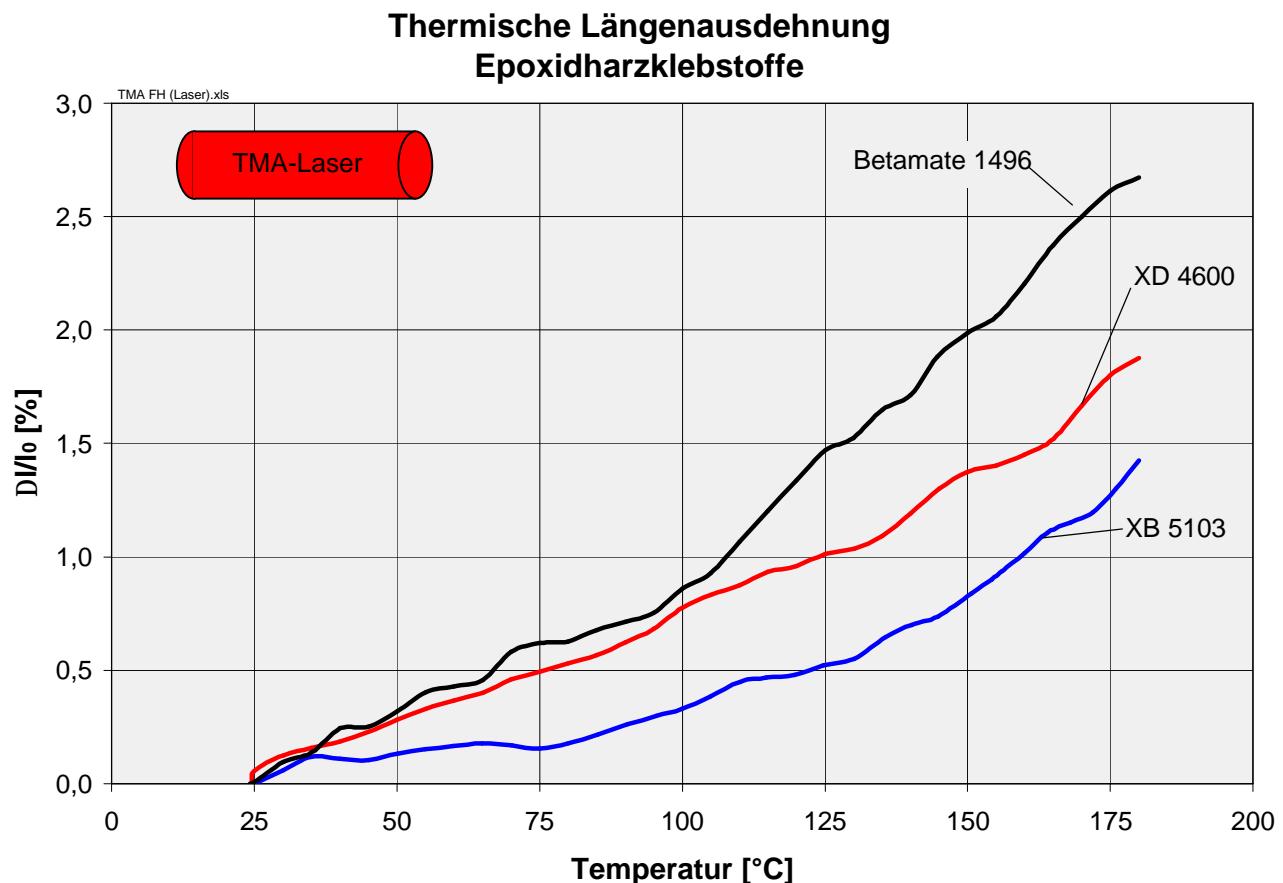


Bild 8.2.5: Thermische Längenausdehnung – TMA (Lasermessung)

Insbesondere der für die nachfolgenden Untersuchungen im Zusammenhang mit dem Expansions- und Kontraktionsverhalten von Klebverbindungen (**Kapitel 9.1**) relevante Wert des gemittelten thermischen Längenausdehnungskoeffizienten für den Temperaturbereich von 180°C bis 25°C, $\alpha_{180-25°C}$, zeigt bei allen untersuchten Klebstoffe eine sehr zufriedenstellende Übereinstimmung mit den Referenzergebnissen, siehe **Bild 8.2.6**.

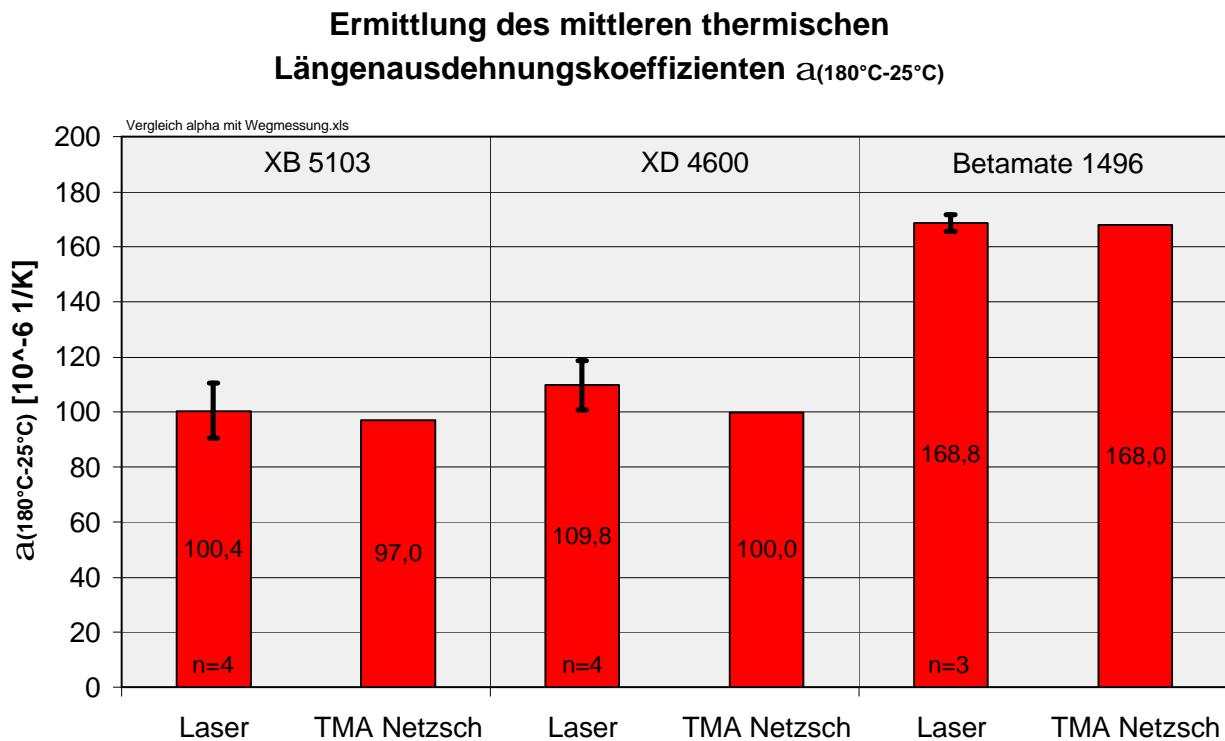


Bild 8.2.6: Mittlerer thermischer Längenausdehnungskoeffizient $\alpha_{180°C-25°C}$

9 Expansions- und Kontraktionsverhalten / Spannungsaufbau in Klebschichten während der Härtung

Erkenntnisse über den temperaturabhängigen Verlauf des aushärtungsbedingten Expansions- und Kontraktionsverhaltens sind von besonderer Bedeutung für die Charakterisierung von Klebverbindungen. Wie im Erkenntnisstand (**Kapitel 3**) erläutert, ist für den praktischen Anwendungsfall in erster Linie das Kontraktionsverhalten in Klebschichtdickenrichtung von Interesse.

Verschiedene bekannte Verfahren der thermischen Analyse erfüllen zwar die Forderung nach einer temperaturabhängigen Beurteilung des Expansions- und Kontraktionsverhaltens, allerdings mit der Einschränkung eines bereits ausgehärteten Klebstoffs. Eine Untersuchung beginnend mit dem noch unvernetzten Klebstoff bis zum fertig ausgehärteten und wieder abgekühlten Klebstoff ist mit diesen Methoden nicht direkt möglich.

Der Versuchsaufbau nach [69] basiert auf der Integration eines Messtiegels zur Aufnahme des unvernetzten Klebstoffs in ein bestehendes thermomechanisches Analysensystem und ermöglicht daher die Erfassung des gesamten Aushärtevorgangs, siehe **Bild 9.1**.

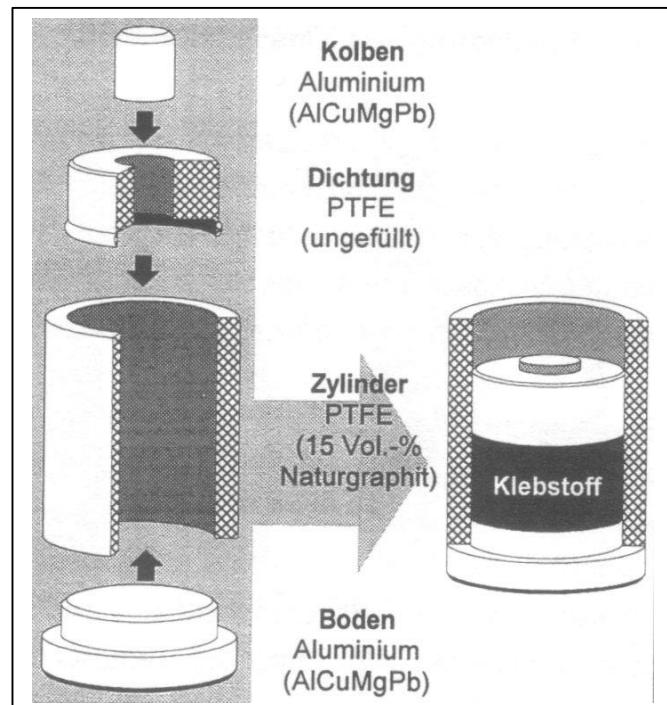


Bild 9.1: Messtiegel nach [69]

Der im folgenden beschriebene Versuchsaufbau stellt eine eigenständige Methode dar, die nicht in ein thermisches Analysensystem integriert wird und somit eine größere Freiheit bzgl. Fügeteil- und Klebfugengeometrie ermöglicht.

9.1 Versuchseinrichtung zur Ermittlung des Expansions- und Kontraktionsverhaltens von Klebverbindungen in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung

9.1.1 Anforderungen und konstruktive Umsetzung

Die wesentliche Anforderung an die Versuchseinrichtung besteht in der Möglichkeit, das Expansions- und Kontraktionsverhaltens eines Klebstoffes in einer Klebverbindung kontinuierlich während des gesamten Aushärtevorganges in Klebschichtdickenrichtung zu messen, beginnend beim noch unvernetzten Klebstoff.

Im Hinblick auf die Simulation realitätsnaher, am Karosserierohbau orientierter Aushärtebedingungen besteht die Forderung nach kontrollierter Temperierung der zu untersuchenden Klebverbindungen ebenso wie eine hohe Genauigkeit und Reproduzierbarkeit bei der Messung der Klebschichtdickenänderung.

Die konstruktive Umsetzung der Versuchseinrichtung erfolgte gemäß dem Prinzip der Balkenwaage, siehe **Bild 9.1.1.1**. An einem Ende des Messbalkens ist die Aufnahme der Fügeteile angebracht, auf der gegenüberliegenden Seite die Aufnahme für einen induktiven Wegaufnehmer zur Messung der Klebschichtdickenänderung.

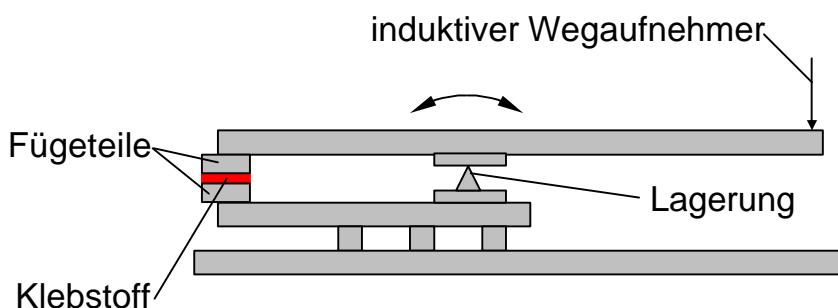


Bild 9.1.1.1: Versuchseinrichtung zur Bestimmung des Expansions- und Kontraktionsverhaltens von Klebverbindungen während der Härtung, schematisch

Durch die Geometrie des Messbalkens kann das Übersetzungsverhältnis und somit die Verstärkung des Messsignals beeinflusst werden. Dabei hat sich ein Verstärkungsfaktor von 1,5 aufgrund der zum Teil sehr geringen Klebschichtdickenänderungen und angesichts der verwendeten Wegaufnehmer als sinnvoll herausgestellt.

Um der Forderung nach einer kontrollierten Temperierung zu genügen, befindet sich der Versuchsaufbau komplett in einem eigens konstruierten Umluftofen mit definiert regelbarer Heizleistung. Dadurch wird gewährleistet, konkrete Aushärtebedingungen, beispielsweise entsprechend der Abläufe im Automobilbau, simulieren zu können.

Die Vorrichtung besteht im Wesentlichen aus der Grundplatte (1), einem Unterbalken (2) sowie aus einem Oberbalken (3) und dessen Lagerung (4), **Bild 9.1.1.2.**

Der Unterbalken ist über Distanzstücke (5) mit der Grundplatte verschraubt. Die Montage nicht direkt auf der Grundplatte soll einen zu großen Einfluss der Plattenmasse auf die Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten vermeiden.

Am Unterbalken ist eine Aufnahmebohrung für das untere Fügeteil (6) angebracht. Auf dem Unterbalken befindet sich auch die Lagerung für den Oberbalken, welcher auf zwei Lagerdornen (4.1) aufliegt. Durch diese Art der Lagerung wird eine hysteresefreie Bewegung des Oberbalkens ermöglicht und ein Verrücken im Lager selbst vermieden (Lagerspiel).

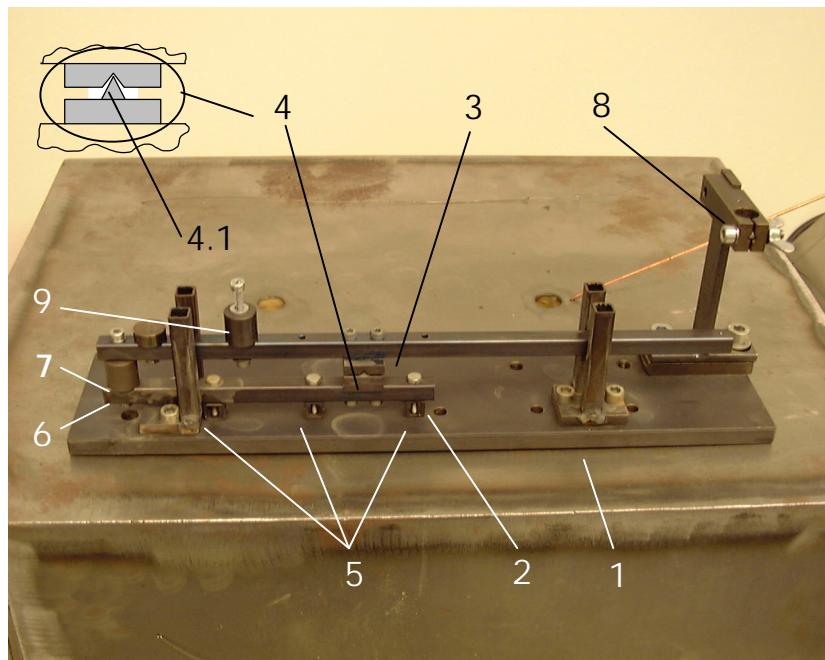


Bild 9.1.1.2: Messvorrichtung

Der Oberbalken ist durch eine Nut auf den Lagerdornen geführt. An einem Ende befindet sich die Aufnahme für das obere Fügeteil (7), auf der anderen Seite die Aufnahme für den Wegaufnehmer (8). Des weiteren sind Aufnahmemöglichkeiten für Gewichte (9) zur Balancierung der Vorrichtung (Trimmen) vorhanden.

Als Messaufnehmer wird ein thermisch beständiger, induktiver Wegaufnehmer verwendet. Diese Methode wurde der zunächst vorgesehenen berührungslosen Messmethode (Laser) vorgezogen, da sich die Lasermessung nicht durch die Wärmeisolation hindurch durchführen lässt.

Zur Messwerterfassung wird der PC-gestützte Messverstärker 'Spider 8' in Verbindung mit dem Software-System 'Catman' der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM) eingesetzt.

Die Messvorrichtung befindet sich in einem isolierten Gehäuse mit angeschlossenem Heizgebläse, siehe **Bild 9.1.1.3**.

Mit 2,3 kW Heizleistung ist ein Erreichen der Härtungstemperatur der Probe in weniger als 10 Minuten möglich. Für langsame Aufheizraten kann der Volumenstrom des Gebläses über eine Drosselklappe reduziert werden. Das Gebläse ist mit einem Regelkreis verschaltet, der über ein im Gehäuse angebrachtes Thermoelement die Temperatur regelt.

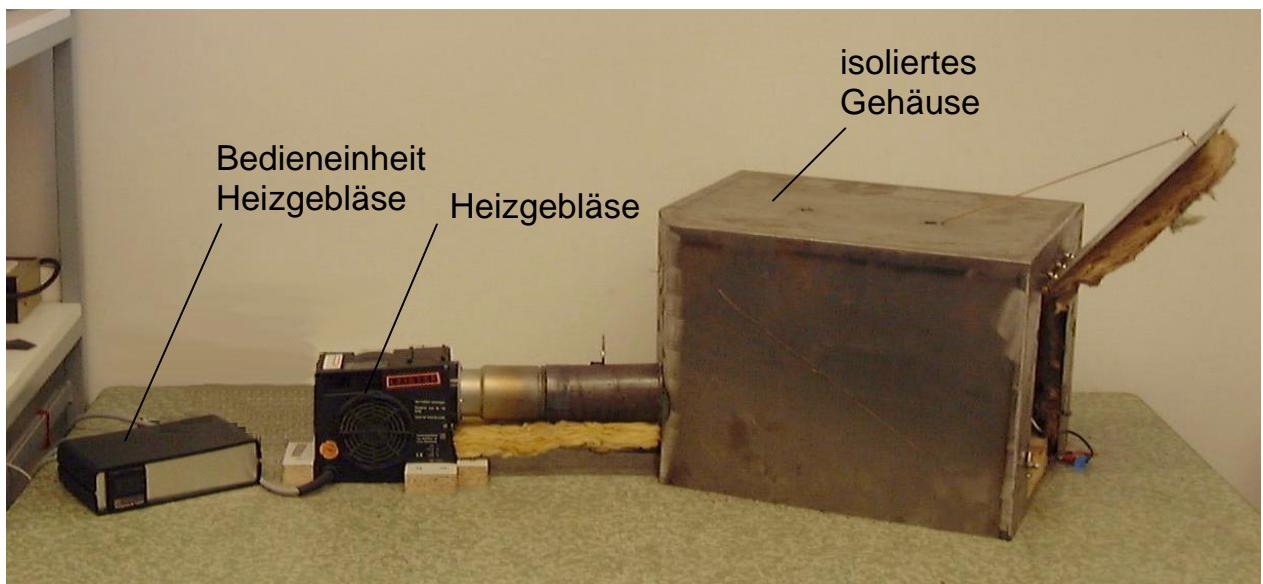


Bild 9.1.1.3: Gehäuse und Heizeinrichtung

Auf dem Bodenblech des Gehäuses befindet sich eine Führung zur reproduzierbaren Positionierung der Messvorrichtung im Heizluftstrom. Am anderen Ende sind die Aufnahmen für die beiden Thermoelemente angebracht, siehe **Bild 9.1.1.4**.

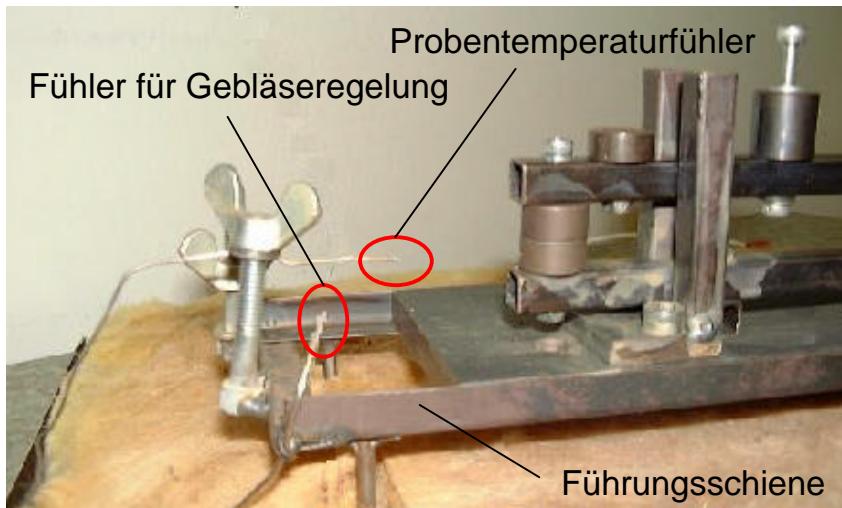


Bild 9.1.1.4: Positionierung der Thermoelemente

Das Thermoelement zur Erfassung der Probentemperatur ist dabei so ausgerichtet, dass es später selbsttätig in die Aufnahmebohrung im Probenkörper eingeführt wird.

Vor dem eigentlichen Messbeginn ist eine Feinbalancierung des oberen Messbalkens notwendig, damit kein Druck auf den noch weichen Klebstoff ausgeübt wird, der das Messergebnis negativ beeinflussen würde.

Die konstruktiv – durch unterschiedliche Abmessungen – bedingte und durch die unterschiedliche Erwärmung entstehende Eigenbewegung der Vorrichtung wird durch Nullmessungen quantifizierbar gemacht, um diese mit den späteren Messungen verrechnen zu können und ein reines, klebstoffspezifisches Signal zu erhalten.

Als Nullmessung werden die Messungen ohne Klebstoff bezeichnet, die zur Ermittlung der vorrichtungsspezifischen Wegkurve gemessen werden. Sie dienen dazu, die Messergebnisse der Reihenmessungen um dieses Signal zu bereinigen.

Bild 9.1.1.5 zeigt verschiedene Signalkurven von Nullmessungen. Die Nullkurven streuen im Wegsignal um $\pm 10\mu\text{m}$, was bei der späteren Verrechnung mit dem Klebstoffsignal eine geringe Fehlergröße ergibt, siehe dazu auch **Kapitel 9.1.3**.

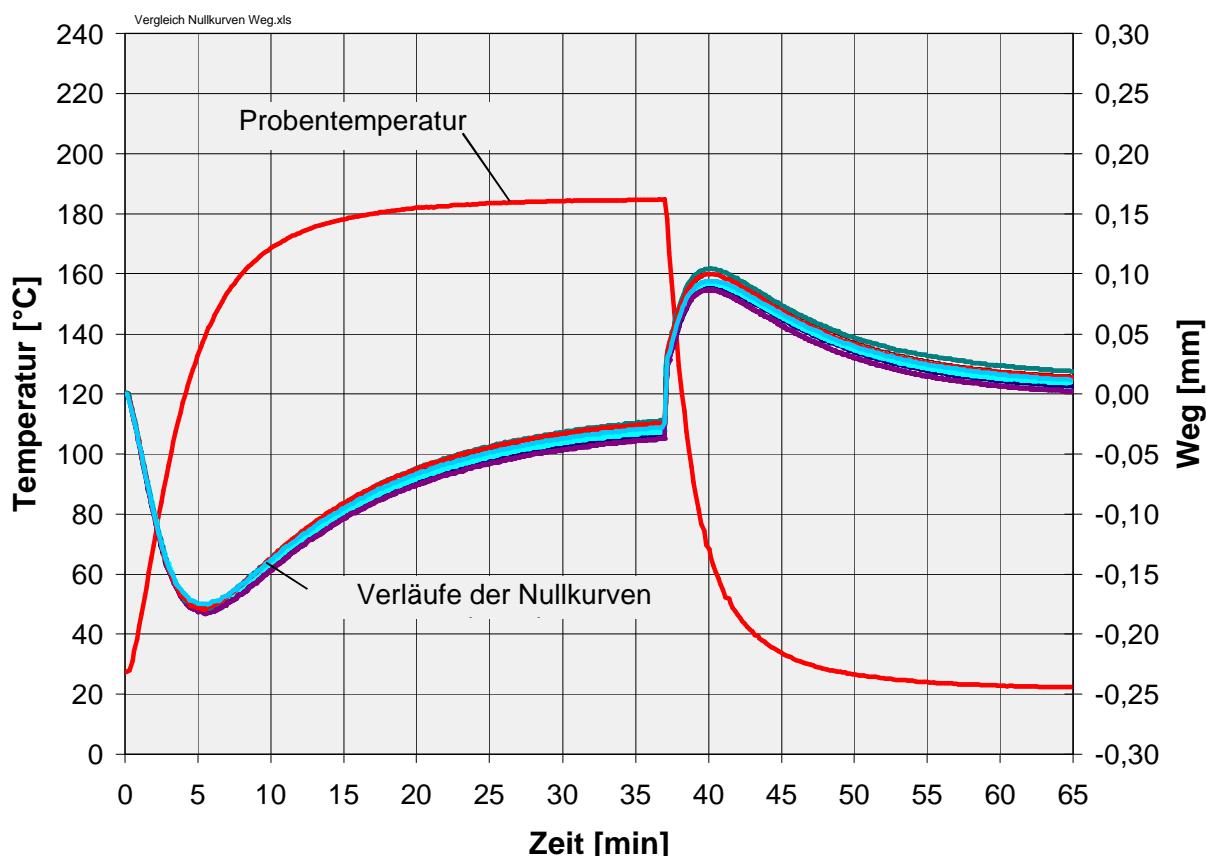


Bild 9.1.1.5: Vergleich der Nullkurven - Wegmessung

9.1.2 Probenformen und –abmessungen

Als Fügeteile werden zylindrische Stahlproben (S 235) eingesetzt, siehe Bild 9.1.2.1, die in ihrer Geometrie den Stirnzugproben angepasst sind, um Quervergleiche bei der Ergebnisbeurteilung ziehen zu können. Des weiteren ergibt sich bei der Rundprobe im Vergleich zur Rechteckprobe eine gleichmäßigere Spannungsverteilung, was eine Beurteilung des Querkontraktionseinflusses bei Reduzierung der Klebschichtdicke vereinfacht.

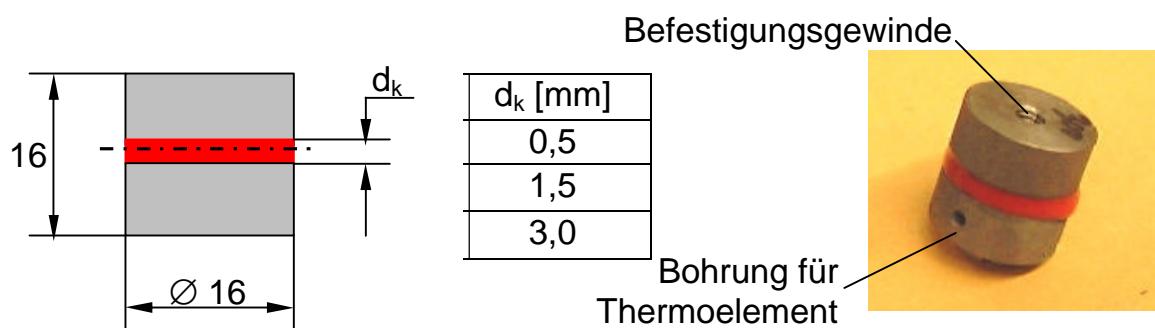


Bild 9.1.2.1: Form und Abmessungen der Klebverbindungen (Rundprobe)

Die Probenkörper sind jeweils mit einem Befestigungsgewinde versehen, welche senkrecht zur und gegenüber der Fügefläche liegt. Die unteren Fügeteile haben zusätzlich eine Aufnahmebohrung für den Temperaturfühler zur Ermittlung der Probentemperatur. Die Messung erfolgt etwa in Probenmitte, 6mm vom Rand. Die Höhe der Fügeteile wird durch die zu messende Klebschichtdicke vorgegeben, da die Gesamthöhe der Fügeteile und des Klebstoffes, vorgegeben durch den Abstand vom oberen und unteren Balken der Messvorrichtung, konstant sein muss.

Neben den Untersuchungen an den runden Fügeteilen wurden Vergleichsmessungen an rechteckigen Fügeteilen durchgeführt (**Kapitel 9.1.6**). Die Abmessungen sind **Bild 9.1.2.2** zu entnehmen.



Bild 9.1.2.2: Form und Abmessungen der Klebverbindungen (Rechteckprobe)

9.1.3 Messgenauigkeit der Vorrichtung

Die statistischen Auswertungen (**Kapitel 16**) ergaben bei sämtlichen Messungen eine Normalverteilung der Ergebnisse. Somit ist auszuschließen, dass systematische Fehler die Messungen beeinflussen.

Berechnungen und Untersuchungen von [79] haben für die Vorrichtung eine klebschichtdickenabhängigen Messgenauigkeit von unter 5% ergeben.

9.1.4 Temperaturverlauf in der Klebfuge

Grundsätzlich problematisch bei der Betrachtung des temperaturabhängigen Klebschichtverhaltens ist die unterschiedliche Temperaturverteilung in der Klebfuge während der Aufheiz- und Abkühlphase. Zum einen besteht die Gefahr einer nicht ausreichenden Härtung im Inneren der Klebfuge aufgrund zu geringer Temperaturen in diesem Bereich und zum anderen kann die ungleichmäßige Temperaturverteilung speziell bei der Abkühlung lokal die Entstehung innerer Spannungen verstärken, vgl. **Kapitel 3**. Zur Ermittlung des zeitlichen Temperaturverlaufs wurde der Temperaturgang an verschiedenen Stellen in der Klebfuge in unterschiedlichen Abständen vom Rand ermittelt, siehe **Bild 9.1.4.1**.

t [min]	T [°C]			
	r=0mm	r=3mm	r=6mm	r=8mm
5	52	62	125	185
10	91	102	168	185
20	146	151	182	185
30	172	174	185	185
35	180	181	185	185
40	144	136	113	80
50	79	76	63	55
60	48	47	40	33
70	34	33	30	27

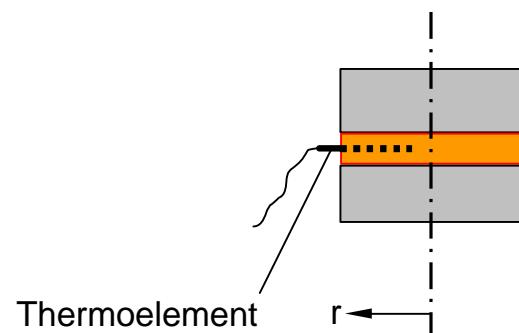


Bild 9.1.4.1: Temperaturmessungen in der Klebfuge

Die Messungen zeigen, dass über 20 Minuten an jeder Stelle mindestens 150°C gehalten werden, was dem Temperaturprofil gemäß **Bild 9.1.1.2** entspricht, ebenso werden die Härtungsbedingungen gemäß Herstellerdatenblatt (>140°C / 30') erfüllt.

Aus den Messungen geht aber auch hervor, dass die Temperaturunterschiede innerhalb der Klebfuge mitunter sehr groß sind, siehe **Bild 9.1.4.2**.

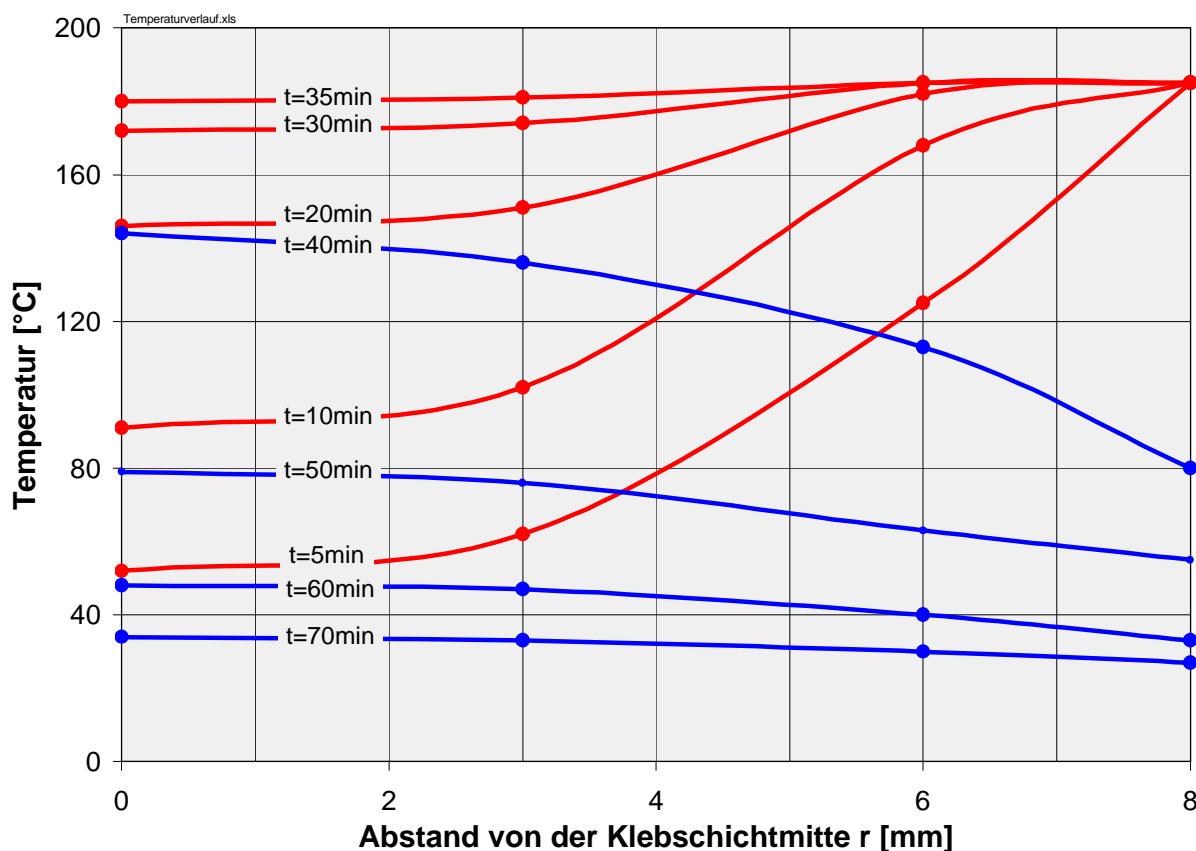


Bild 9.1.4.2: Temperaturverlauf in der Klebfuge - Wegmessung

9.1.5 Darstellung und Vergleich der Messergebnisse

Bild 9.1.5.1 zeigt schematisch einen typischen Verlauf der Klebschichtdickenänderung der untersuchten Klebstoffe während der Härtung.

In der Aufheizphase expandiert der Klebstoff anfangs stark. Mit zunehmender Temperatur wird die Expansion aufgrund der einsetzenden Vernetzungsreaktion zunächst verlangsamt, um dann etwa mit Erreichen der Härtungstemperatur den Höchstwert einzunehmen. Diese Phase wird im Folgenden als Expansionsphase (Δd_{exp}) bezeichnet. Im Verlauf der Temperaturhaltephase kommt es aufgrund der fortlaufenden (chemischen) Härtungsreaktionen zu einem deutlichen Kontraktionsbestreben der Klebschicht. Dieser Bereich wird als chemische Kontraktion (Δd_{chem}) bezeichnet. Nach dem Härtungsvorgang kontrahiert die Klebschicht beim Abkühlen auf Raumtemperatur weiter. Dieses Schrumpfen ist aufgrund der Temperaturänderung rein physikalisch begründet und wird daher im Folgenden physikalische Kontraktion (Δd_{phys}) genannt.

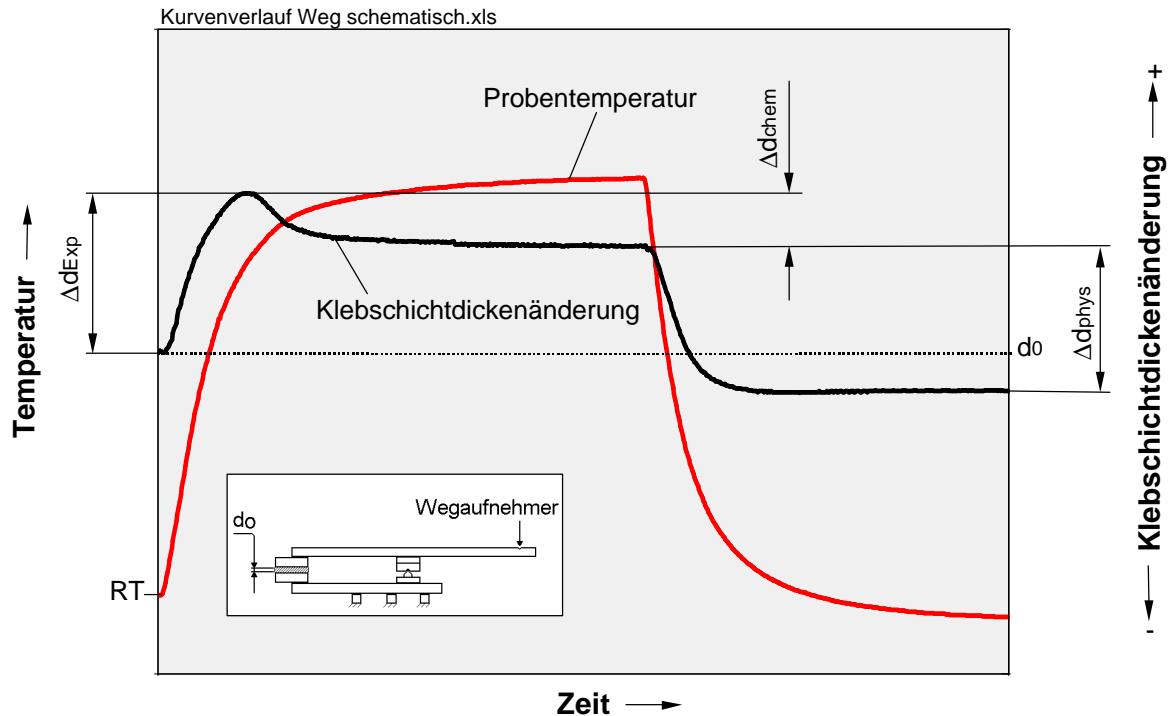


Bild 9.1.5.1: Klebschichtdickenänderung während der Härtung, schematisch

Bei den im Wesentlichen untersuchten Epoxidharzklebstoffen zeigen sich zum Teil große Unterschiede hinsichtlich des Expansions- und Kontraktionsverhaltens in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung, siehe **Bild 9.1.5.2** bis **9.1.5.4**.

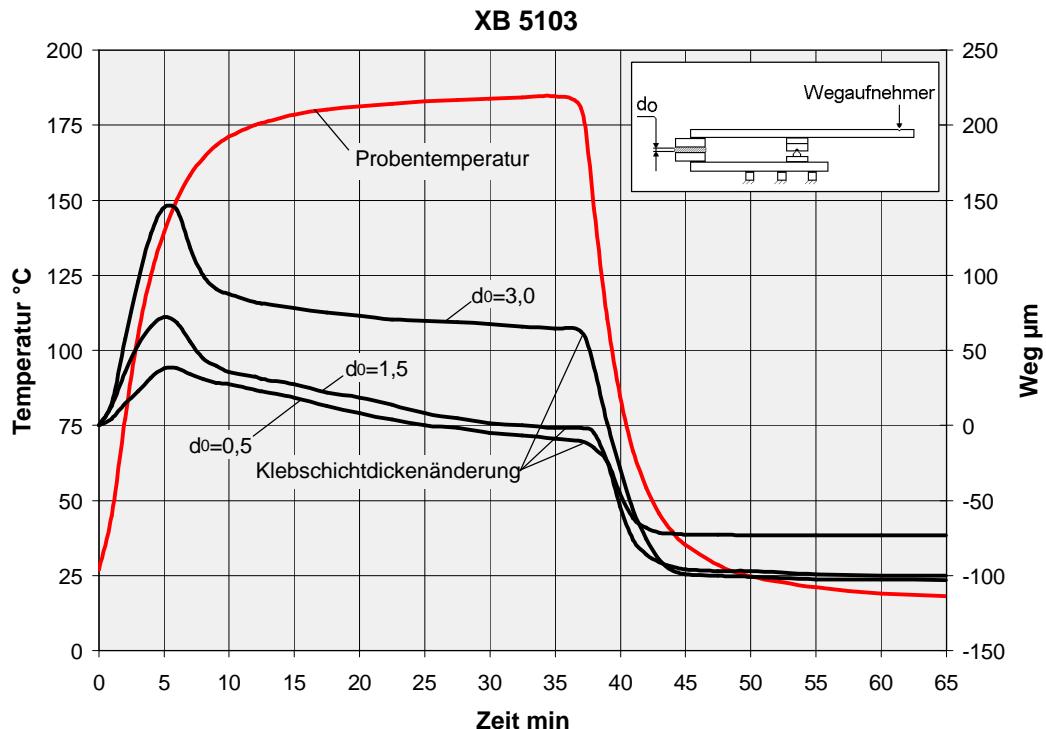


Bild 9.1.5.2: Expansions- und Kontraktionsverhalten XB 5103

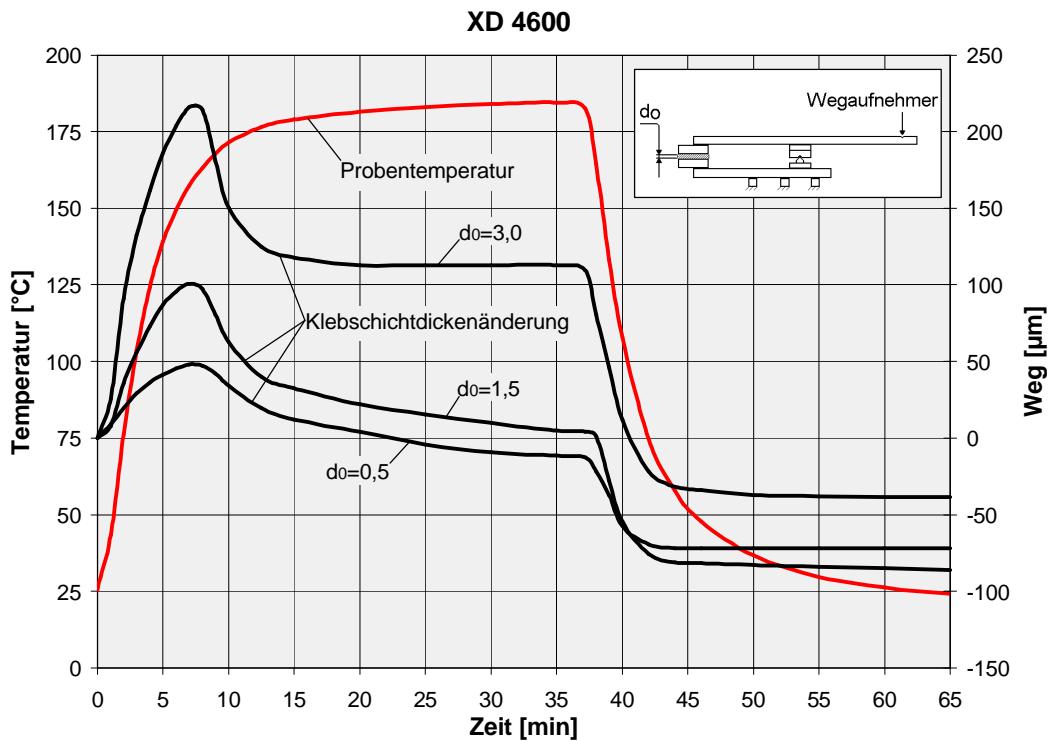


Bild 9.1.5.3: Expansions- und Kontraktionsverhalten XD 4600

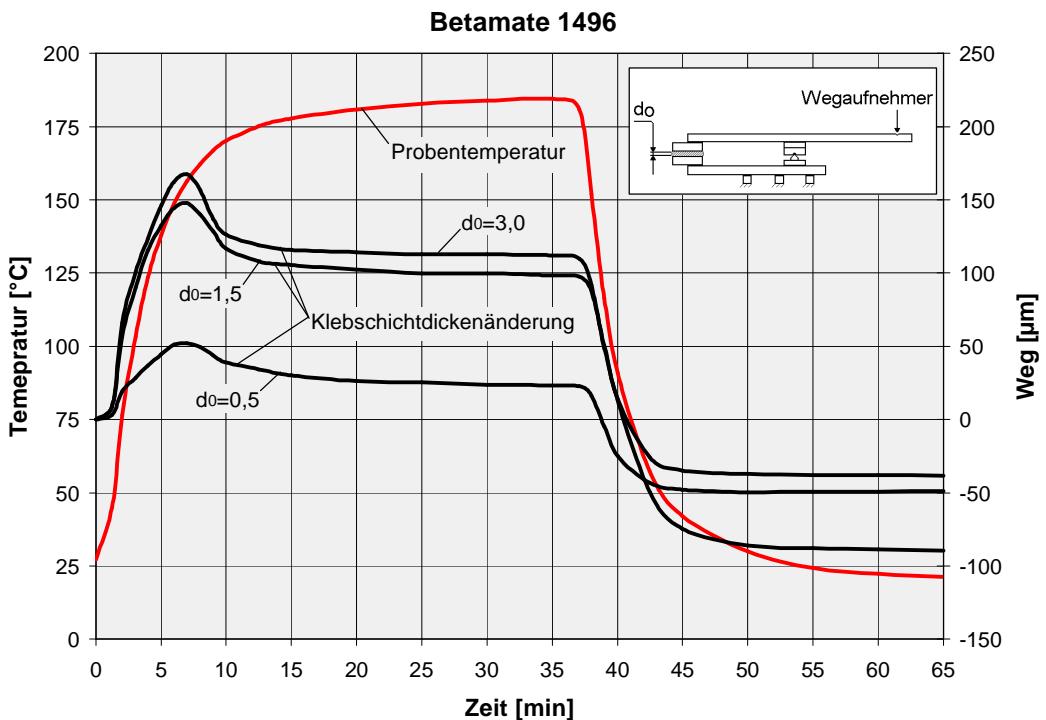


Bild 9.1.5.4: Expansions- und Kontraktionsverhalten Betamate 1496

Anzumerken ist, dass durch Messungen mit zweimaligem Temperaturdurchlauf nachgewiesen werden konnte, dass der physikalische Abkühlschrumpf dem eines ausgehärteten und dann wieder erwärmten Prüfkörpers entspricht, um eine Vergleichbarkeit zwischen der Klebstoffsubstanz (**Kapitel 8**) und diesen Messungen zu gewährleisten, siehe **Bild 9.1.5.5**.

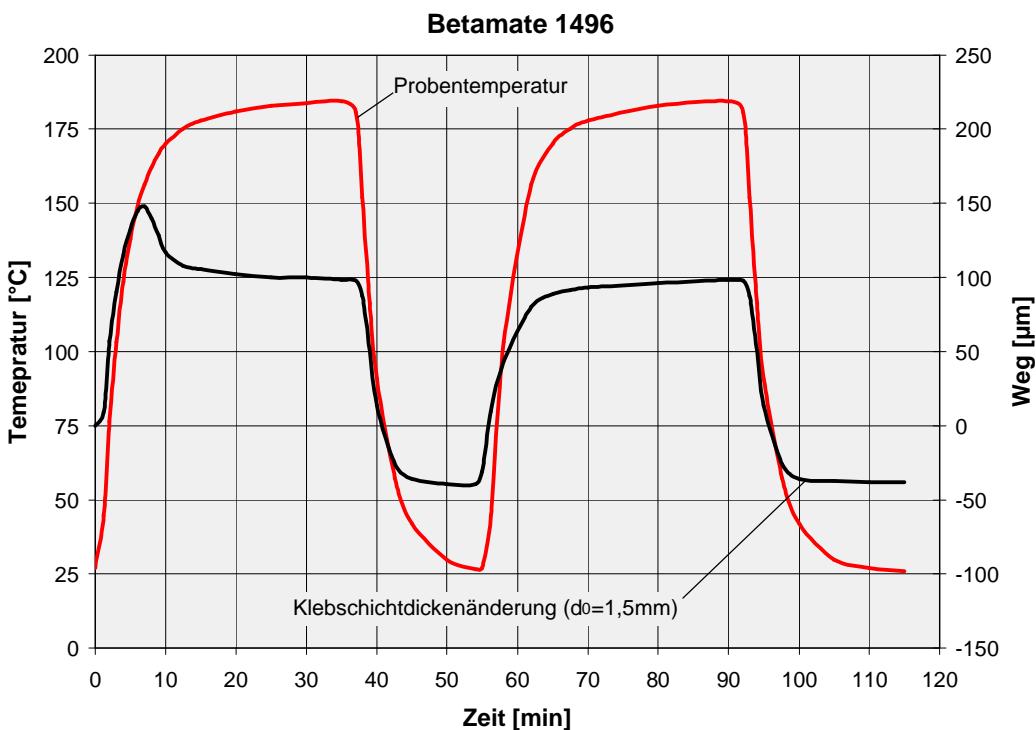


Bild 9.1.5.5: Expansions- und Kontraktionsverhalten bei Wiederholung des Temperaturverlaufes - Betamate 1496

Allerdings sind die aus dem Diagramm gewonnenen Absolutwerte für eine Betrachtung der unterschiedlichen Klebschichtdicken weniger geeignet. Hier empfiehlt sich ein Vergleich der auf die Ausgangsklebschichtdicke bezogenen prozentualen Werte gemäß **Bild 9.1.5.6**.

Klebstoff	d_k [mm]	n	$\frac{Dd_{exp}}{d_k}$ [%]	$\frac{Dd_{chem}}{d_k}$ [%]	$\frac{Dd_{phys}}{d_k}$ [%]	$\frac{Dd_{kontr}}{d_k}$ [%]	a_D [10^-6 1/K]
XB 5103	0,66	7	6,80	8,43	8,10	16,53	506
	1,47	8	5,95	4,61	6,59	11,20	412
	3,09	4 (1)	5,16	2,83	5,21	8,04	326
XD 4600	0,69	12	7,04	8,88	7,47	16,35	467
	1,58	5	6,61	6,06	6,00	12,06	375
	2,97	6	6,69	3,95	4,66	8,61	291
Betamate 1496	0,71	12 (7)	7,03	3,62	8,45	12,07	528
	1,70	11 (5)	8,34	2,55	7,21	9,76	451
	3,09	1	5,41	1,82	6,35	8,17	397

Bild 9.1.5.6: Expansions- und Kontraktionsverhalten in Klebschichtdickenrichtung (Epoxidharzklebstoffe)

Betrachtet man die Expansionsphase, ist zunächst kein sinnvoller Zusammenhang zwischen der Klebschichtdicke und der Klebstoffausdehnung erkennbar. Da der Klebstoff jedoch im überwiegenden Teil der Expansionsphase noch unvernetzt ist, sollte davon auszugehen sein, dass die Werte für die anfängliche Klebstoffausdehnung klebschichtdickenunabhängig sind. Diese These wird bestätigt, wenn die Resultate sämtlicher Messungen eines Klebstoffklebschichtdickenunabhängig im Wahrscheinlichkeitsnetz statistisch ausgewertet werden, siehe **Bild 9.1.5.7**.

Bei allen drei untersuchten Klebstoffen konnte eine Normalverteilung der Ergebnisse nachgewiesen werden (**Kapitel 16**). In diesem Zusammenhang ist zu bemerken, dass die Schwankungen in der Expansionsphase im Vergleich zu den Kontraktionsphasen am größten sind. Dies hängt vor allem mit der zum Teil starken Viskositätserniedrigung zu Beginn der Aufheizphase zusammen und bewirkt, vor allem bei dickeren Klebschichten, ein Abfließen des Klebstoffes.

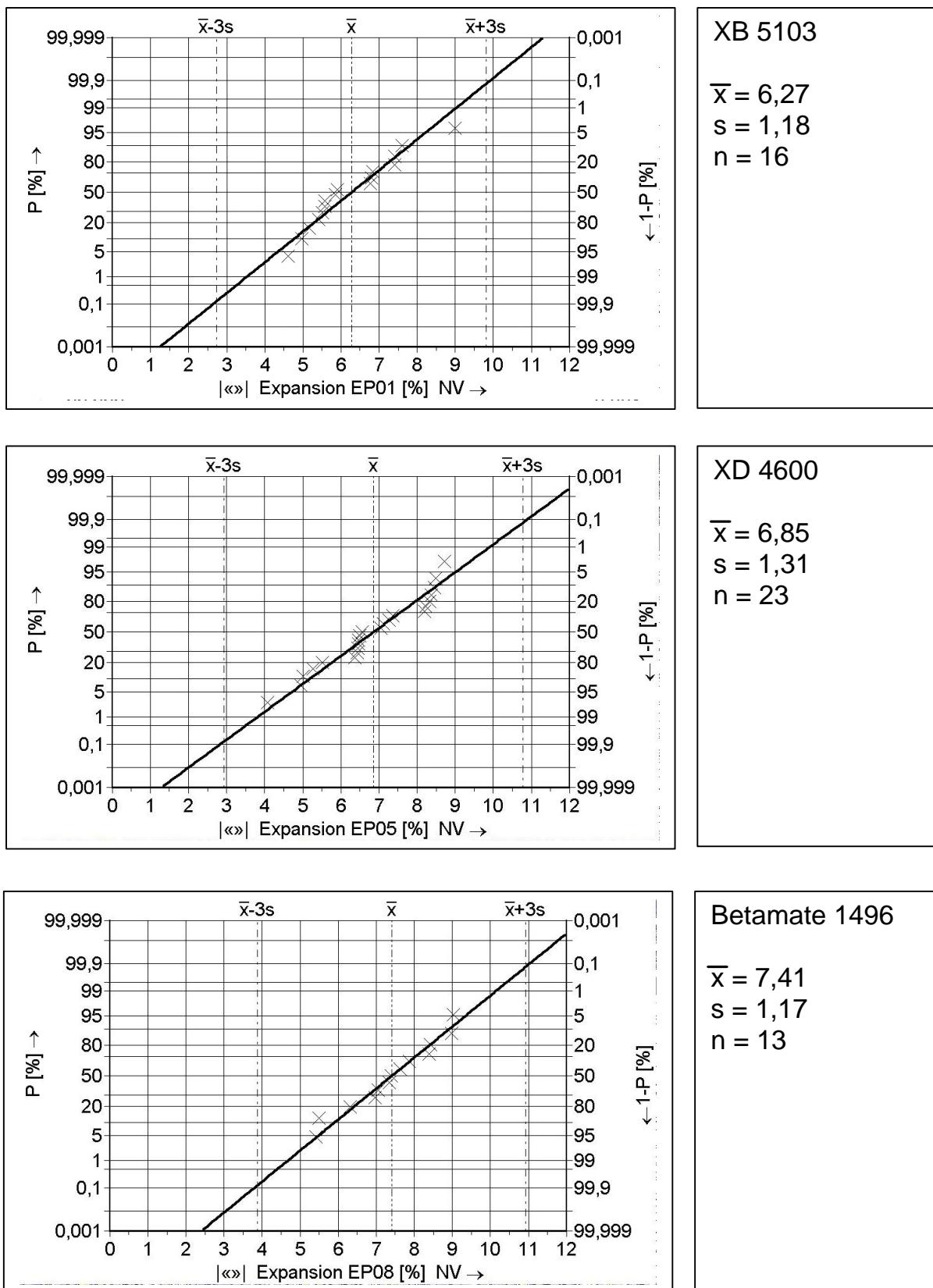


Bild 9.1.5.7:Statistische Auswertung – Expansion (klebschichtdickenunabhängig)

Bei den Kontraktionsanteilen ist jedoch eine sehr deutliche Klebschichtdickenabhängigkeit im Kontraktionsverhalten erkennbar. Mit steigender Klebschichtdicke nimmt das Kontraktionsbestreben sehr deutlich ab. Dabei fällt auf, dass dieser Effekt bei der chemischen Kontraktion noch weitaus stärker ausgeprägt ist.

Zumindest für die physikalische Kontraktion finden sich Gründe für dieses Verhalten in den Grundlagen der Physik und der Mechanik. Zwischen dem eindimensionalen Wärmedehnungskoeffizienten α und dem dreidimensionalen (Volumen-) Wärmedehnungskoeffizienten γ gilt mit hinreichender Genauigkeit der Zusammenhang:

$$\gamma = 3\alpha$$

Aufgrund der Adhäsion zu den Fügeteilen ist unter Berücksichtigung der Querkontraktionszahl bei dünner werdenden Klebschichten eine Kontraktion in x- und z- Richtung immer weniger möglich (**Bild 9.1.5.8**).

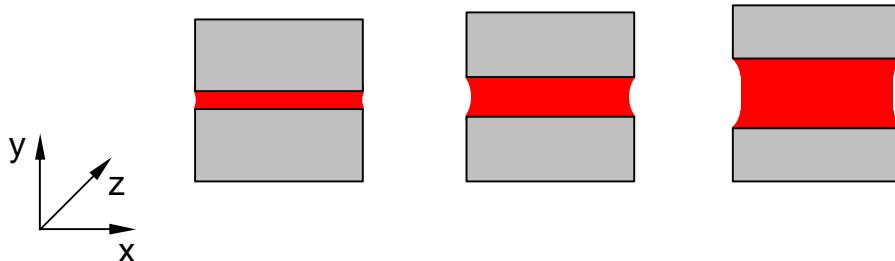


Bild 9.1.5.8: Klebschichtdickenabhängiges Kontraktionsverhalten, schematisch

Daher erfolgt die Volumenänderung fast vollständig in Klebschichtdickenrichtung (y-Richtung) mit der Folge, dass mit dünner werdender Klebschicht der Anteil der physikalischen Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung steigt, siehe **Bild 9.1.5.9**.

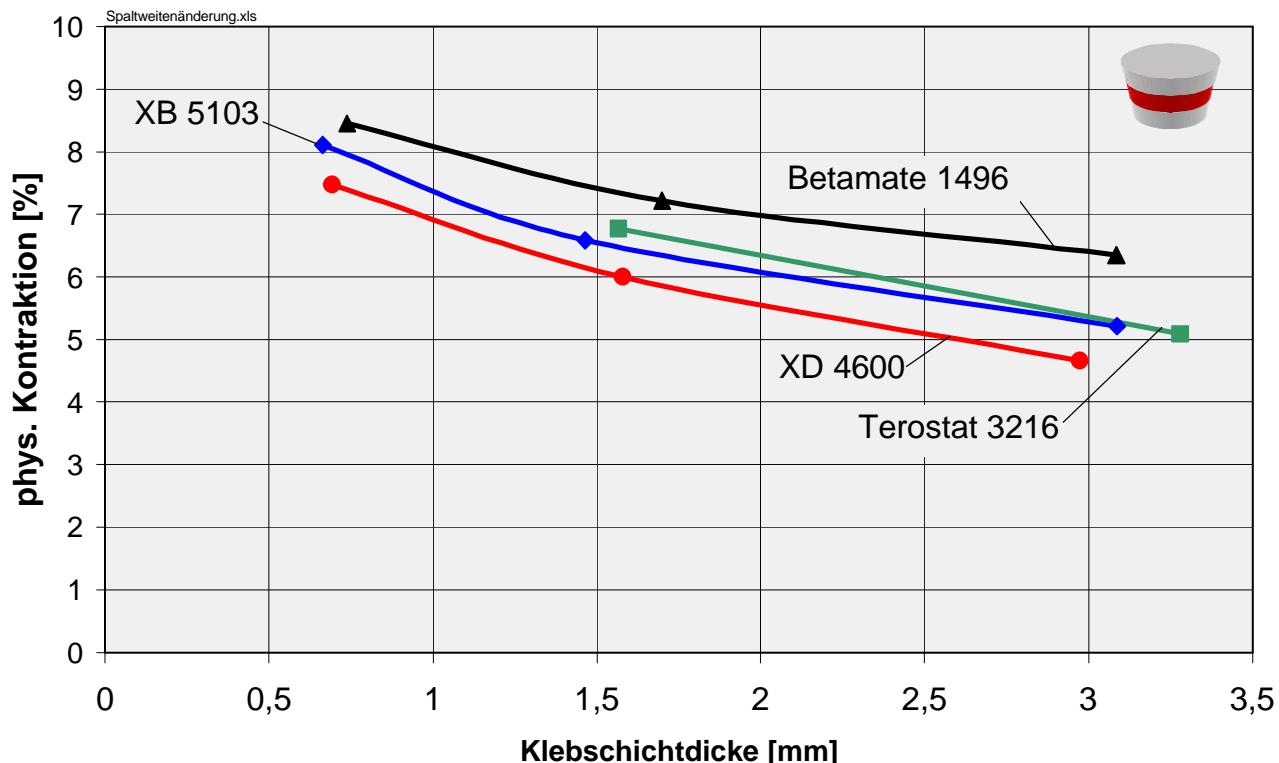


Bild 9.1.5.9: Physikalische Kontraktion Δd_{phys} (Rundprobe)

Von Bedeutung ist in diesem Zusammenhang der Vergleich des aus der physikalischen Kontraktion errechneten thermischen Ausdehnungskoeffizienten in Klebschichtdickenrichtung α_d mit den Ausdehnungskoeffizienten der Substanzprobe aus **Kapitel 8**, siehe **Bild 9.1.5.10**. Selbst wenn bei sehr dünnen Klebschichten die gesamte Klebschichtkontraktion in Klebschichtrichtung verlaufen würde, könnte dieser Wert unter der Voraussetzung, dass es sich um gleichartig strukturiertes Gefüge handelt, maximal $\alpha_d = \gamma$ betragen. Wie jedoch aus dem Bild zu entnehmen ist, überschreiten die Ausdehnungskoeffizienten α_d bei dünnen Klebschichten diesen Wert. Daher kann die Klebstoffbeschaffenheit in der Klebfuge nicht gleich der in der reinen Substanz sein, im Grunde handelt es sich um ein völlig anderes Material. Dies stellt insbesondere bei der Berechnung von Klebverbindungen ein Problem dar, da dort in vielen Fällen mit dem an der Klebstoffsubstanz ermittelten Daten gerechnet wird.

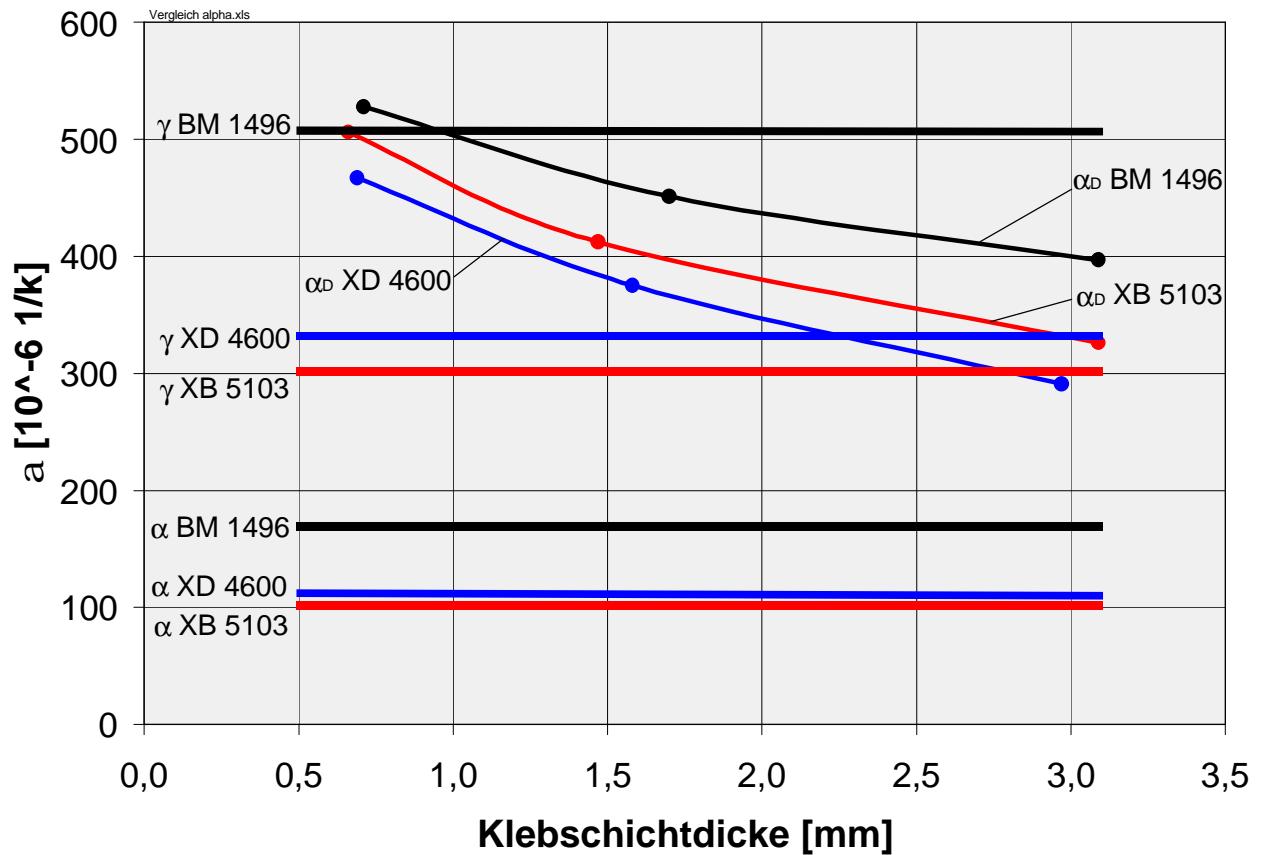


Bild 9.1.5.10: Vergleich der thermischen Ausdehnungskoeffizienten

Die stark klebschichtdickenabhängige chemische Kontraktion (**Bild 9.1.5.11**) lässt sich hingegen aufgrund der konstanten Temperatur während dieser Phase nicht über die thermischen Ausdehnungskoeffizienten begründen. Anfängliche Vermutungen, eine größere Exothermie bei dickeren Klebschichten könnte hier eine Rolle spielen, haben sich bei den untersuchten Klebschichtdicken nicht bestätigt, wie Temperaturmessungen in der Klebfuge während der Vernetzung ergeben haben.

Es liegt daher auch hier die Vermutung nahe, dass unterschiedliche Strukturen innerhalb der Klebfuge für dieses Verhalten verantwortlich sind.

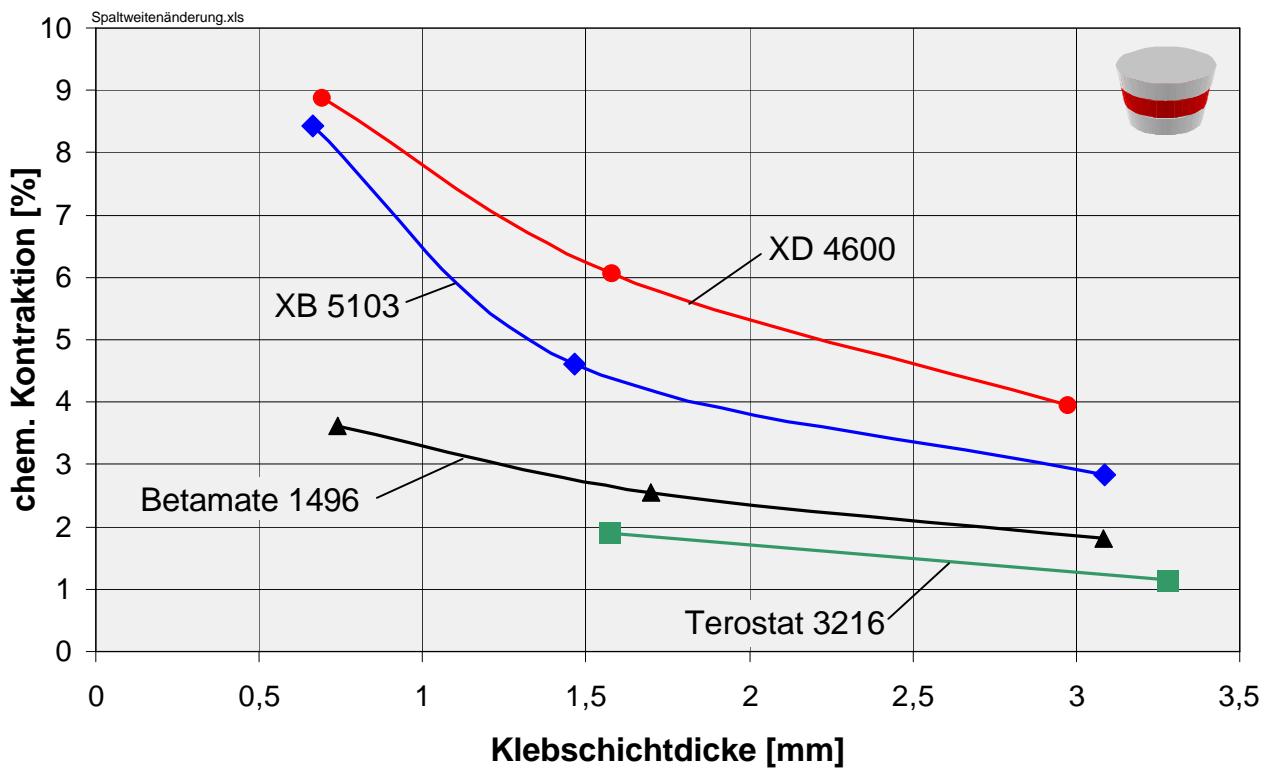


Bild 9.1.5.11: Chemische Kontraktion Δd_{phys} (Rundprobe)

Die statistischen Auswertungen der Messungen sind im Anhang (**Kapitel 16**) dargestellt.

Vergleichsmessungen an einem Kautschukklebstoff haben gezeigt, dass dieses klebschichtdickenabhängige Expansions- und Kontraktionsverhalten nicht nur auf Epoxidharzklebstoffe zutrifft, sondern offensichtlich, soweit überprüft, auch auf andere heißhärrende Klebstoffgruppen übertragbar ist, siehe **Bilder 9.1.5.9, 9.1.5.11 und 9.1.5.12**.

Klebstoff	d_k [mm]	n	Dd_{exp} [%]	Dd_{chem} [%]	Dd_{phys} [%]	Dd_{kontr} [%]	a_D [10^{-6} 1/K]
Terostat 3216	1,57	4	12,49	1,91	6,77	8,68	423
	3,28	4	9,36	1,16	5,09	6,25	318

Bild 9.1.5.12: Expansions- und Kontraktionsverhalten in Klebschichtdickenrichtung (Kautschukklebstoff)

9.1.6 Vergleich der Ergebnisse Rundprobe – Rechteckprobe

Der Vergleich soll Aufschluss darüber geben, inwieweit die Ergebnisse der Rechteckprobe mit denen der Rundprobe übereinstimmen. Dies ist insofern von großer Bedeutung, als dass bei der Versuchseinrichtung zur Ermittlung der Härtungseigen- und Thermospannungen von der ursprünglich vorgesehenen Rundprobe wieder auf die Rechteckprobe zurückgegriffen wurde. Näheres ist **Kapitel 9.2** zu entnehmen.

Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass anhand der Rechteckprobe weniger Messungen je Klebstoff ($n=3$) durchgeführt wurden, kann dennoch eine weitestgehende Übereinstimmung der Ergebnisse festgestellt werden, siehe **Bild 9.1.6.1**, obschon der Spannungs- und Verformungszustand in der Klebfuge entsprechend den Grundsätzen der Mechanik ein anderer ist. Des weiteren ergeben sich aufgrund der Fügeteilgeometrien unterschiedliche Temperaturprofile, wie ein Vergleich der Temperaturverläufe (**Kapitel 9.1.4** und **9.2.4**) zeigt. Dennoch sind die Auswirkungen beim direkten Vergleich unter Berücksichtigung der Messgenauigkeit nicht erkennbar.

Für die Werte der Expansion gilt auch hier die Problematik des Abfließens, vor allem bei dickeren Klebschichten.

Klebstoff	Fügeteil	d_k [mm]	Δd_{exp} [%]	Δd_{chem} [%]	Δd_{phys} [%]	Δd_{kontr} [%]
Terostat 3216	Rechteckprobe	3,2±0,2	14,81	1,13	4,81	5,94
	Rundprobe	3,28	9,36	1,16	5,09	6,13
XB 5103	Rechteckprobe	1,5±0,2	7,65	2,80	6,65	9,45
	Rundprobe	1,47	5,96	4,61	6,59	11,20
XD 4600	Rechteckprobe	1,5±0,2	8,93	5,17	6,60	11,77
	Rundprobe	1,58	6,61	6,06	6,00	12,06

Bild 9.1.6.1: Vergleich der Ergebnisse Rundprobe - Rechteckprobe

9.2 Versuchseinrichtung zur Ermittlung des Spannungsaufbaus in Klebverbindungen während der Härtung

Im überwiegenden Teil der in der Praxis eingesetzten Klebverbindungen wird es kaum vorkommen, dass der Klebstoff in der Klebverbindung ungehindert expandieren und kontrahieren kann. Zumeist wird der Klebstoff durch konstruktive oder mechanische Randbedingungen in seinem Expansions- und Kontraktionsverhalten gehindert. Dies führt, wie im Stand der Erkenntnisse (**Kapitel 3**) erläutert, zum Aufbau innerer Spannungen.

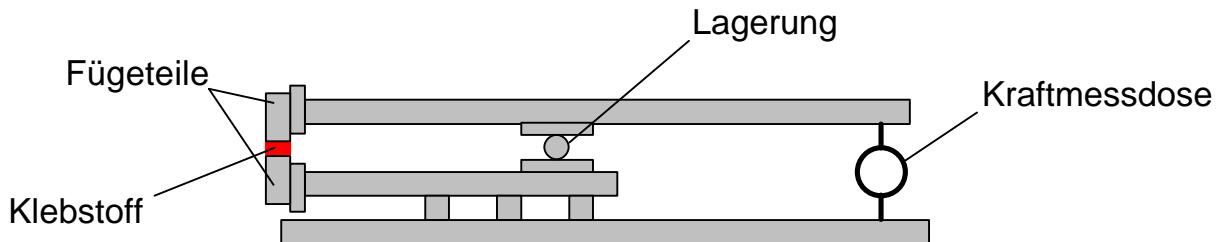
Die Kenntnisse um den temperaturabhängigen Aufbau dieser Spannungen können von entscheidender Bedeutung für die Auslegung bzw. Modifikation von Klebstoffen und Klebverbindungen sein, da sie zeigen, in welchem Stadium der Härtung und entsprechend bei welcher Temperatur sich die Spannungen aufbauen.

9.2.1 Anforderungen und konstruktive Umsetzung

Das Anforderungsprofil an die Versuchseinrichtung orientiert sich im Wesentlichen an den Anforderungen, die auch an den in **Kapitel 9.1** beschriebenen Versuchsaufbau zur Beurteilung des Expansions- und Kontraktionsverhalten, also die Wegmessung, gestellt werden. Dies sind im Wesentlichen:

- kontinuierliche Messung während des gesamten Aushärtevorganges, beginnend mit dem noch unvernetzten Klebstoff
- kontrollierte Temperierung im Hinblick auf realitätsnahe Aushärtebedingungen
- hohe Genauigkeit und Reproduzierbarkeit

Untersuchungen mit einem Versuchsaufbau nach dem Prinzip der Balkenwaage (**Bild 9.2.1.1**), wie er in [43] und prinzipiell auch bei der Messung der Klebschichtdickenänderung (**Kapitel 9.1**) verwendet wird, haben die Vorrichtung als zu 'weich' für Messungen an hochfesten Epoxidharzklebstoffen herausgestellt. Die durch die Kontraktion der Klebschicht aufgebauten Spannungen wurden zu einem großen Teil durch die Verformung der Messeinrichtung direkt wieder kompensiert und waren daher nicht messbar.



9.2.1.1: Vorrichtung zur Ermittlung innerer Spannungen ('Balkenwaage') - schematisch

Daher handelt es sich bei dem neu entwickelten Versuchsaufbau (**Bild 9.2.1.2**) um einen geschlossenen Rahmen, dessen Steifigkeit gegenüber dem Vorgängermodell wesentlich erhöht wurde. Die Verformung des Messaufbaus ist mehr als um den Faktor 10 verringert worden.

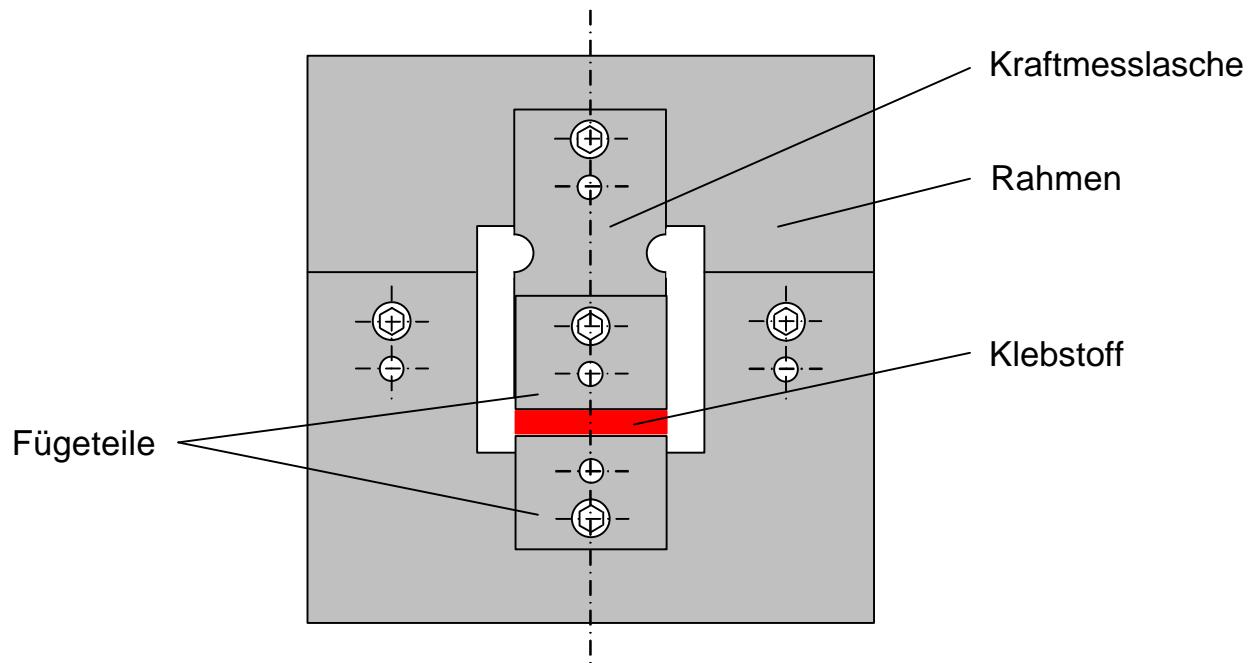


Bild 9.2.1.2: Vorrichtung zur Ermittlung innerer Spannungen (Messrahmen) – schematisch (Vorderansicht)

Der Rahmen besteht aus zwei miteinander verschraubten und verstifteten Hälften. Dies ist notwendig, da der Versatz der Rahmenteile die Dicke der Kraftmesslasche ausgleicht und somit die Fügeteile zueinander fluchten, siehe **Bild 9.2.1.3**. An der oberen Rahmenhälfte ist die Messlasche befestigt, die

wiederum mit dem oberen Fügeteil verschraubt und verstiftet ist. Das untere Fügeteil wird am unteren Rahmen entsprechend befestigt.

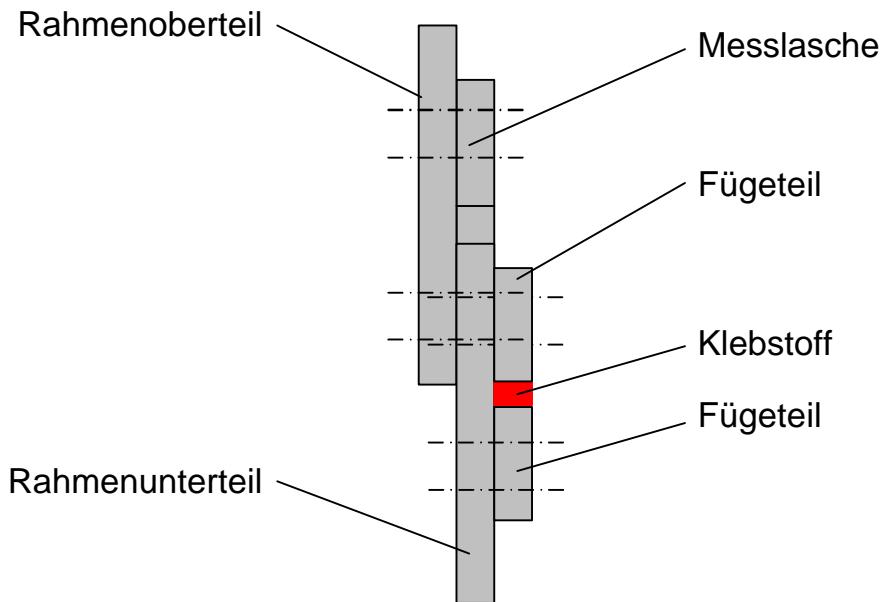


Bild 9.2.1.3: Vorrichtung zur Ermittlung innerer Spannungen (Messrahmen) – schematisch (Seitenansicht)

Besonderes Augenmerk bei der Konstruktion der Vorrichtung galt der Methode der Kraftmessung. Handelsübliche Kraftmessdosen konnten nicht eingesetzt werden, da sie zum einen bei der Messung zu große Verformungen benötigen und zum anderen meist nicht ausreichend temperaturbeständig waren, da der komplette Versuchsaufbau temperiert werden soll.

Daher wird zur Erfassung der Kräfte eine DMS-bestückte gekerbte Lasche eingesetzt, deren Kerbengeometrie auf die zu erwarteten Kräfte hin ausgelegt ist. Hintergrund der Kerbung ist eine Erhöhung der Spannungskonzentration am Kerbgrund und somit ein höheres DMS-Signal, da die Dehnmessstreifen in der Kerbe appliziert wurden, siehe **Bild 9.2.1.4**. Die anschließende Kalibrierung der Messlasche in einer Zug- / Druckprüfmaschine zur Umrechnung vom Dehnungsauf ein Kraftsignal zeigte ein lineares Verhalten der Kraft über die Dehnung (**Bild 9.2.1.5**). Somit kann die aus den späteren Messungen erhaltene Dehnung linear in eine Kraft bzw. Spannung umgerechnet werden.

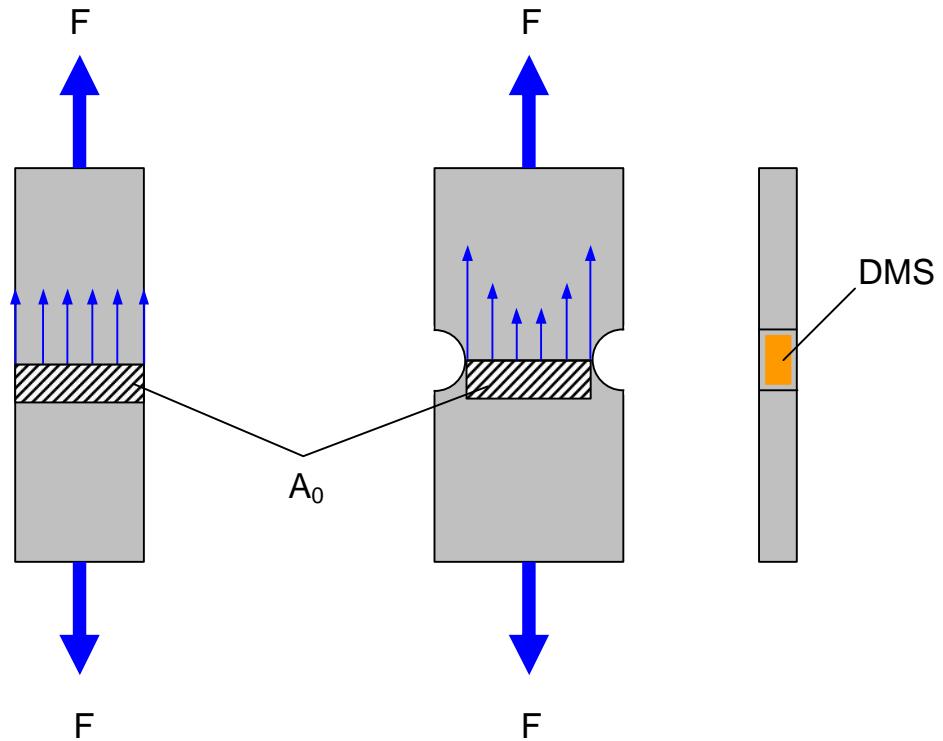


Bild 9.2.1.4: Kerbwirkung in der Kraftmesslasche

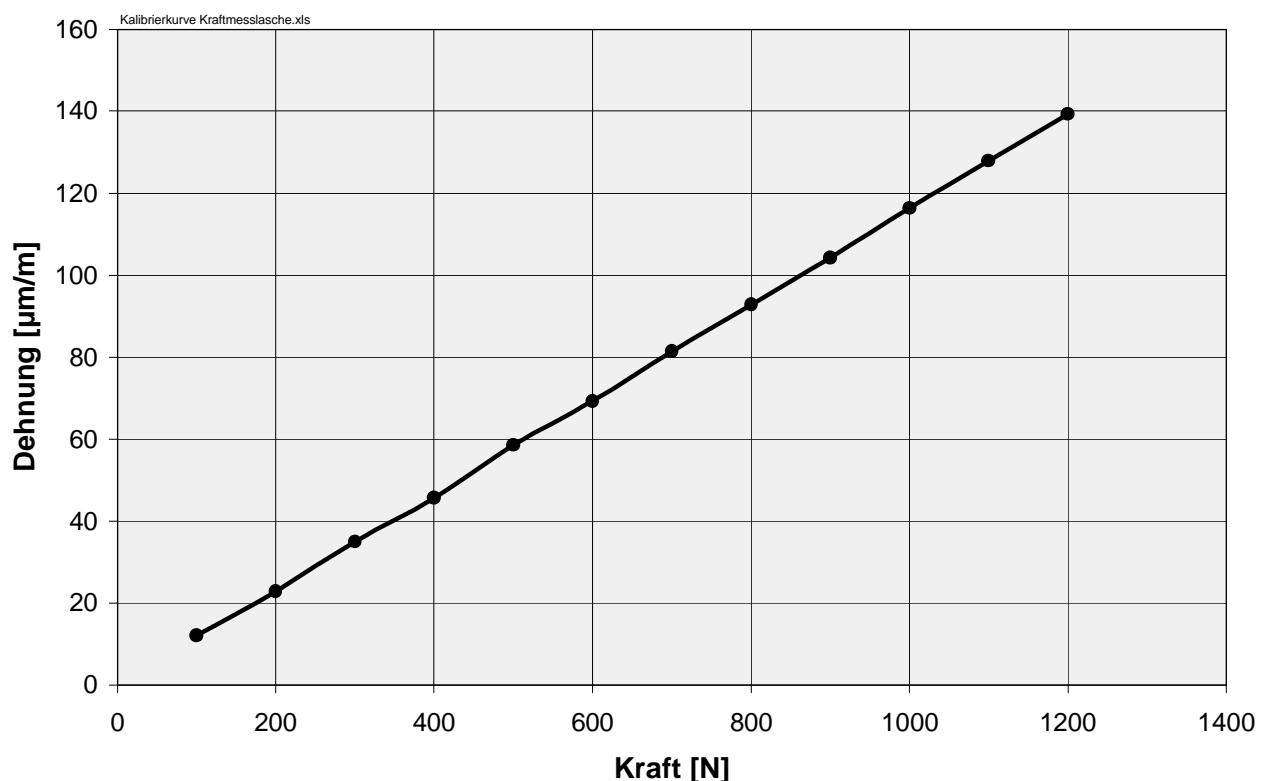


Bild 9.2.1.5: Kalibrierkurve Messlasche

Der Versuchsaufbau ermöglicht es, den Spannungsaufbau senkrecht zu den Fügeflächen während des Härtens kontinuierlich zu verfolgen.

Mit dieser Methode kann somit zwischen Härtungseigenspannungen und abkühlbedingten Thermospannungen unterschieden werden. Ebenso können mit dieser Anordnung grundsätzlich auch die Auswirkungen von Temperaturwechselbeanspruchungen untersucht werden, da der Versuchsaufbau so ausgelegt ist, dass er komplett temperiert werden kann. Dabei können durch den symmetrischen Aufbau und die Wahl gleicher Materialstärken in der gesamten Vorrichtung Messfehler durch unterschiedliche Wärmedehnungen bei lokal variierender Aufheiz- und Abkühlraten nahezu ausgeschlossen werden.

Die Messungen erfolgen in der gleichen Temperiervorrichtung, die auch für die Messung der Klebschichtdickenänderung (**Kapitel 9.1**) verwendet wird. Lediglich die Positionierung der Thermoelemente wird entsprechend angepasst, siehe **Bild 9.2.1.6**.

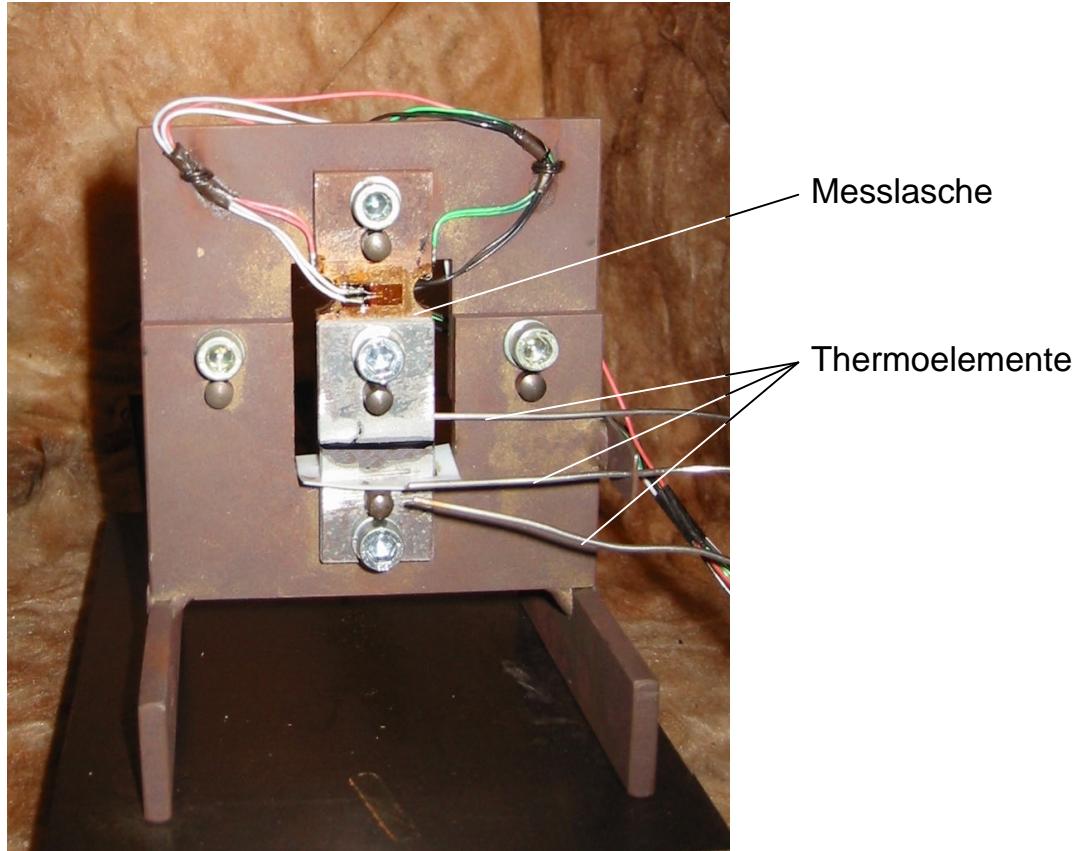


Bild 9.2.1.6: Positionierung der Thermoelemente

Die gesamte Messwerterfassung erfolgt entsprechend dem Versuchsaufbau zur Erfassung der Klebschichtdickenänderung (**Kapitel 9.1**) mit dem PC-gestützten Messverstärker 'Spider 8' in Verbindung mit dem Software-System 'Catman' der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM).

Gleiches gilt auch für die so genannten Nullmessungen (**Bild 9.2.1.7**), die von den eigentlichen Messkurven abgezogen werden müssen, um den durch die Vorrichtung bedingten Spannungsanteil herauszurechnen. Die größte Streuung der Nullkurven beträgt $\pm 0,18$ MPa, allerdings zu einem Zeitpunkt der Messung (nach 20 Minuten), der für die charakteristischen Messwerte nicht von Einfluss ist. Die die Ergebnisse beeinflussende Streuung liegt bei $\pm 0,10$ MPa.

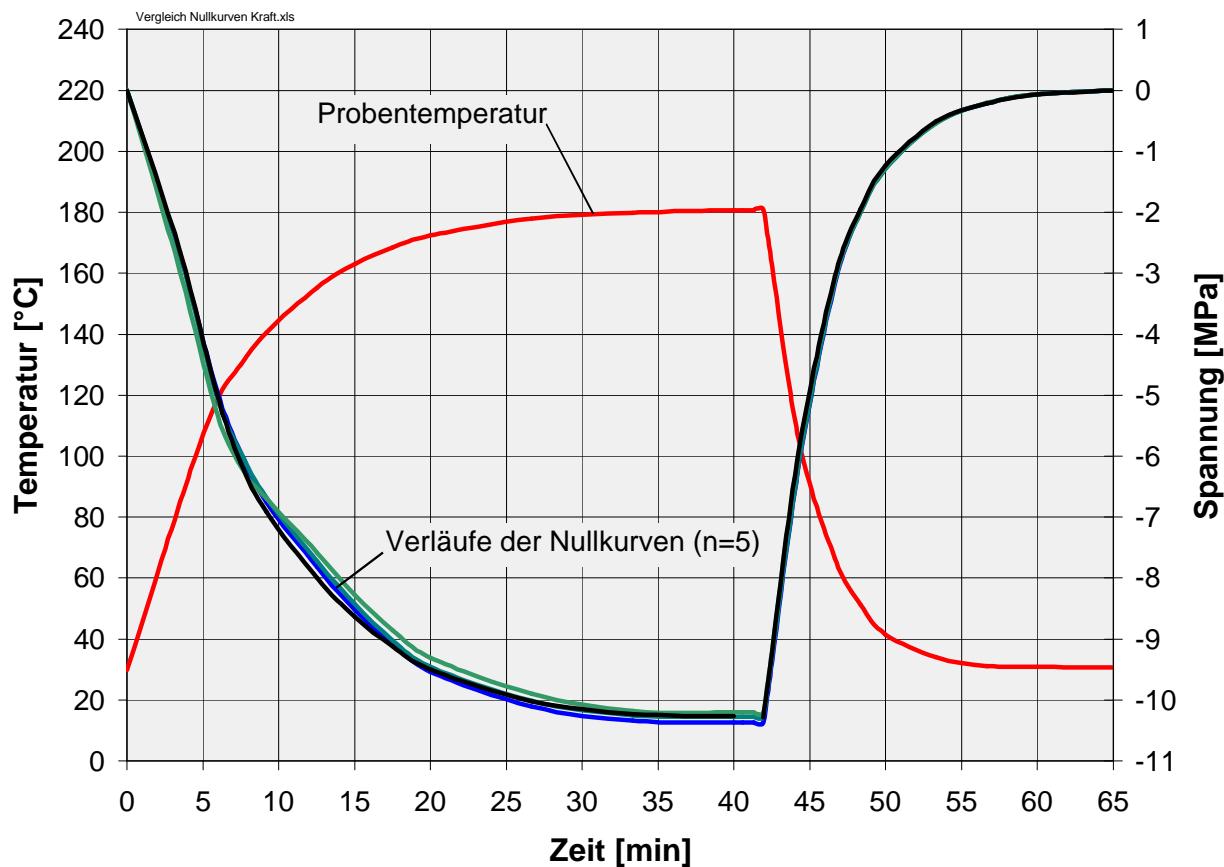


Bild 9.2.1.7: Vergleich der Nullkurven - Spannungsmessung

9.2.2 Probenformen und -abmessungen

Als Fügeteile wurden auch bei diesem Versuchsaufbau rechteckige Stahlproben (S 235) eingesetzt (**Bild 9.2.2.1**), die hinsichtlich der Klebfläche der Geometrie der rechteckigen Fügeteile aus **Kapitel 9.1** entsprechen.

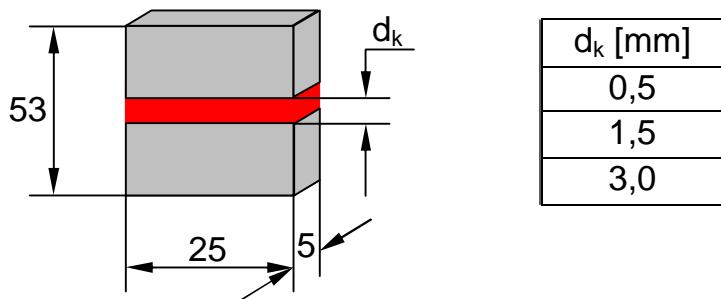


Bild 9.2.2.1: Form und Abmessungen der Klebverbindungen (Rechteckprobe)

9.2.3 Messgenauigkeit der Vorrichtung

Die statistischen Auswertungen (**Kapitel 16**) ergaben bei sämtlichen Messungen eine Normalverteilung der Ergebnisse. Somit ist auszuschließen, dass systematische Fehler die Messungen beeinflussen.

Insbesondere aufgrund der Streuung der Nullkurven ergibt sich für die Vorrichtung ein maximaler Messfehler von 20% bei der Expansions- und chemischen Kontraktionsphase sowie unter 5% bei der physikalischen Kontraktionsphase.

9.2.4 Temperaturverlauf in der Klebfuge

Im Vergleich zum Temperaturverlauf in der Rundprobe (**Kapitel 9.1.3.1**) ist in der Rechteckprobe aufgrund der geringeren Tiefe der Klebfuge (5mm) eine schnellere und damit gleichmäßige Temperaturdurchdringung möglich, wie aus **Bild 9.2.4.1** und **9.2.4.2** hervorgeht.

t [min]	T [°C]				
	s=0mm	s=3mm	s=6mm	s=11mm	s=12,5mm
5	102	101	103	105	185
10	143	144	146	147	185
20	172	173	173	173	186
30	179	179	179	179	186
40	181	181	181	180	186
45	107	111	110	109	43
50	54	56	55	52	33
60	35	35	36	29	29
70	31	31	31	28	28

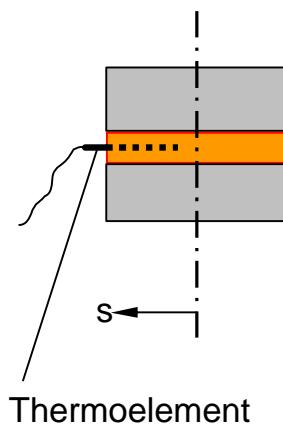


Bild 9.2.4.1: Temperaturmessungen in der Klebfuge - Spannungsmessung

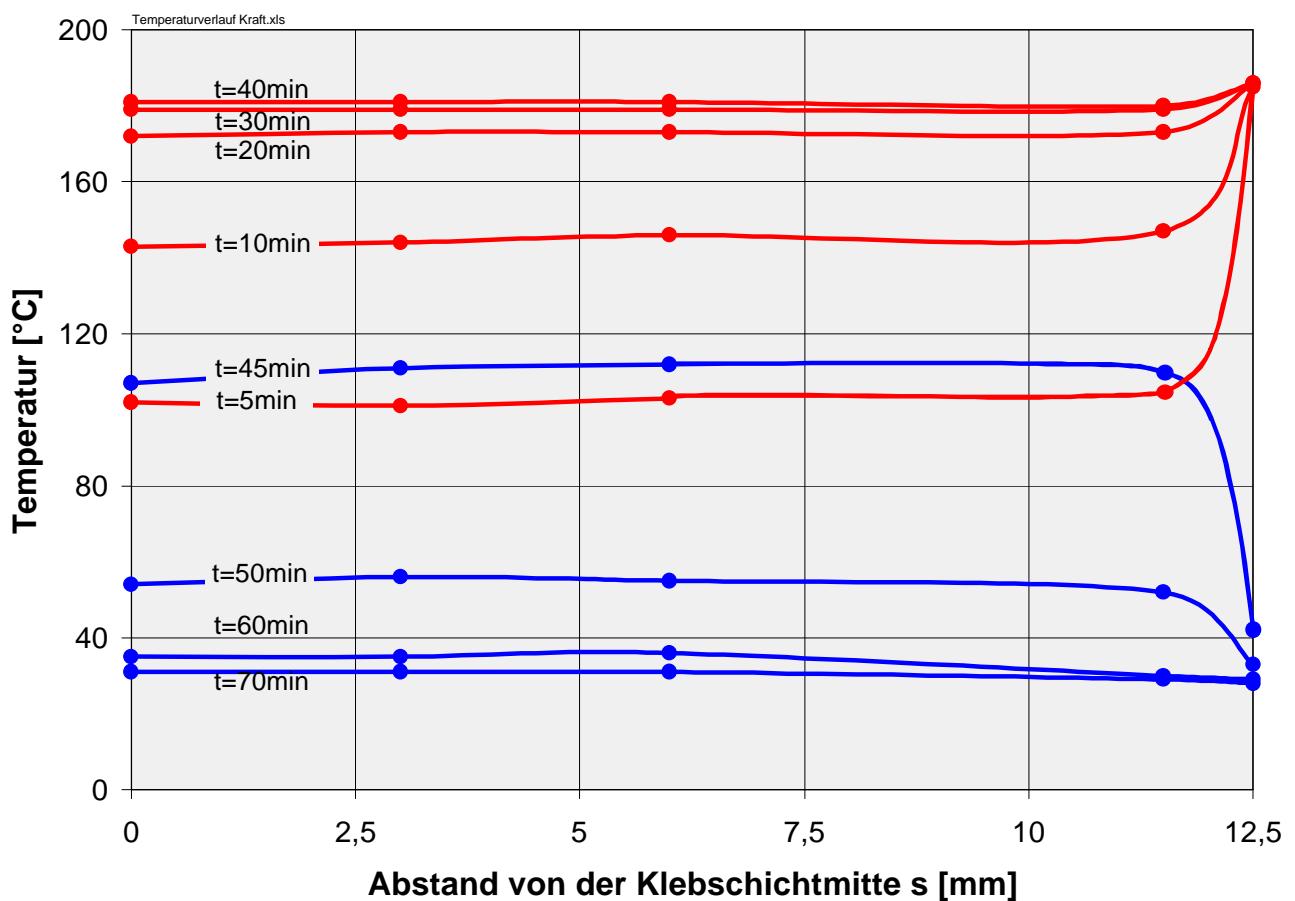


Bild 9.2.4.2: Temperaturverlauf in der Klebfuge - Spannungsmessung

9.2.5 Darstellung und Vergleich der Messergebnisse

Bild 9.2.5.1 zeigt einen typischen Verlauf des Spannungsaufbaus der untersuchten Klebstoffe während der Härtung.

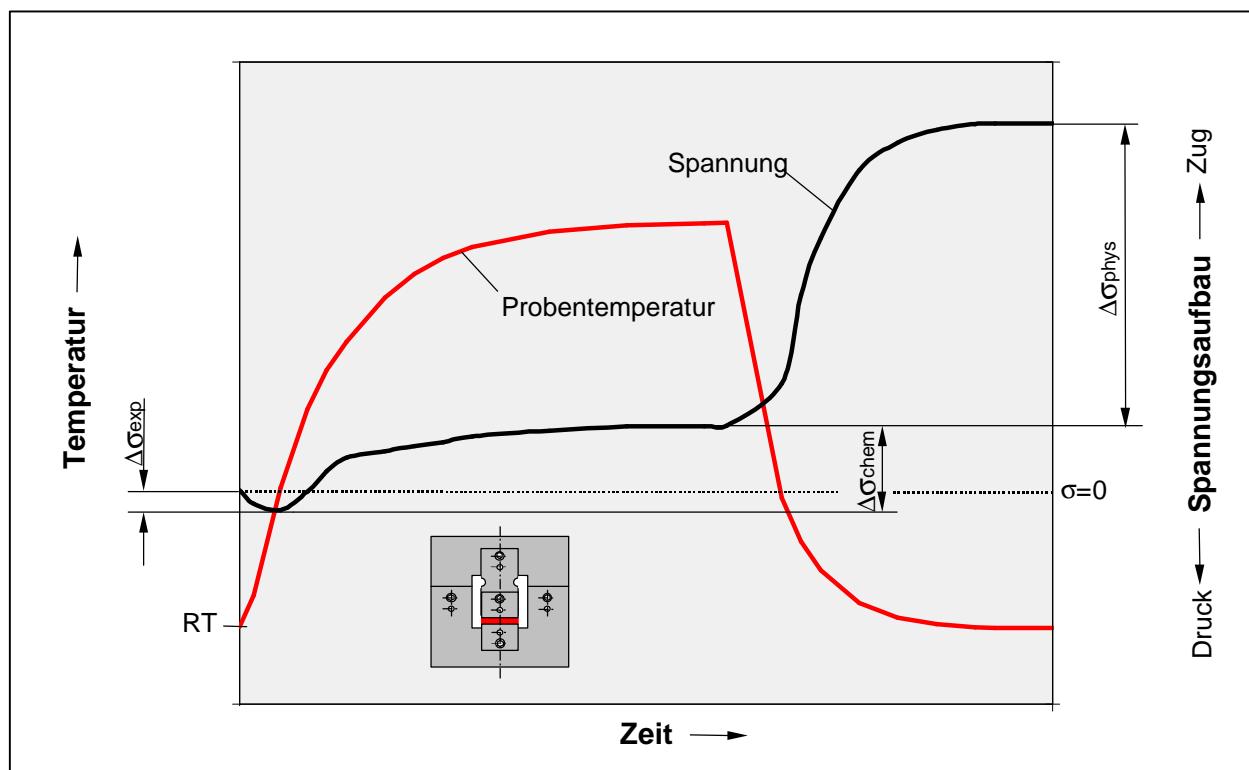


Bild 9.2.5.1: Spannungsaufbau während der Härtung, schematisch

Prinzipiell ist der Kurvenverlauf dem der Klebschichtdickenänderung während der Härtung (**Bild 9.1.5.1**) ähnlich. In der Aufheizphase bewirkt das Expansionsbestreben des Klebstoffes eine Druckspannung auf die Fügeteile ($\Delta\sigma_{\text{exp}}$). Im Zuge der chemischen Vernetzung kommt es dann zu einer Umkehr des Spannungsaufbaus in Zugrichtung ($\Delta\sigma_{\text{chem}}$). In der Abkühlphase wiederum führt das ausgeprägte Kontraktionsbestreben der Klebschicht zu starken Kontraktionsspannungen. Diese werden analog zu den Messungen der Klebschichtdickenänderung physikalische Spannungen ($\Delta\sigma_{\text{phys}}$) genannt, da sie aufgrund der Temperaturänderung 'physikalischen' Ursprungs sind.

Zu den untersuchten Epoxidharzklebstoffen ist in **Bild 9.2.5.2** bis **9.2.5.4** je Klebschichtdicke jeweils ein entsprechender Spannungsverlauf dargestellt.

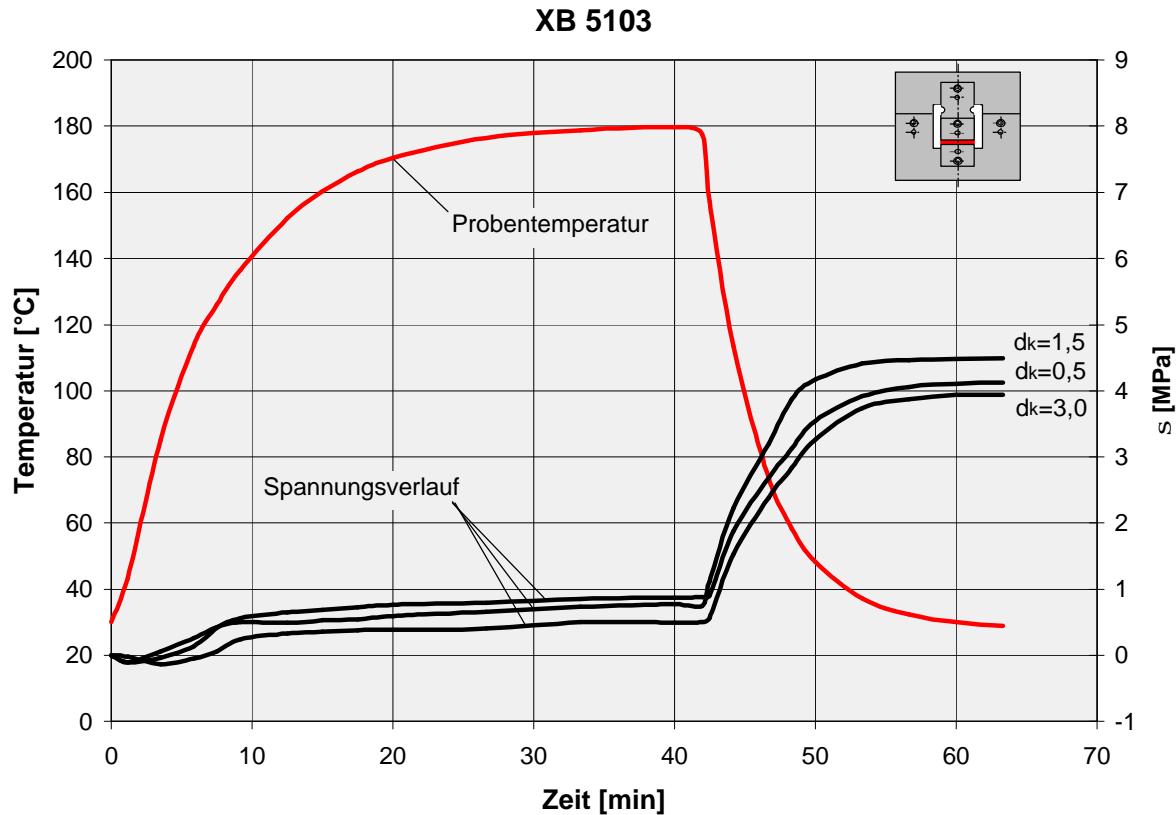


Bild 9.2.5.2: Spannungsaufbau während der Härtung – XB 5103

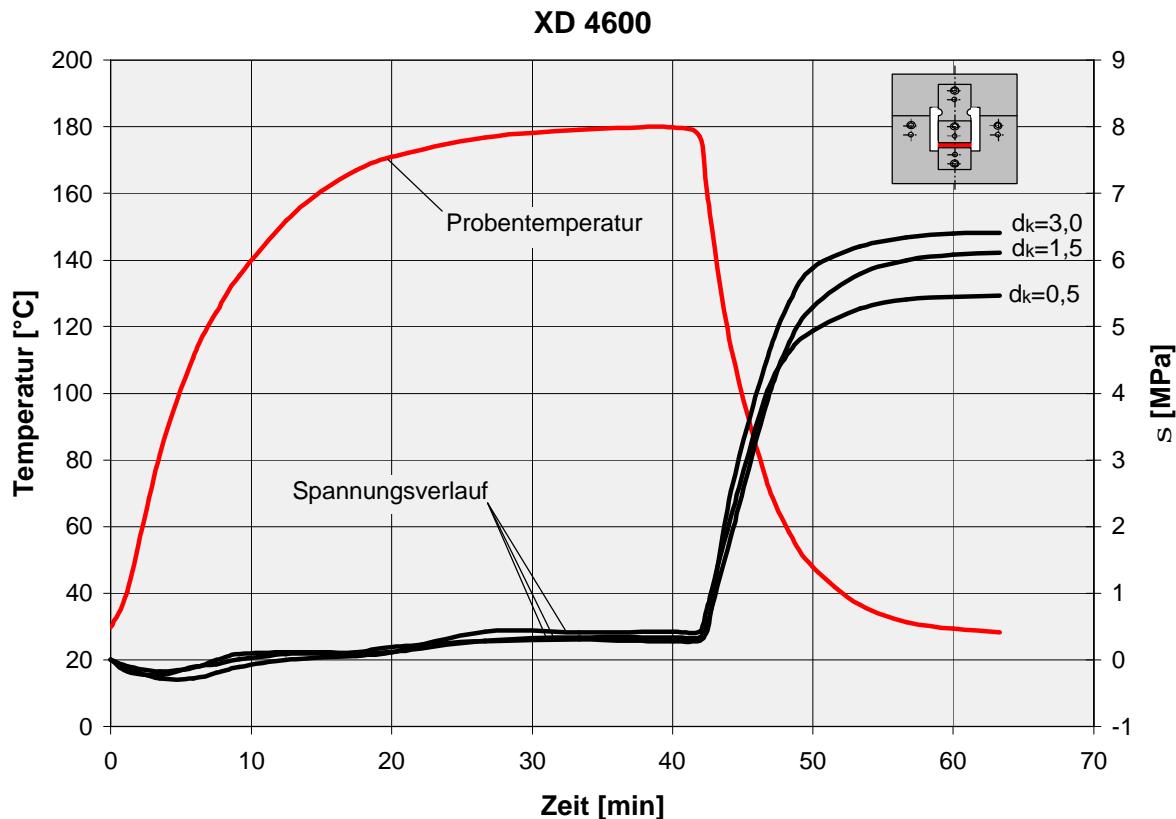


Bild 9.2.5.3: Spannungsaufbau während der Härtung – XD 4600

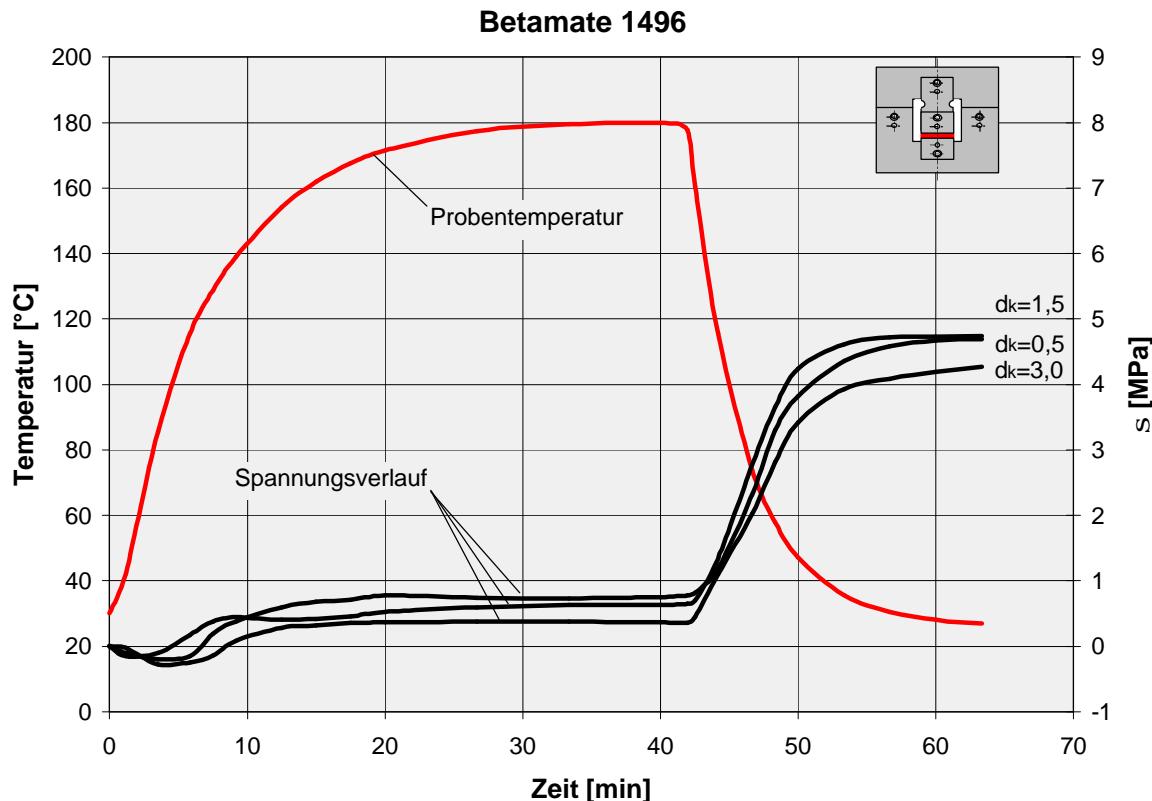


Bild 9.2.5.4: Spannungsaufbau während der Härtung – Betamate 1496

Betrachtet man bei den untersuchten Epoxidharzklebstoffen die Expansionsspannungen (Bild 9.2.5.5), zeigt sich analog zu den Messungen gemäß Kapitel 9.1.5.6 zunächst kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Klebschichtdicke und der Höhe der Expansionsspannungen.

Klebstoff	$d_k \pm 0,1$ [mm]	n [-]	$\Delta\sigma_{\text{exp}}$ [MPa]	$\Delta\sigma_{\text{chem}}$ [MPa]	$\Delta\sigma_{\text{phys}}$ [MPa]	$\Delta\sigma_{\text{kontr}}$ [MPa]
XB 5103	0,5	≥ 3	0,09	1,01	3,05	4,06
	1,6	≥ 4	0,12	0,95	4,07	5,02
	3,0	≥ 3	0,21	0,56	3,75	4,31
XD 4600	0,5	≥ 3	0,15	0,71	4,74	5,45
	1,6	≥ 3	0,16	0,66	5,59	6,25
	3,0	≥ 3	0,16	0,61	5,63	6,24
Betamate 1496	0,5	≥ 7	0,21	1,05	3,55	4,60
	1,6	≥ 4	0,21	0,95	3,90	4,85
	3,0	≥ 3	0,24	0,75	3,97	4,72

Bild 9.2.5.5: Spannungsaufbau in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung

Doch auch hier führt die klebschichtdickenunabhängige statistische Auswertung der Expansionsspannungen zur Bestätigung der Annahme, dass sich die Expansionsspannungen aufgrund des im überwiegenden Teil der Expansionsphase noch unvernetzten Klebstoffes weitestgehend klebschichtdickenunabhängig verhalten, siehe **Bild 9.2.5.6**.

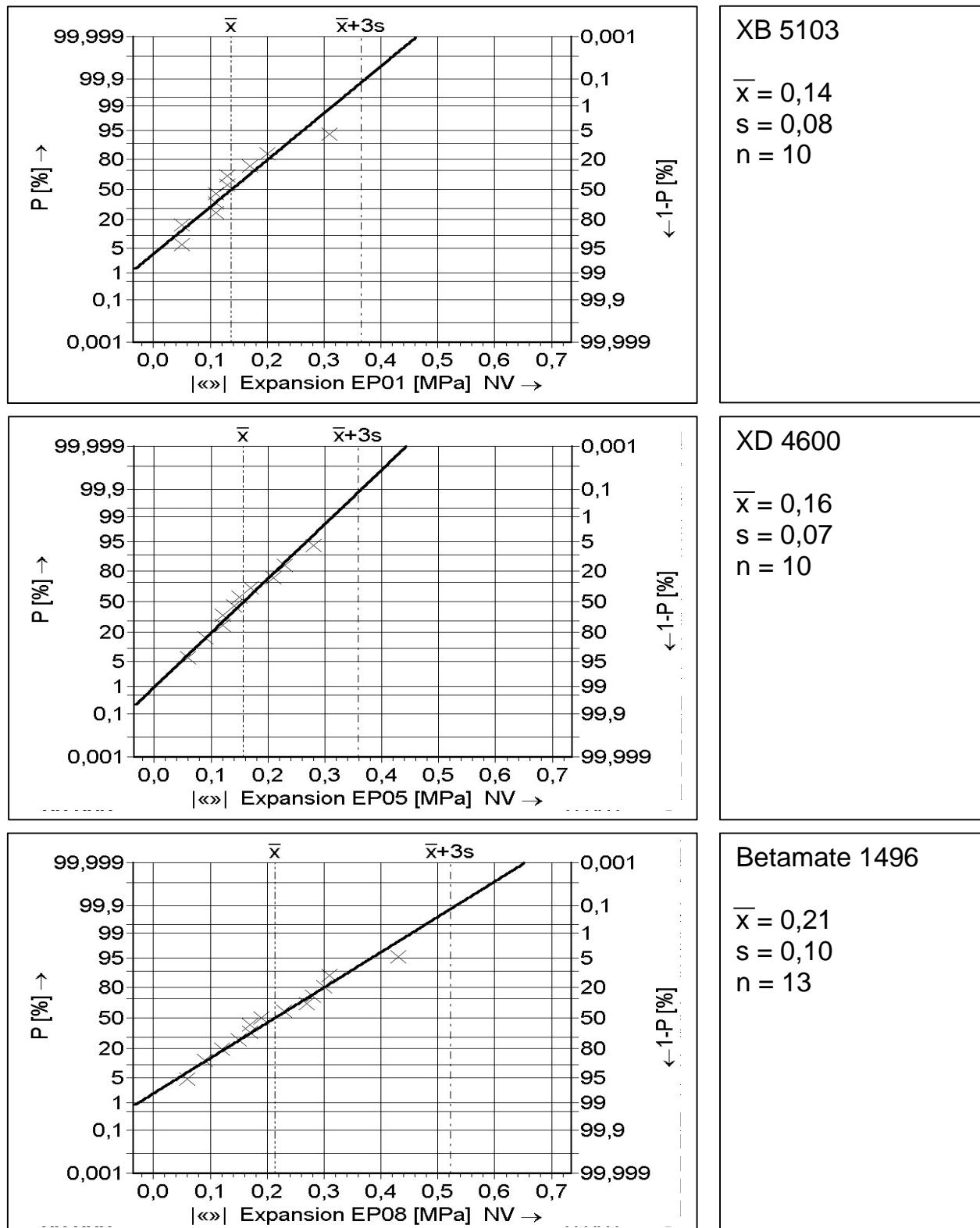


Bild 9.2.5.6: Statistische Auswertung – Expansionsspannung (klebschichtdickenunabhängig)

Bei allen drei Klebstoffen konnte auch hier wie bei den Messungen der Spaltweitenänderung (**Kapitel 9.1**) eine Normalverteilung der Messwerte, d.h. kein Einfluss der Klebschichtdicke d_k für die Expansionsspannungen nachgewiesen werden.

Die Kontraktionsspannungen hingegen verhalten sich wieder klebschichtdickenabhängig.

Die chemische Kontraktionsspannung nimmt mit zunehmender Klebschichtdicke ab, siehe **Bild 9.2.5.7**, und entspricht somit den Resultaten aus den Messungen zur Spaltweitenänderung (vgl. **Bild 9.1.5.11**). Dies ist nicht weiter verwunderlich, sondern entspricht nur den Regeln der Mechanik, wonach eine höhere Dehnung eine steigende Spannung zur Folge hat.

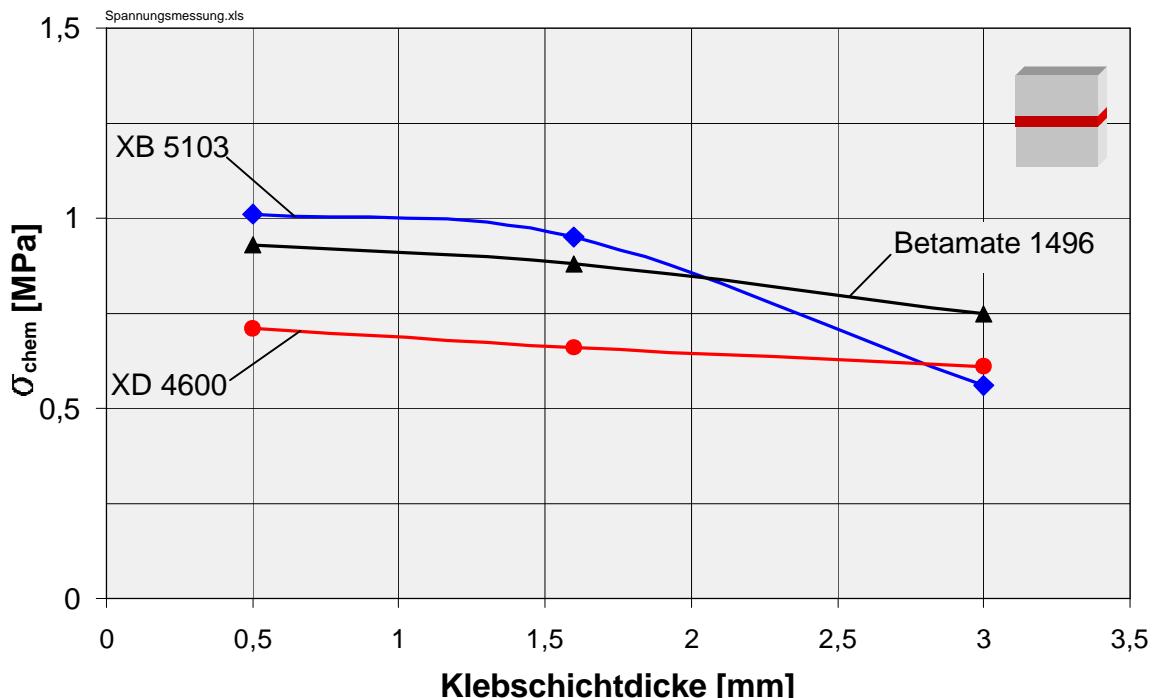


Bild 9.2.5.7: Vergleich der chemischen Kontraktionsspannung $\Delta\sigma_{\text{chem}}$

Etwas anders verhält es sich in der Abkühlphase. Während die physikalische Kontraktion (Spaltweitenänderung) mit zunehmender Klebschichtdicke abnimmt (vgl. **Bild 9.1.5.9**), steigt die physikalische Kontraktionsspannung an, siehe **Bild 9.2.5.8**.

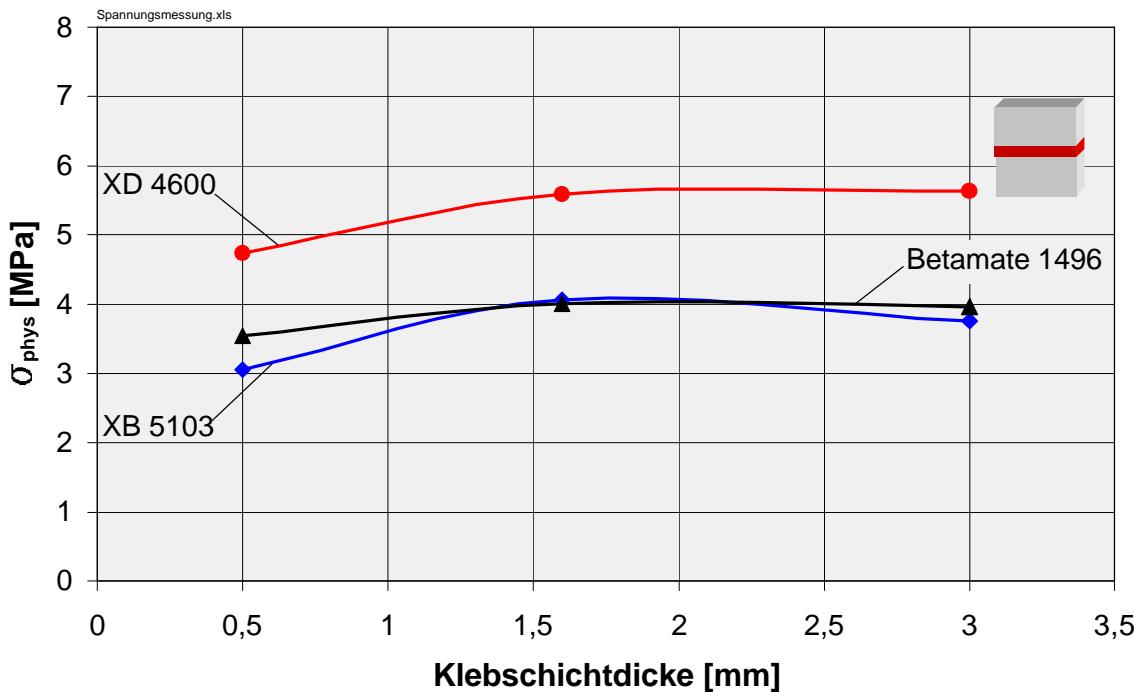


Bild 9.2.5.8: Vergleich der physikalischen Kontraktionsspannung $\Delta\sigma_{\text{phys}}$

Dies scheint zunächst ungewöhnlich und nicht nachvollziehbar. Beim näheren Betrachten der Kurvenverläufe (vgl. **Bild 9.2.5.2** bis **9.2.5.4**) fällt jedoch auf, dass die physikalische Kontraktionsspannung oberhalb der Glasübergangstemperatur T_G bei allen Klebschichtdicken gleich verläuft und sich die Unterschiede erst unterhalb dieser Temperatur ergeben. Bei den Messungen der Spaltweitenänderung hingegen sind die Verläufe schon nach Beginn der Abkühlphase unterschiedlich. Vergleicht man nun nur die Spaltweitenänderung unterhalb T_G , stellt man fast, dass diese umso größer ist, je dicker die Klebschicht, was sich wiederum mit den Resultaten der Spannungsmessung deckt. Daraus lässt sich folgern, dass die Spannungen in der Abkühlphase oberhalb T_G aufgrund des bei diesen Temperaturen noch verformungsfähigeren Klebstoffes abgebaut werden können.

Zwischen den physikalischen Kontraktionsspannungen bei einer Klebschichtdicke von 1,6mm und 3,0mm ist festzustellen, dass die Werte etwa auf gleichem Niveau liegen, bzw. wie im Falle des XB 5103 wieder abfallen. Ursache für dieses Klebschichtverhalten ist ein Abbau der Spannungen durch Rissbildung bei ansteigender Klebschichtdicke, der sich der physikalischen Kontraktionsspannung überlagert.

Die statistischen Auswertungen der Messungen sind im Anhang (**Kapitel 16**) dargestellt.

10 Ermittlung innerer Spannungen in Klebschichten nach der Härtung

Die in **Kapitel 9** beschriebene Versuchseinrichtung zur Ermittlung des zeitlich-temperaturabhängigen Verlaufes des Aufbaus von Härtungseigen- und Thermospannungen liefert versuchsbedingt als Ergebnis einen über die gesamte Klebfuge gemittelten Spannungswert. Die Versuchsergebnisse aus **Kapitel 7** (Mechanische Verhalten) lassen die Vermutung zu, dass die Spannungsverteilung in der Klebfuge keineswegs homogen, sondern lokal unterschiedlich ist.

Anhand der nachfolgend dargestellten Versuche soll daher der Spannungsverlauf in der Klebfuge ausgehend von der Klebfugengeometrie der Versuchseinrichtung zur kontinuierlichen Spannungsermittlung ermittelt und hinsichtlich variierender Klebfugengeometrien erweitert werden.

Das Versuchsprinzip beruht auf dem aus der Eigenspannungsmesstechnik bekannten "Ringkern-Verfahren" zur Bestimmung von Eigenspannungen und Hauptrichtungen in Bauteilen. Bei diesem Verfahren werden auf ein belastetes Bauteil DMS-Rosetten in definierter Richtung appliziert und die Messwerte der einzelnen Messgitter aufgenommen (Ausgangszustand). Danach wird mit einem Ringfräser oder auf eine andere geeignete Weise das die Rosette tragende Materialstück herausgearbeitet. Der herausgearbeitete Butzen ist jetzt frei von Kräften, die zuvor von dem umgebenden Werkstoff auf ihn übertragen wurden. Infolge der Entlastung federt das Materialstück in seine natürliche, ungespannte Lage zurück.

Zur Ermittlung der Spannungen werden die Dehnungen beim Freischneiden im oder am Bauteil gemessen, um über den Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl den inneren Spannungszustand berechnen zu können.

Aufbauend auf dieser Zerlegemethode wurde der Versuchsaufbau hinsichtlich der Anwendung zur Untersuchung von Klebverbindungen abgewandelt und die Probengeometrie der Klebungen denen des Versuchsaufbaus zur Spannungsermittlung während der Härtung (**Kapitel 9.2**) angepasst, siehe **Bild 10.1**.

Probenkörper aus kontinuierlicher
Spannungsmessung (Kap. 9)

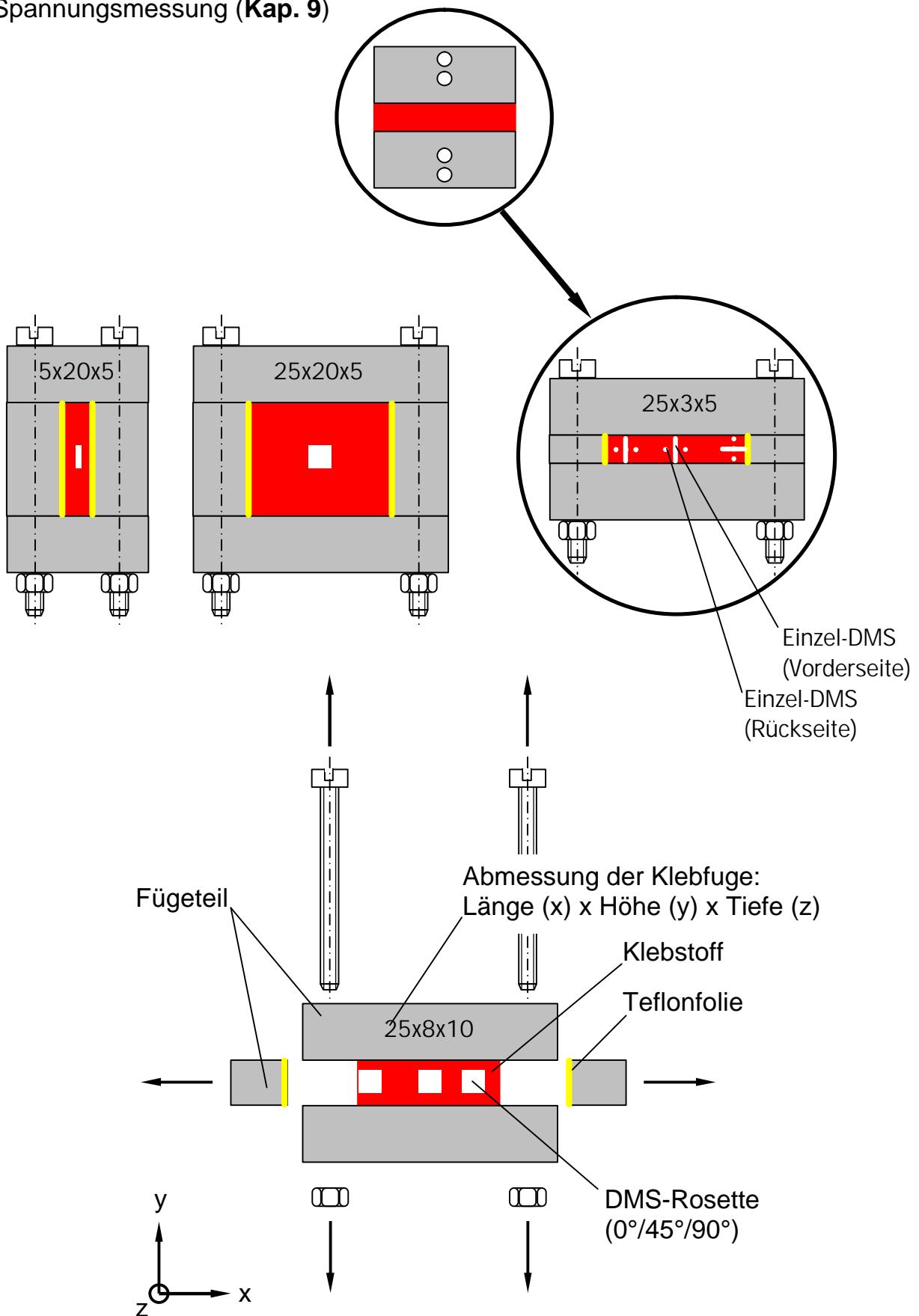


Bild 10.1: Probenformen und -abmessungen
(Spannungsermittlung nach der Härtung)

Dazu werden zunächst die Fügeteile zu einem geschlossenen Rahmen miteinander verschraubt. Wichtig ist dabei, dass die Distanzhalter mit Teflonfolie beklebt sind. Zum einen werden dadurch vergleichbare Randbedingungen zur kontinuierlichen Messung (Querkontraktionsmöglichkeit in x-Richtung) erreicht und zum anderen, um überhaupt eine Messung durchführen zu können. Durch Entfernen dieser Distanzhalter kann sich die Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung (y-Richtung) entspannen, d.h. es können die inneren Spannungen messtechnisch erfasst werden, die bei der kontinuierlichen Messung bei ihrer Entstehung ermittelt wurden.

Der verschraubte Rahmen wird mit Klebstoff gefüllt und im Umluftofen (Objekttemperatur 180°C / 20 min) ausgehärtet. Nach dem Abkühlen und dem Planschleifen der Klebfuge können die Dehnungsmessstreifen appliziert werden. Diese werden dann an ein Messwerterfassungssystem angeschlossen. In diesem Fall kommt ein Messverstärker 'Spider 8' mit dem Softwarepaket 'Catman' (beides Hottinger Baldwin Messtechnik – HBM) zum Einsatz.

Zur Messung werden dann die Distanzhalter entfernt und das 'Entspannungssignal' wird aufgezeichnet, siehe **Bild 10.2**.

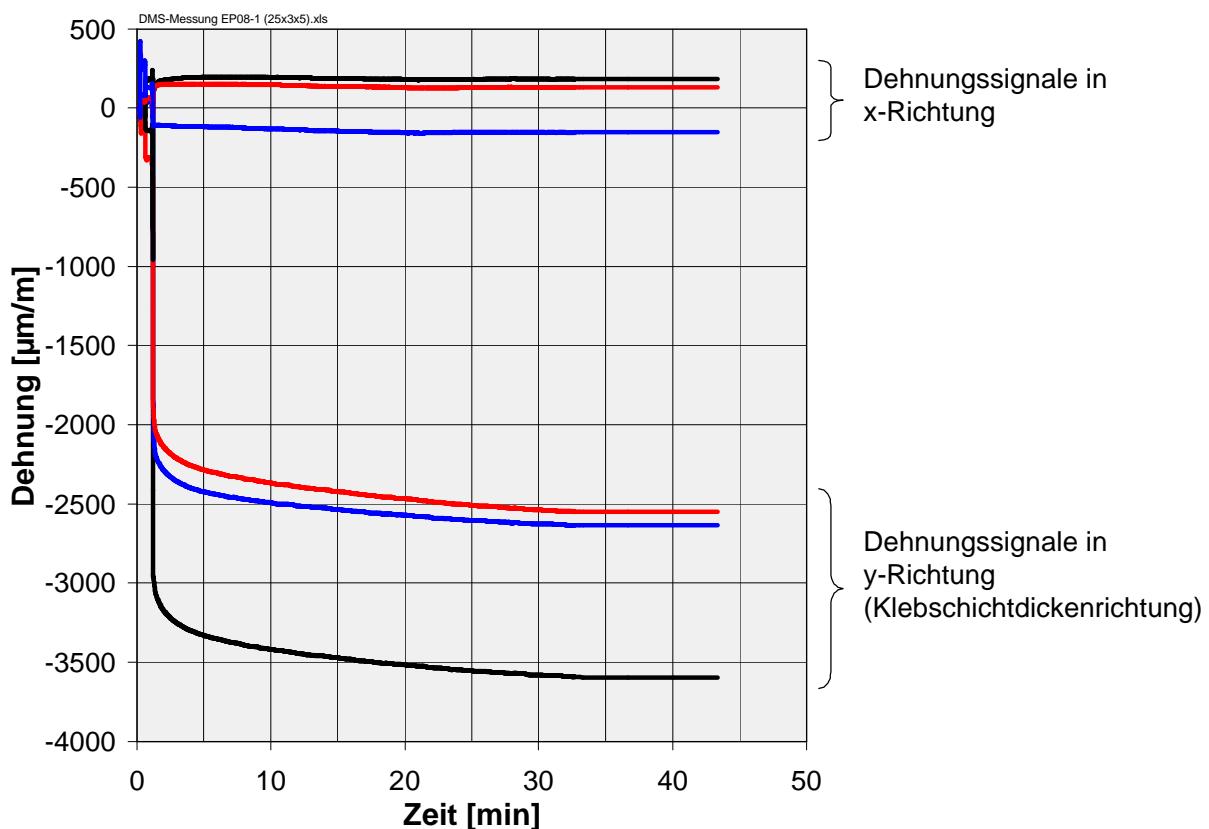
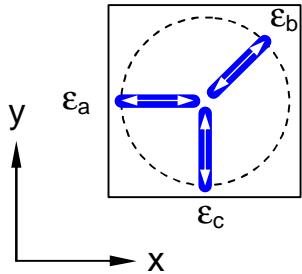


Bild 10.2: Verlauf der DMS-Signale nach Entfernen der Distanzhalter - beispielhaft

Je nach Größe der Klebfuge werden entweder DMS-Rosetten oder bei sehr dünnen Fugen Einzeldehnungsmessstreifen aufgebracht.



Bei den verwendeten DMS-Rosetten sind drei Einzelmessgitter unter $0^\circ/45^\circ/90^\circ$ zueinander positioniert (siehe **Bild 10.3**) und ermöglichen die Berechnung der Hauptnormal- und Achsspannungen.

Auf die Klebfugen mit einer Dicke von 3 mm können aufgrund ihrer Größe keine DMS-Rosetten appliziert werden. In diesem Fall wurden Einzel-DMS auf der

Vorderseite in x- und auf der Rückseite in y-Richtung aufgebracht. Aufgrund des dort fehlenden dritten (45°) Messgitters können zwar in diesem Fall keine Hauptnormalspannungen, sondern nur die Achsspannungen berechnet werden. Dies ist jedoch insbesondere für den Vergleich zur kontinuierlichen Spannungsmessung ausreichend, da auch dort nur die y-Achsspannungen als Ergebnisse vorliegen.

10.1 Berechnung der Spannungen

10.1.1 Hauptnormalspannungen

Die Berechnung der Hauptnormalspannungen σ_1 und σ_2 für $0^\circ/45^\circ/90^\circ$ -DMS-Rosette erfolgt gemäß [82] nach der Beziehung:

$$\sigma_{1,2} = \frac{E}{1-\nu} \times \frac{\varepsilon_a + \varepsilon_b}{2} \pm \frac{E}{\sqrt{2}(1+\nu)} \times \sqrt{(\varepsilon_a - \varepsilon_b)^2 + (\varepsilon_c - \varepsilon_b)^2} \quad (10.1)$$

Die dazugehörigen Hauptrichtungen 1 und 2 sind die Richtungen, in denen die errechneten Hauptnormalspannungen σ_1 und σ_2 auftreten. Diese Hauptrichtungen lassen sich nach den geometrischen Beziehungen auf Grundlage des Mohr'schen Spannungskreises aus den gemessenen Dehnungen ε_a , ε_b , ε_c berechnen. In [82] ist ein Schema beschrieben, welches auch bei den vorliegenden Untersuchungen angewendet wurde.

Zunächst errechnet man den Tangens eines Hilfswinkels ψ für die $0^\circ/45^\circ/90^\circ$ -Rosette nach der Formel:

$$\tan \psi = \frac{2\epsilon_b - \epsilon_a - \epsilon_c}{\epsilon_a - \epsilon_c} \quad (10.2)$$

Das nachfolgende **Bild 10.1.1.1** zeigt, dass der Winkel ψ je nach den Vorzeichen von Gegenkathete und Ankathete in 4 verschiedenen Quadranten liegen kann.

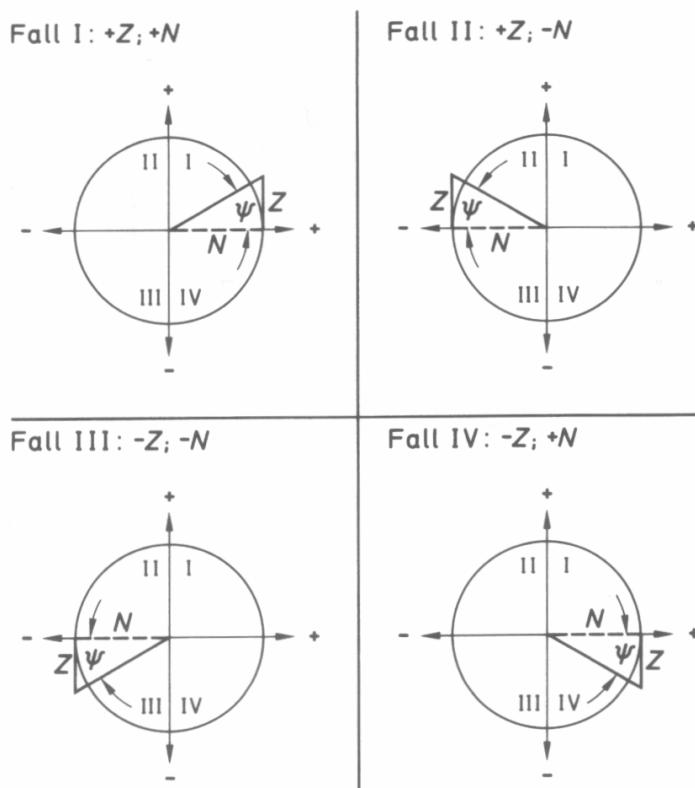


Bild 10.1.1.1: Schema zum Auffinden des dem Winkel ψ zugeordneten Quadranten

Diese Mehrdeutigkeit des Tangens macht es notwendig, über die Vorzeichen von Zähler und Nenner die Lage des Winkels zu bestimmen. Diese eindeutige Zuordnung ist unerlässlich im Zusammenhang mit der Bestimmung der Hauptrichtungen.

Aus **Gleichung 10.2** ist zunächst aus dem Zahlenwert des Tangens der Betrag des Winkels ψ zu bestimmen:

$$|\psi| = \arctan \frac{2\epsilon_b - \epsilon_a - \epsilon_c}{\epsilon_a - \epsilon_c} \quad (10.3)$$

Mit Hilfe dieses Winkels wird nach dem in **Bild 10.1.1.2** dargestellten Schema der Winkel φ bestimmt, der die Lage der ersten Hauptrichtung σ_1 bezogen auf die Dehnungsrichtung ϵ_a im mathematisch positiven Sinn (linksdrehend) angibt, siehe **Bild 10.1.1.3**. Die zweite Hauptrichtung σ_2 hat den Winkel $\varphi+90^\circ$.

Z	$\geq 0 (+)$	$> 0 (+)$	$\leq 0 (-)$	$< 0 (-)$
N	$> 0 (+)$	$\leq 0 (-)$	$< 0 (-)$	$\geq 0 (+)$
zugehöriger Quadrant	I	II	III	IV
$\varphi =$	$\frac{1}{2} \cdot (0^\circ + \psi)$	$\frac{1}{2} \cdot (180^\circ - \psi)$	$\frac{1}{2} \cdot (180^\circ + \psi)$	$\frac{1}{2} \cdot (360^\circ - \psi)$

Bild 10.1.1.2: Schema zur Ermittlung des Winkels φ [82]

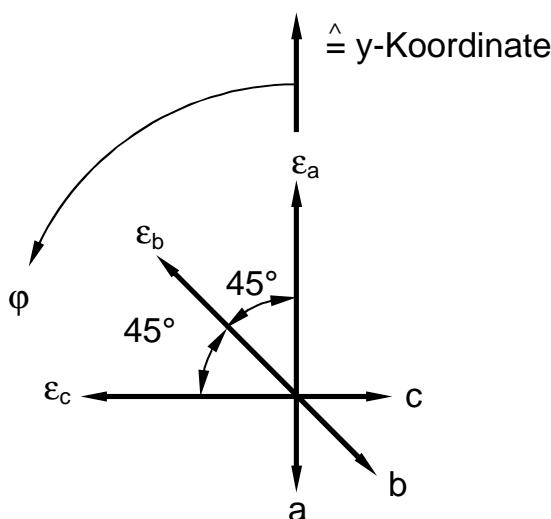


Bild 10.1.1.3: Antragen der Hauptspannungsrichtung

10.1.2 Achsenspannungen

Die Hauptrichtungen 1 und 2 eines ebenen Spannungszustandes zeichnen sich dadurch aus, dass in diesen Richtungen die Hauptnormalspannungen σ_1 , σ_2 ihren größten und kleinsten Wert annehmen, während die Schubspannungen τ zu Null werden. In jeder anderen Richtung liegen die Normalspannungen zwischen diesen Extremwerten und die Schubspannungen nehmen endliche Werte an [82]. Über Zusammenhänge des Mohr'schen Spannungskreises lassen sich aus den Hauptspannungen und dem Winkel φ die Achsenspannungen errechnen:

$$\sigma_x = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} + \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \times \cos 2\varphi \quad (10.4)$$

$$\sigma_y = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} - \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \times \cos 2\varphi \quad (10.5)$$

$$\tau_{xy} = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \times \sin 2\varphi \quad (10.6)$$

Geht es nur, wie auch bei Verwendung der Einzel-DMS, um die Berechnung der Achsenspannungen, kann auch der direkte Ansatz aus dem Hooke'schen Gesetz für den zweiachsigen Fall angewendet werden:

$$\sigma_x = \frac{E}{1-\nu^2} (\varepsilon_x + \nu \varepsilon_y) \quad (10.7)$$

$$\sigma_y = \frac{E}{1-\nu^2} (\varepsilon_y + \nu \varepsilon_x) \quad (10.8)$$

10.1.3 Vergleichsspannung

Für den Vergleich der Spannungszustände kann es sinnvoll sein, mehrachsige Spannungszustände auf einachsige durch Berechnung einer Vergleichsspannung σ_v zurückzuführen. Dabei beziehen sich die häufigsten Anwendungsfälle auf die Theorie der Gestaltänderungshypothese:

$$\sigma_v = \sqrt{\sigma_1^2 - \sigma_1\sigma_2 + \sigma_2^2} \quad (10.9)$$

10.2 Darstellung und Vergleich der Ergebnisse

Bei der Berechnung der Spannungen aus den DMS-Messungen ist das Einsetzen des geeigneten Elastizitätsmodul in die Gleichungen 9.1 bzw. 9.7 und 9.8 zu beachten. Wie in **Kapitel 7** erläutert, ändern sich die Klebstoffeigenschaften in der Klebfuge im Vergleich zur Klebstoffsubstanz mitunter sehr stark. Daher scheint der üblicherweise eingesetzte Elastizitätsmodul der Klebstoffsubstanz gemessen an einer Schulterprobe für diese Anwendung ungeeignet.

In die Gleichungen zur Berechnung der Spannungen wird daher ein einachsiger Vergleichsmodul für die Klebfuge E_v eingesetzt, der durch Umstellung der **Gleichung 7.1** aus dem Kompressionselastizitätsmodul E_{kc} errechnet wird:

$$E_v = \frac{1-v-2v^2}{1-v} \times E_{kc} \quad (10.10)$$

Eine Ausnahme bilden die Probenkörper mit den Klebfugenmassen 5x20x5 und 25x20x5 (Länge x Höhe x Tiefe), wo die Einschränkung der Gleichung 9.10, dünne Klebschichten und breite Fügeteile, nicht gegeben ist. Hier wird aufgrund der Geometrie und der Querkontraktionsbedingungen der Substanzelastizitätsmodul E eingesetzt.

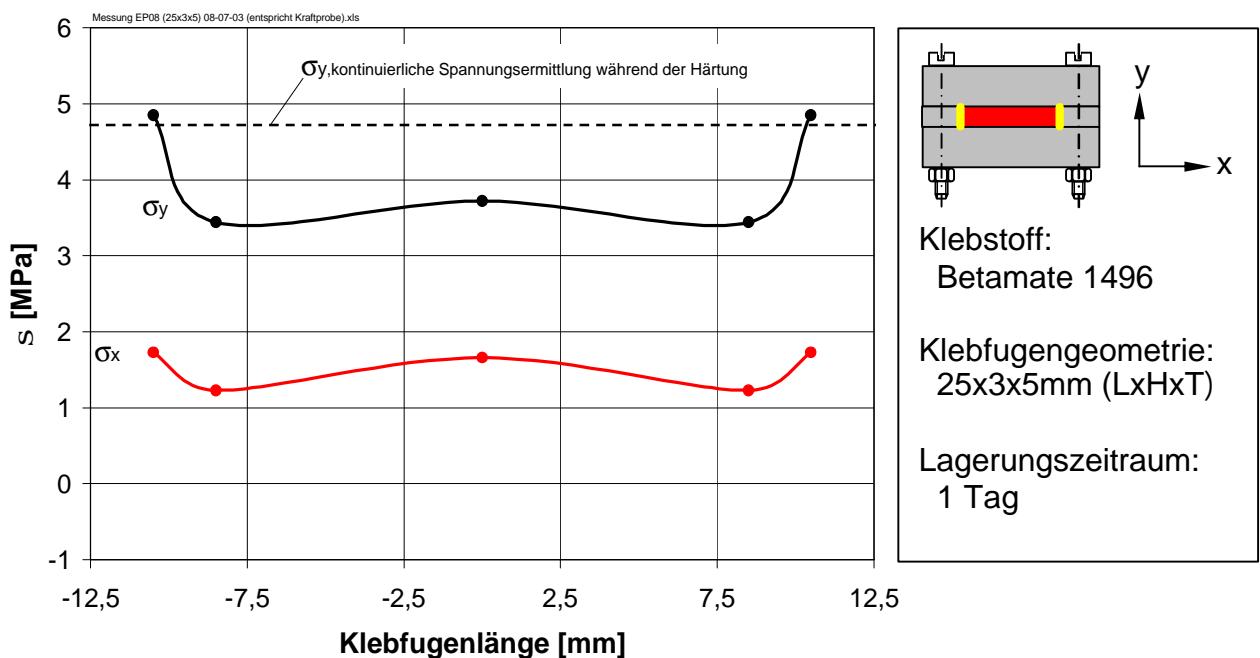
Nach **Gleichung 10.10** ergeben sich für eine Klebschichtdicke von 3 mm bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung folgende Vergleichsmodule E_v (**Bild 10.2.1**):

Klebstoff	ν	$E_{KC, 3mm} \text{ (beh)}$ [MPa]	$E_V, 3mm \text{ (beh)}$ [MPa]
XB 5103	0,21	2760	2452
BM 1496	0,40	2482	1158

Bild 10.2.1: Vergleichsmodul E_V

10.2.1 Spannungsverlauf in der Klebfuge 25x3x5mm

In **Bild 10.2.1.1** ist der ermittelte Spannungsverlauf in der Klebfuge für den Betamate 1496 dargestellt.

**Bild 10.2.1.1:** Spannungsverlauf Betamate 1496 (25x3x5mm)

Sowohl die Spannungen in (σ_y) als auch quer (σ_x) zur Klebschichtdickenrichtung zeigen zum Klebfugenrand hin aufgrund des Querkontraktionseinflusses Spannungsüberhöhungen. Berücksichtigt man, dass auch schon bei einem Lagerzeitraum von einem Tag ein Teil der Spannungen in der Klebfuge durch Relaxation abgebaut wird, siehe **Bild 10.2.1.2**, ergibt sich eine gute Übereinstimmung der gemittelten Spannung σ_y mit der kontinuierlichen Spannungsermittlung (**Kapitel 9.2**).

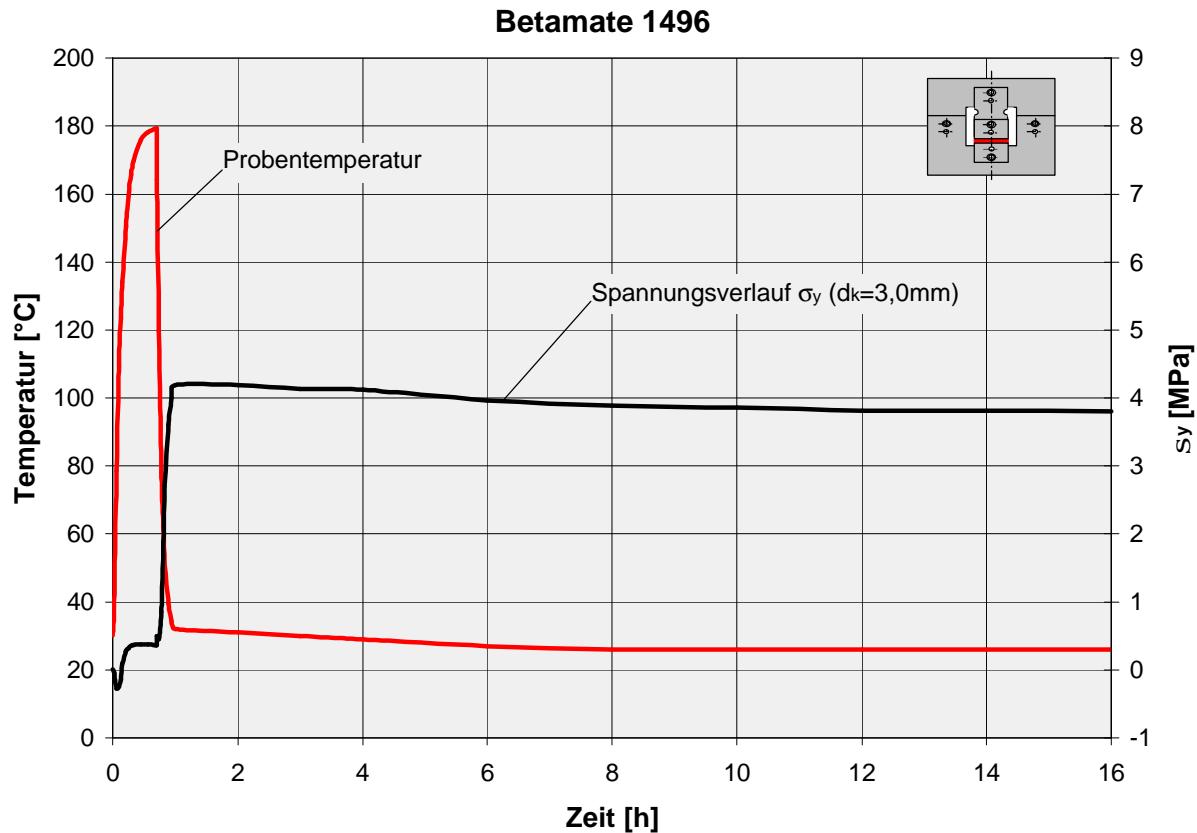


Bild 10.2.1.2: Spannungsaufbau und Relaxation – Betamate 1496

Entsprechendes gilt für den Klebstoff XB 5103, allerdings unterscheidet sich der Spannungsverlauf deutlich von dem des Betamate 1496, siehe **Bild 10.2.1.3**.

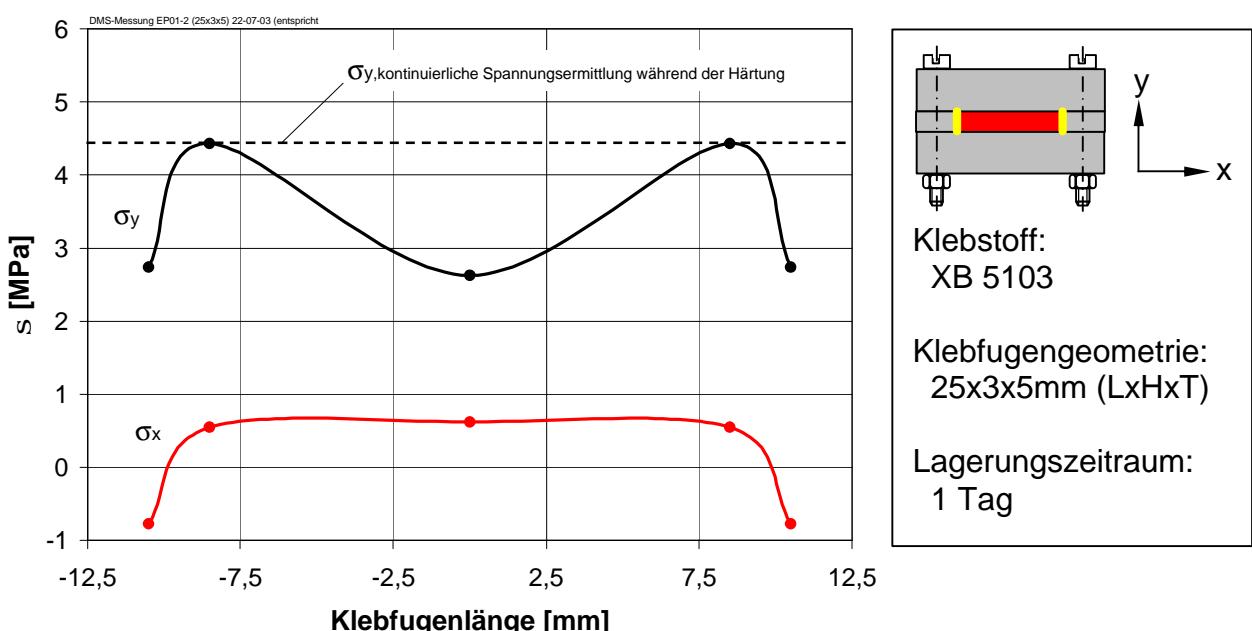


Bild 10.2.1.3: Spannungsverlauf XB 5103 (25x3x5mm)

Hier trifft die gleiche Ursache zu, die auch die dickeren Klebschichten bei der kontinuierlichen Messung zeigen: Örtlicher Spannungsabbau durch Rissbildung schon während des Aushärtens.

10.2.2 Relaxation in der Klebfuge 25x3x5

Da bei einer Klebverbindung neben der Anfangsfestigkeit vornehmlich die Frage nach dem Beständigkeitsverhalten beantwortet werden muss, gilt besonderes Augenmerk dem Relaxationsverhalten über einen längeren Zeitraum, welches zum Abbau der Spannungen führen könnte. Wie in **Bild 10.2.2.1** zu erkennen, ist dies bei dem verformungsfähigeren Betamate 1496 deutlich der Fall. Im Prüfzeitraum von 43 Tagen baute sich der innere Spannungszustand deutlich ab (ca. -50%). Dabei fällt auf, dass sowohl σ_x als auch σ_y am Klebfugenrand auf Null zurückgegangen sind.

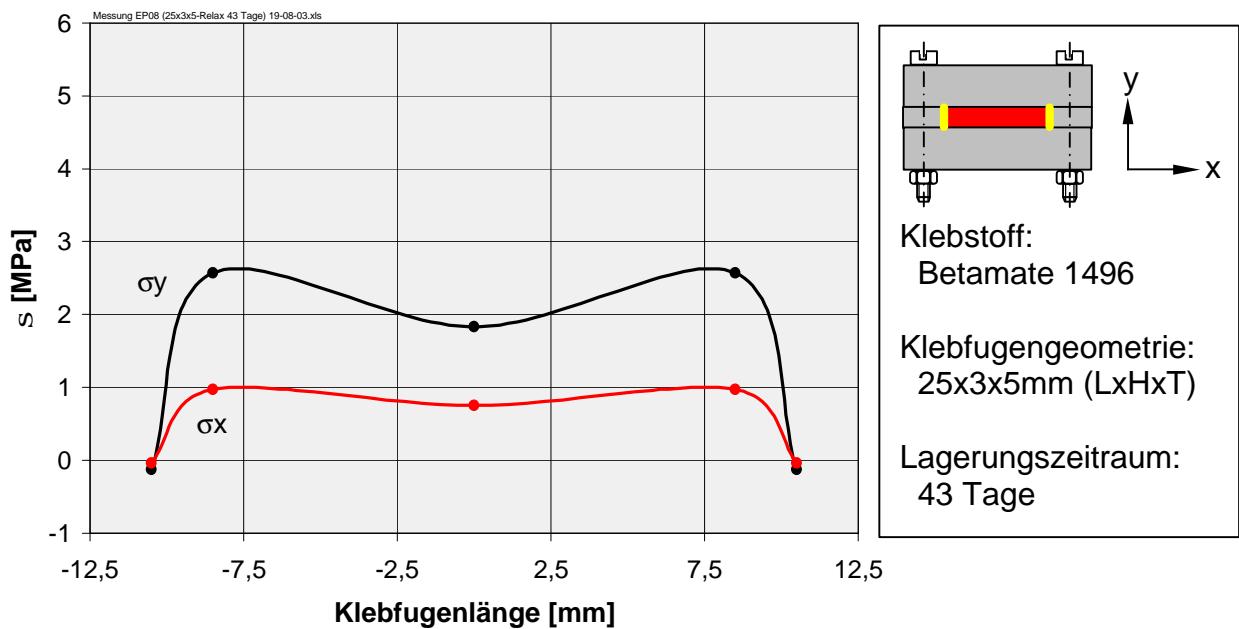


Bild 10.2.2.1: Spannungsverlauf Betamate1496 (25x3x5mm) – relaxiert (43 Tage)

Beim spröderen, weniger verformungsfähigen XB 5103 sind ebenfalls Relaxationsvorgänge zu beobachten. Auch hier treten sie wieder, wie schon beim Betamate 1496, am stärksten an den Klebfugenenden auf, siehe **Bild 10.2.2.2**. Diese Messungen decken sich mit den Erkenntnissen von [33], wonach die Relaxation insbesondere für den Abbau der Spannungsspitzen am Klebfugenrand verantwortlich ist und diese im Extremfall sogar völlig abgebaut werden können.

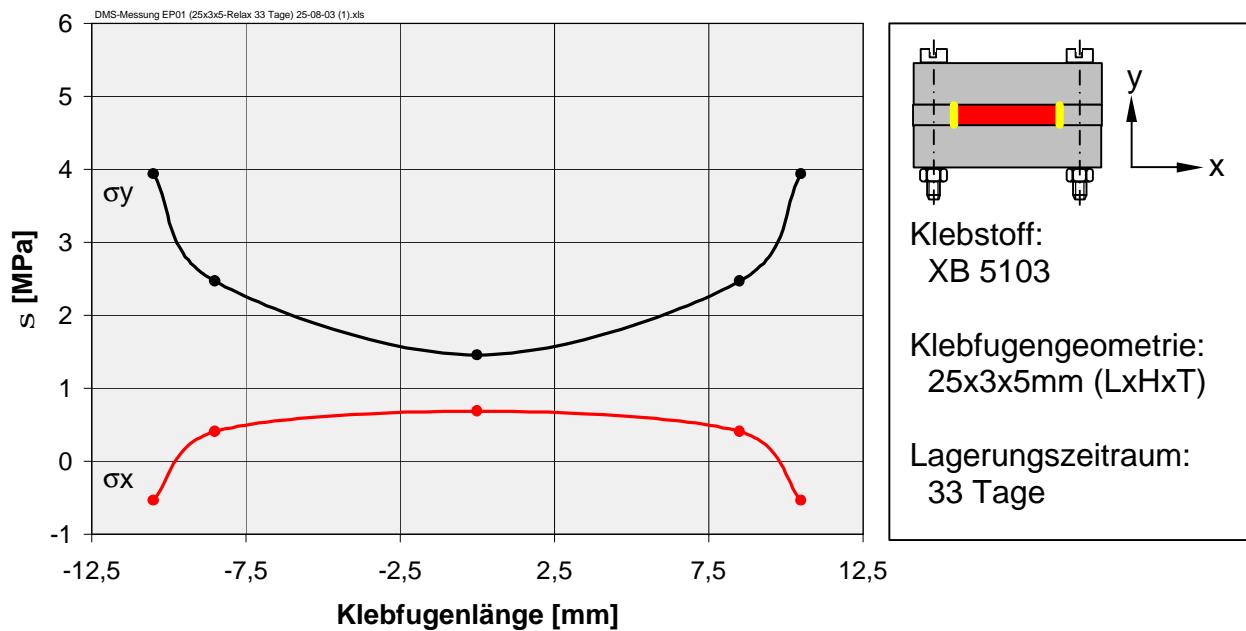


Bild 10.2.2.2: Spannungsverlauf XB 5103 (25x3x5mm) – relaxiert (33 Tage)

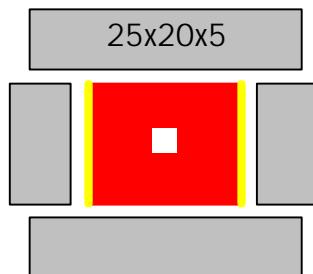
10.2.3 Spannungen in Klebfugen mit freier Kontraktionsmöglichkeit in Klebschichtdickenrichtung

Aufgrund der geometrischen Beziehungen und der Adhäsion zu den Fügeteilen wirkt auch in den Klebverbindungen mit freier Kontraktionsmöglichkeit in Klebschichtdickenrichtung ein innerer Spannungszustand, der allerdings gegenüber den Klebverbindungen mit Kontraktionsbehinderung geringer ausfallen sollte.

Für den Vergleich reicht es jedoch in diesem Fall nicht aus, die seitlichen Fügeteile zu entfernen und das 'Entspannungssignal' zu erfassen. Um eine freie Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung zu ermöglichen, können diese Fügeteile nicht zur Distanzierung eingesetzt werden. Somit ist nach der bisherigen Vorgehensweise auch kein Signal messbar. Daher wird in diesem Fall die Klebschicht in beiden Fällen zusätzlich komplett entlang der Grenzschicht mit einer sehr dünnen Trennscheibe freigeschnitten. Um nach dem Freischneiden noch eine ausreichend dicke Klebschicht zu erhalten, sind bei diesen versuchen Probenkörper mit dickeren Klebschichten verwendet worden.

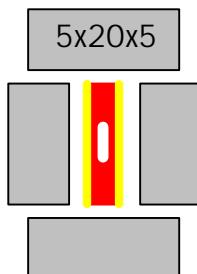
Die Ergebnisse in **Bild 10.2.3.1** und **Bild 10.2.3.2** zeigen, dass die inneren Spannungen in der Klebverbindung mit Behinderung der Kontraktion in

Klebschichtdickenrichtung deutlich höher sind als in den Proben mit freier Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung.



Klebstoff: Betamate 1496					
beh			unbeh		
σ_y [MPa]	σ_x [MPa]	σ_v [MPa]	σ_y [MPa]	σ_x [MPa]	σ_v [MPa]
-5,8	-1,7	5,5	-2,2	-0,3	2,1

Bild 10.2.3.1: Vergleich der Spannungen Betamate 1496 (beh / unbeh) – 25x20x5mm



Klebstoff: Betamate 1496					
beh			unbeh		
σ_y [MPa]	σ_x [MPa]	σ_v [MPa]	σ_y [MPa]	σ_x [MPa]	σ_v [MPa]
-3,2	-	-	-1,3	-	-

Bild 10.2.3.2: Vergleich der Spannungen Betamate 1496 (beh / unbeh) – 5x20x5mm

Dennoch sind auch in diesen Klebverbindungen innere Spannungen vorhanden. Deren Einfluss ist beispielsweise in **Kapitel 12** bei der Beurteilung der Feuchteaufnahme von Bedeutung.

11 Dichtebestimmung an Klebstoffsubstanzen und Klebschichten

Die Ergebnisse aus den Untersuchungen in **Kapitel 7** (Mechanische Eigenschaften) und **Kapitel 9.1** (Expansions- und Kontraktionsverhalten) zeigen, dass sich die mechanischen Eigenschaften der Klebstoffe in Abhängigkeit von der Klebschichtdicke ändern und somit im Grunde unterschiedliche Stoffe vorliegen, vor allem dann, wenn man die Eigenschaften der reinen Klebstoffsubstanz mit dem Klebstoff aus dünnen Klebschichten vergleicht.

Die unterschiedliche Struktur der Klebschicht sollte sich daher auch durch eine sich ändernde Klebstoffdichte äußern.

Die Dichtebestimmung erfolgte nach dem Pyknometerverfahren gemäß DIN 51451. Bei dem Pyknometer handelt es sich um ein Glasgefäß mit einem Schliffstopfen, siehe **Bild 11.1**. Das Messprinzip besteht darin, das Pyknometer mit unterschiedlichen Befüllungen (Klebstoffprobe, Klebstoffprobe mit Wasser, Wasser) mehrmals zu wägen und somit aus den ermittelten Massen und dem Volumen des Pyknometers (hier: 25cm³) die Dichte zu errechnen. Die Dichtebestimmung wird somit auf eine Massenbestimmung zurückgeführt. Für eine möglichst genaue Wägung wurde eine Labor-Feinwaage mit einer Auflösung von 0,0001g verwendet.



Bild 11.1: Pyknometer

Neben ausgehärteten Klebstoffsubstanzproben wurden Klebverbindungen mit definierter Klebschichtdicke hergestellt und die Klebschicht nach dem Aushärten und Abkühlen herausgeschält, siehe **Bild 11.2**.

Um auszuschließen, dass die angrenzende Klebstofffläche beim Abschälen der Fügeteile aufgerissen und dadurch eine niedrigere Dichte vorgetäuscht wird, sind parallel auch Proben untersucht worden, die nach dem Abschälen leicht angeschliffen wurden. Dabei zeigte sich kein Unterschied zu den nur geschälten Proben.

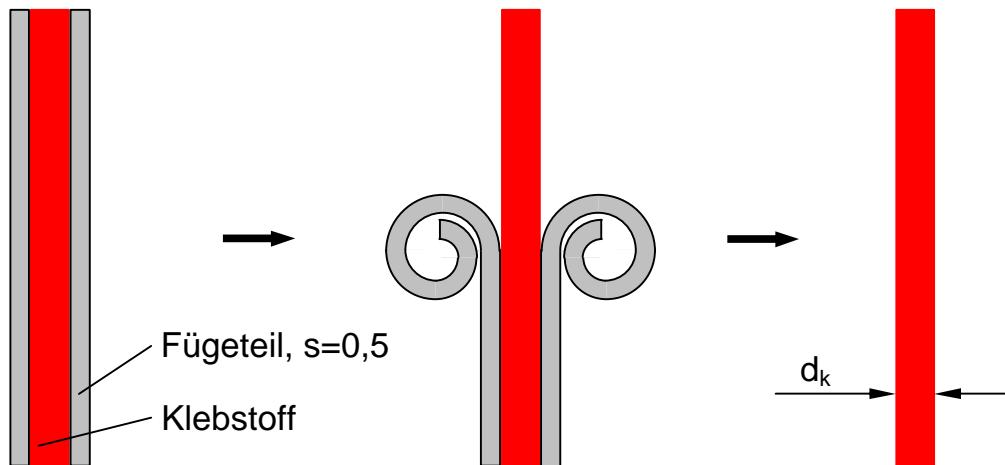


Bild 11.2: Herstellung der Klebstoffproben zur Dichtebestimmung

Die Messungen haben ergeben, dass die Dichte bei dünnen Klebschichten deutlich geringer ist als bei dickeren Schichten bzw. der Klebstoffsubstanz, an die sich die Dichtewerte bei zunehmender Klebschichtdicke annähern, siehe **Bild 11.3**.

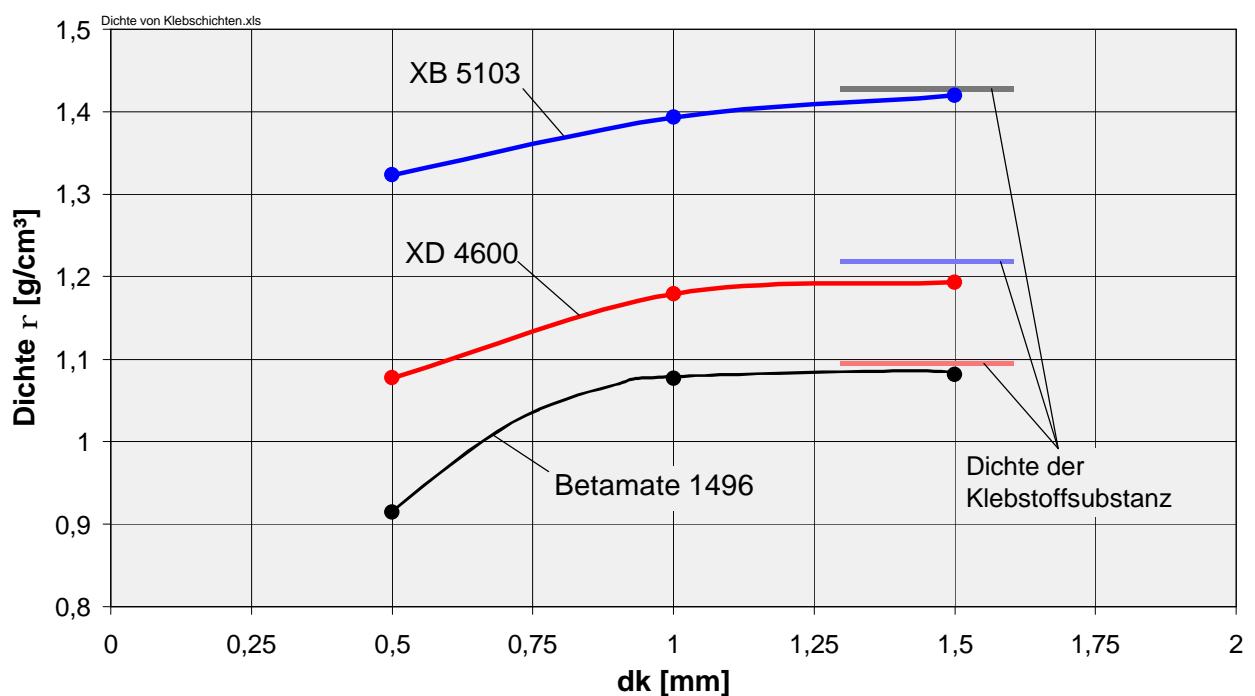


Bild 11.3: Dichte von Klebschichten in Abhängigkeit der Klebschichtdicke

Die Beurteilung der Messergebnisse lässt nun die folgende Annahme zu:

Der Klebstoff in der Klebfuge ist vereinfacht betrachtet strukturell in zwei Bereiche aufgebaut. Der überwiegende Teil besteht aus einer dichter verknüpften Struktur, während die Randzonen (die Adhäsionszonen zum Fügeteil) weitmaschiger ausgebildet sind und somit eine geringere Dichte besitzen, siehe **Bild 11.4**. Dies bedeutet, je dünner die Klebfuge, desto größer wird der prozentuale Anteil der Bereiche mit geringerer Dichte und die Gesamtdichte sinkt.

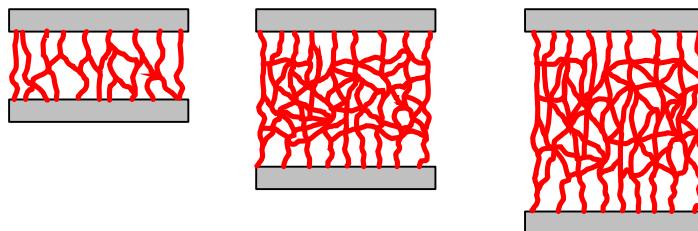


Bild 11.4: Klebschichtstruktur - schematisch

Steigt die Klebschichtdicke, wird der Anteil der klebstoffseitigen Adhäsionszone relativ geringer. Die Gesamtdichte steigt und nähert sich wie in den durchgeführten Messungen den Dichtewerten der reinen Klebstoffsubstanz an.

Diese Betrachtung deckt sich grundsätzlich mit aus der Literatur bekannten Untersuchungen wie z.B. von [24,96]. Allerdings wird dort lediglich von einer lamellenartig orientierten Grenzschicht ausgegangen und globularem Gefüge nach Art eines Partikelhaufwerkes in den mittleren Klebschichtebenen.

Als Ursache für die unterschiedliche Strukturierung wird die chemische Wechselwirkung zwischen Fügeteiloberfläche und Klebstoff angesehen.

Eine Serie von zusammengesetzten REM-Aufnahmen mit zunehmendem Abstand von der Fügeteiloberfläche zeigt jedoch einen anderen strukturellen Aufbau der Klebfuge (**Bild 11.5**) In der dargestellten Aufnahme sind durch das Ionenätzen nur einzelne Bereiche der Klebschicht freigelegt, während weite Bereiche noch gewissermaßen mit der Deckschicht, resultierend aus den Schneid-, Schleif- und Poliervorgängen, belegt sind. Allerdings hätte eine Erhöhung der Ätzzeit, wie Voruntersuchungen gezeigt haben, wiederum zu einer Schädigung der bereits freigelegten Strukturen geführt. Doch diese einzelnen Bereiche reichen aus, um Aussagen über die Strukturierung der fügeteilentfernten Bereiche der Klebfuge zu treffen.

Vergleicht man die freigelegten Details, stellt man fest, dass die Struktur bis etwa 25µm vom Rand entfernt weitmaschiger strukturiert ist (**Detail a**). Der Abstand der Klebstofflamellen ist hier größer, aber auch stärker zur Fügeteiloberfläche hin ausgerichtet als in der Mitte der Klebfuge (**Details b** und **c**). Hier ist zwischen den beiden Aufnahmen (50µm bzw. 110µm von der Fügeteiloberfläche entfernt) strukturell kein Unterschied feststellbar.

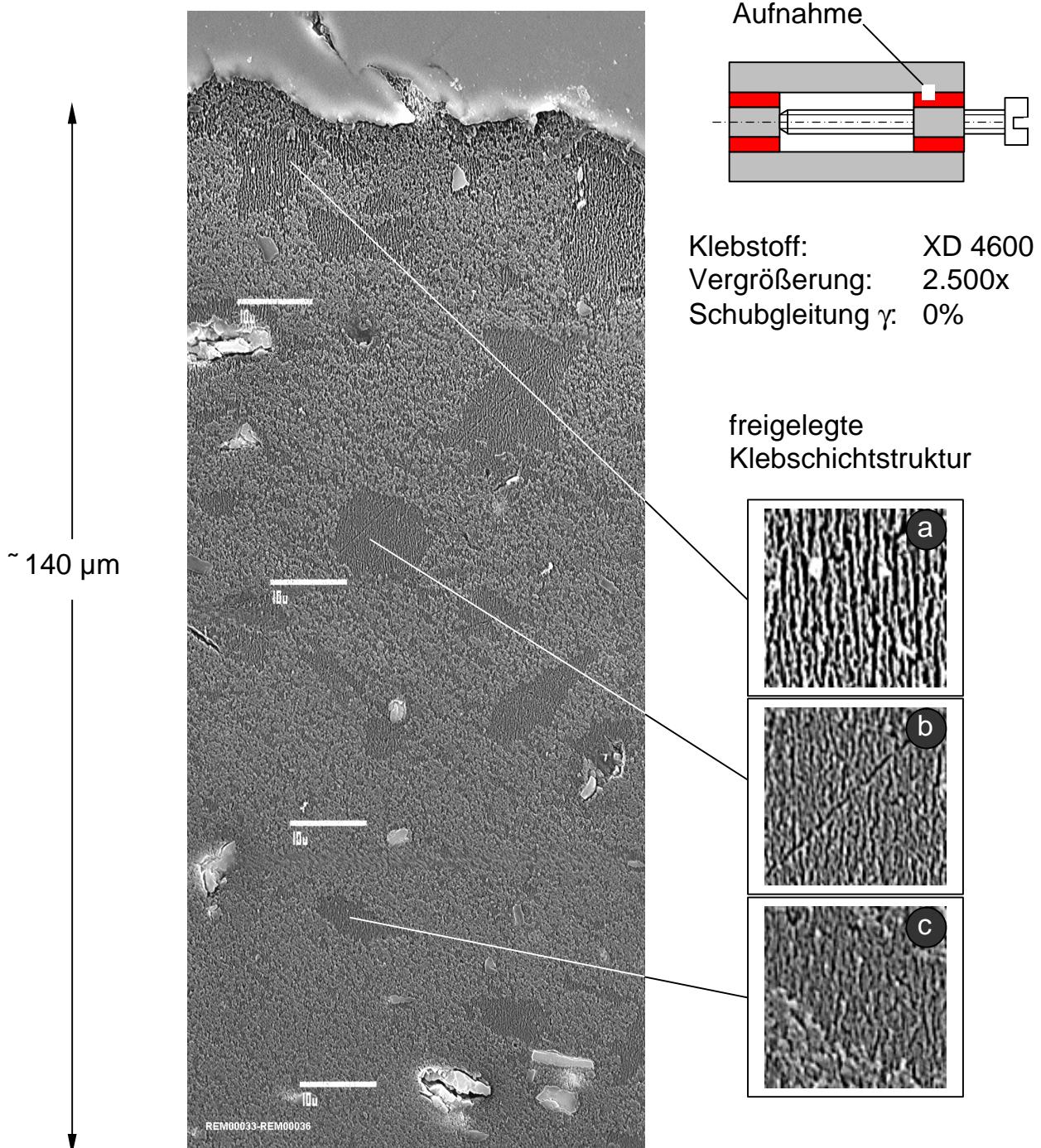


Bild 11.5: REM-Aufnahme der Klebschichtstruktur mit zunehmender Entfernung von der Fügeteiloberfläche (Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung)

Die REM-Aufnahme deutet darauf hin, dass nicht wie bisher angenommen in erster Linie eine chemische Wechselwirkung zwischen Fügeteiloberfläche und Klebstoff für die unterschiedliche Strukturierung der Klebfuge verantwortlich ist. Wenngleich auch zur Klebschichtmitte hin kompakter strukturiert und seitlich verzweigt, ist doch über die gesamte Dicke ein lamellar orientierter Aufbau der Klebschicht erkennbar. Dieser deutet darauf hin, dass sich der Klebstoff lotrecht zur Fügefläche hin ausgerichtet hat, da die Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung durch die relativ zueinander distanzierten Fügeteile unterbunden war.

Um sicherzustellen, dass die freigelegten Strukturen tatsächlich durch Vernetzungsvorgänge entstanden sind und es sich nicht um einen Ätzeffekt handelt, sind Untersuchungen an schubbeanspruchten Klebverbindungen (**Bild 11.6**), wie sie auch aus der Literatur [24] bekannt sind, durchgeführt worden.

Ausgehend von der unverspannten Probe ermöglicht diese Probenform durch Drehen der Stellschraube die Klebschicht zu verformen, um die Zusammenhänge zwischen makroskopischer Klebschichtverformung und struktureller Werkstoffveränderung im Rasterelektronenmikroskop zu untersuchen.

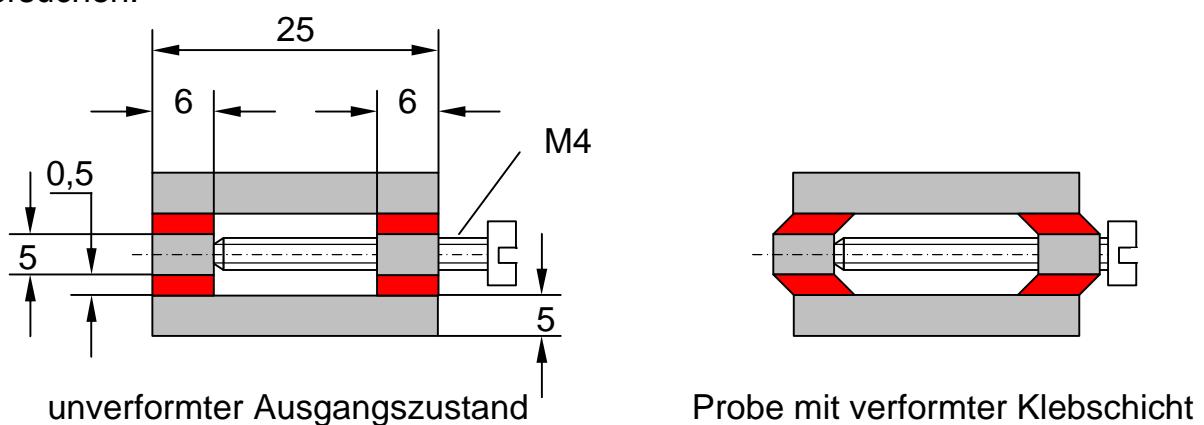
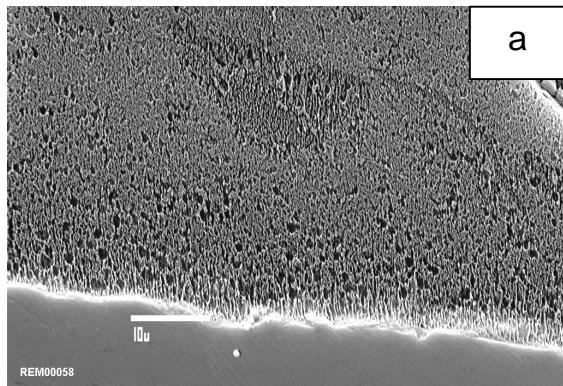


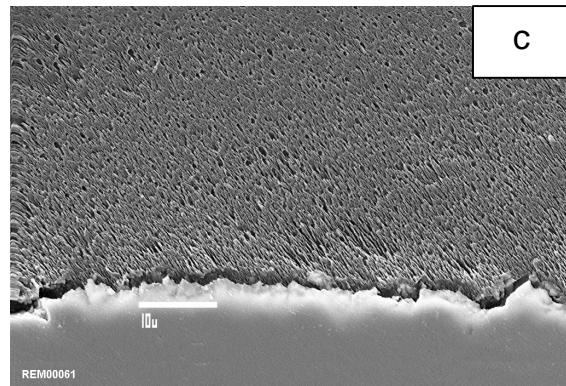
Bild 11.6: Probekörper für schubbeanspruchte Belastungsversuche im REM

Das Andrehen der Schraube zum Verformen der Klebschicht erfolgte dabei vor dem Ionenätzen, um eindeutig beurteilen zu können, ob es sich bei den freigelegten Strukturen um die wahre Struktur der Klebschicht oder um Ätzeffekte handelt. Ein Ätzeffekt hätte aufgrund der lotrecht von der Fügeteiloberfläche abgelenkten Argonionen eine entsprechend lotrecht zur Fügeteiloberfläche ausgerichtete Struktur in der Klebfuge zu Folge. Wenn es sich jedoch um freigelegte Struktur handeln würde, würde diese aufgrund der Verformung vor dem Ätzen verformt erscheinen und nicht mehr lotrecht ausgerichtet.

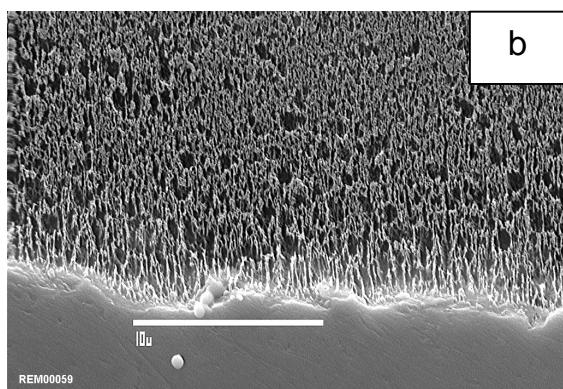
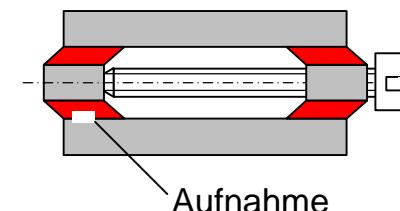
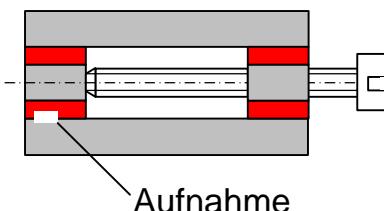
Aufgrund dieser Vorgehensweise kann davon ausgegangen werden, dass es sich bei den in **Bild 11.7** dargestellten Strukturen, wie auch den REM-Aufnahmen in der vorliegenden Arbeit, in erster Linie um die Klebschichtstruktur und nicht um einen Ätzeffekt handelt. Ansonsten wäre bei der schubbeanspruchten Probe (Aufnahmen c und d) keine geneigte Klebschichtorientierung zu erkennen gewesen.



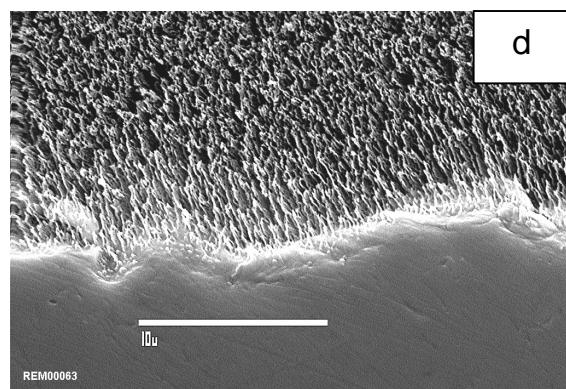
Klebstoff: Betamate 1496
Vergrößerung: 2.500x
Schubgleitung γ : 0%



Klebstoff: Betamate 1496
Vergrößerung: 2.500x
Schubgleitung γ : \approx 50%



Klebstoff: Betamate 1496
Vergrößerung: 6.000x
Schubgleitung γ : 0%



Klebstoff: Betamate 1496
Vergrößerung: 6.000x
Schubgleitung γ : \approx 50%

Bild 11.7: REM-Aufnahmen der Klebschichtgrenzonenstruktur in Abhängigkeit vom Verformungszustand

12 Bestimmung der Feuchteaufnahme von Klebstoffen und Klebschichten

Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersuchten Klebstoffe sind organische Kunststoffe und somit nicht diffusionsdicht gegenüber gasförmigen Medien wie dem in der Luft enthaltenen Wasserdampf. Dieser dringt in die Klebschicht ein, lockert je nach chemischer Zusammensetzung des Klebstoffs sein Molekulargefüge und kann durch diese 'Weichmacherwirkung' die mechanischen Eigenschaften der Klebstoffschicht verändern [28].

Bekanntermaßen nimmt die Festigkeit von Klebungen nach Lagerung in feuchter Umgebung ab. Meist unbekannt ist jedoch der quantitative zeitabhängige Feuchtegehalt in der Klebschicht. Doch gerade der zeitliche Zusammenhang zwischen Feuchtegehalt und der Tragfähigkeit der Klebverbindung scheint von großer Bedeutung für das Verständnis der Zusammenhänge bei der Alterung von Klebverbindungen zu sein.

Untersuchungen von [24] haben gezeigt, dass dabei die Klebschichtdicke aufgrund ihrer verschiedenartigen Klebschichtstrukturen maßgeblichen Einfluss auf die Höhe der Feuchteaufnahme nimmt. So haben die Messungen ergeben, dass die Diffusionsgeschwindigkeit und der spezifische Feuchtegehalt mit kleiner werdender Klebschichtdicke überproportional stark ansteigt.

In den nachfolgend dargestellten Untersuchungen soll geklärt werden, inwieweit nun der Zustand der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung, auch unter Berücksichtigung der Klebschichtdicke, Einfluss auf die Diffusionsgeschwindigkeit und den Feuchtegehalt nimmt.

Abweichend von den in [24] durchgeführten Messungen, die bei sehr dünnen Klebschichtdicken von 0,025 bis 0,25 mm durchgeführt wurden, sollen bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen auch dickere Klebschichten bis 3 mm und Klebstoffsubstanzproben berücksichtigt werden, unter anderem, um Aussagen über mögliche 'Grenzwerte' der Feuchteaufnahme machen zu können.

Die Ermittlung des Feuchtegehaltes erfolgt durch gravimetrische Bestimmung der Gewichtszunahme (Elektronische Analysenwaage mit einer Messgenauigkeit von $\pm 0,1$ mg) von ausgehärteten Klebstoffsubstanzproben und Metall-Klebungen (**Bild 12.1**) unter feuchtwarmer Klimalagerung (50°C / 99% rel. Feuchte).

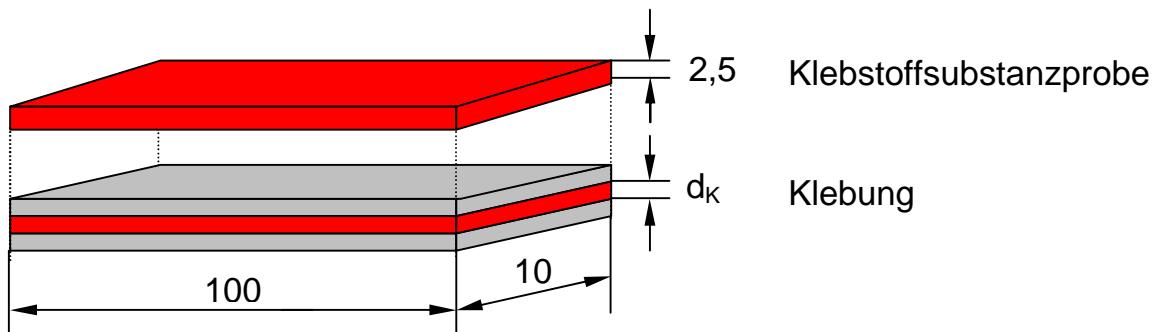


Bild 12.1: Wasserdiffusionsproben, Probenform und Abmessungen

Die Probenkörper wurden nach der Herstellung gemäß **Bild 12.2** in abgedichteten Glasbehältern über Wasser gelagert, die bei 50°C in einem Wärmeschrank untergebracht waren.

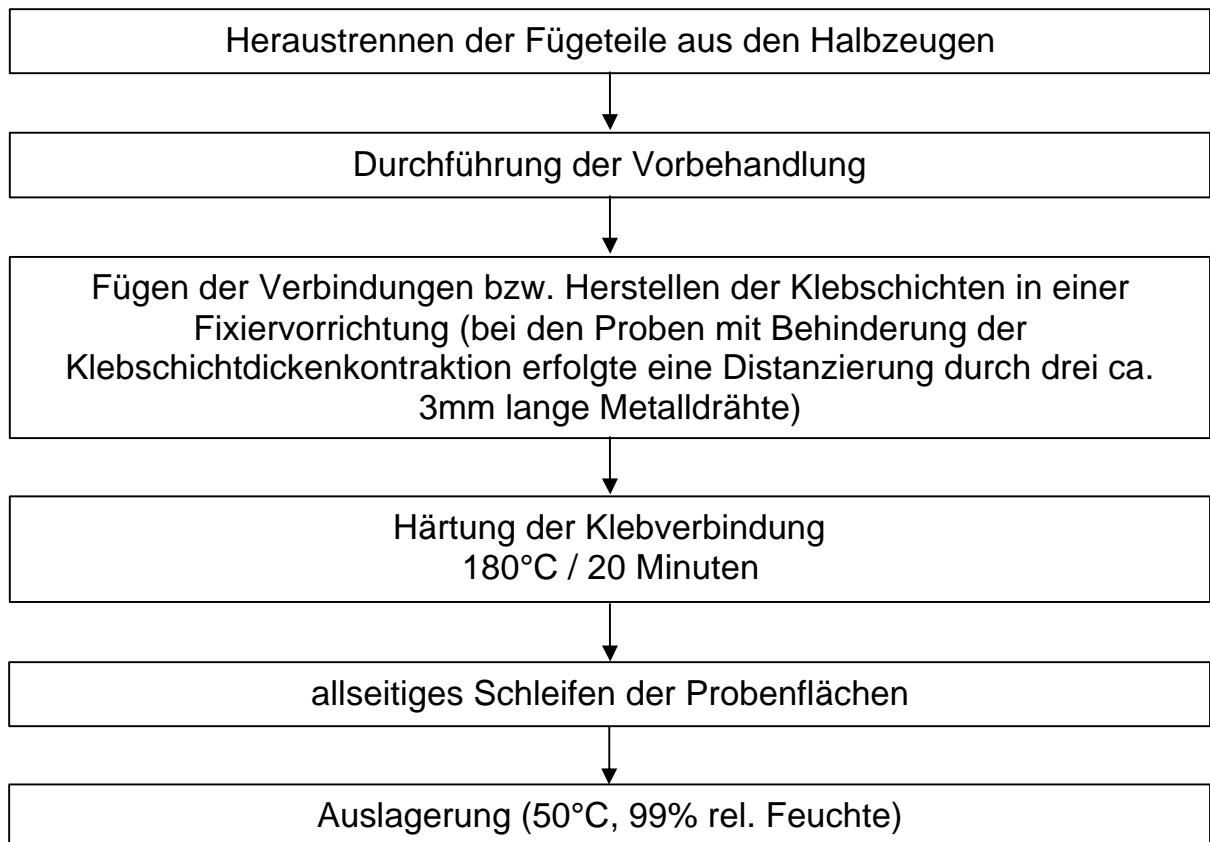


Bild 12.2: Herstellung der Proben zur Bestimmung der Feuchteaufnahme

Bei den Messungen an den geklebten Proben muss berücksichtigt werden, dass ein Teil der Gewichtszunahme aus der Anlagerung von Feuchtigkeit an den

Fügeteiloberflächen resultiert. Aus Vergleichsmessungen an nicht geklebten Referenzblechen kann dieser Anteil jedoch ermittelt und dementsprechend bei der Berechnung berücksichtigt werden. Damit ergibt sich folgende Bestimmungsgleichung für die volumenbezogene Feuchtigkeitsaufnahme in den dünnen Klebschichten:

$$\frac{\Delta G}{V_K} = \frac{\Delta G_P - \frac{\Delta G_B}{A_B} \times A_P}{V_K} \quad (12.1)$$

Die Einzeldiagramme zum zeitlichen Verlauf der Feuchteaufnahme, die nicht in diesem Kapitel aufgeführt sind, befinden sich im Anhang (**Kapitel 16**).

12.1 Feuchtigkeitsaufnahme der Klebstoffsubstanzen

Die Höhe der Feuchteaufnahme von Klebstoffen kann von großer Bedeutung für das Beständigkeitsverhalten einer Klebverbindung sein, da Feuchte, vor allem in Verbindung mit einer Temperaturwechselbeanspruchung, die Schädigung einer Klebverbindung vorantreiben kann. Ein Vergleich der nachfolgend ermittelten Feuchteaufnahme der untersuchten Epoxidharzklebstoffe mit den gealterten Zugscherproben (**Kapitel 13**) wird zeigen, inwieweit diese Zusammenhänge hier bestehen.

In den Bildern **12.1.1** bis **12.1.3** ist die Feuchteaufnahme der Klebstoffsubstanzen in Abhängigkeit von der Klimalagerzeit aufgezeichnet. Es fällt auf, dass die beiden elastifizierten Klebstoffe XD 4600 und Betamate 1496 eine deutlich geringere Feuchteaufnahme besitzen als der spröde XB 5103. Die hohe Feuchteaufnahme des XB 5103 liegt aber im hohen Füllstoffanteil dieses Klebstoffes begründet, da die Füllstoffe eine sehr hohe spezifische Feuchteaufnahme besitzen [83].

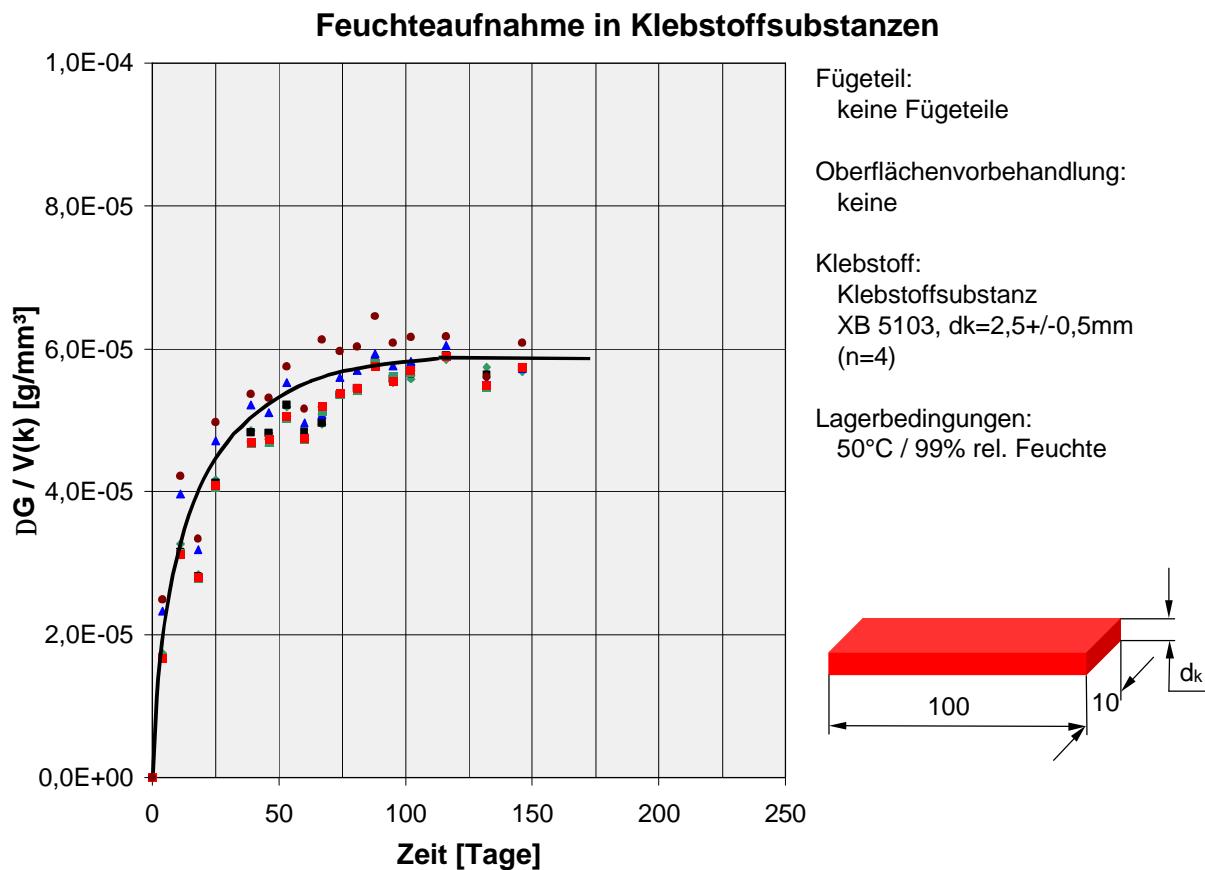


Bild 12.1.1: Feuchteaufnahme XB 5103

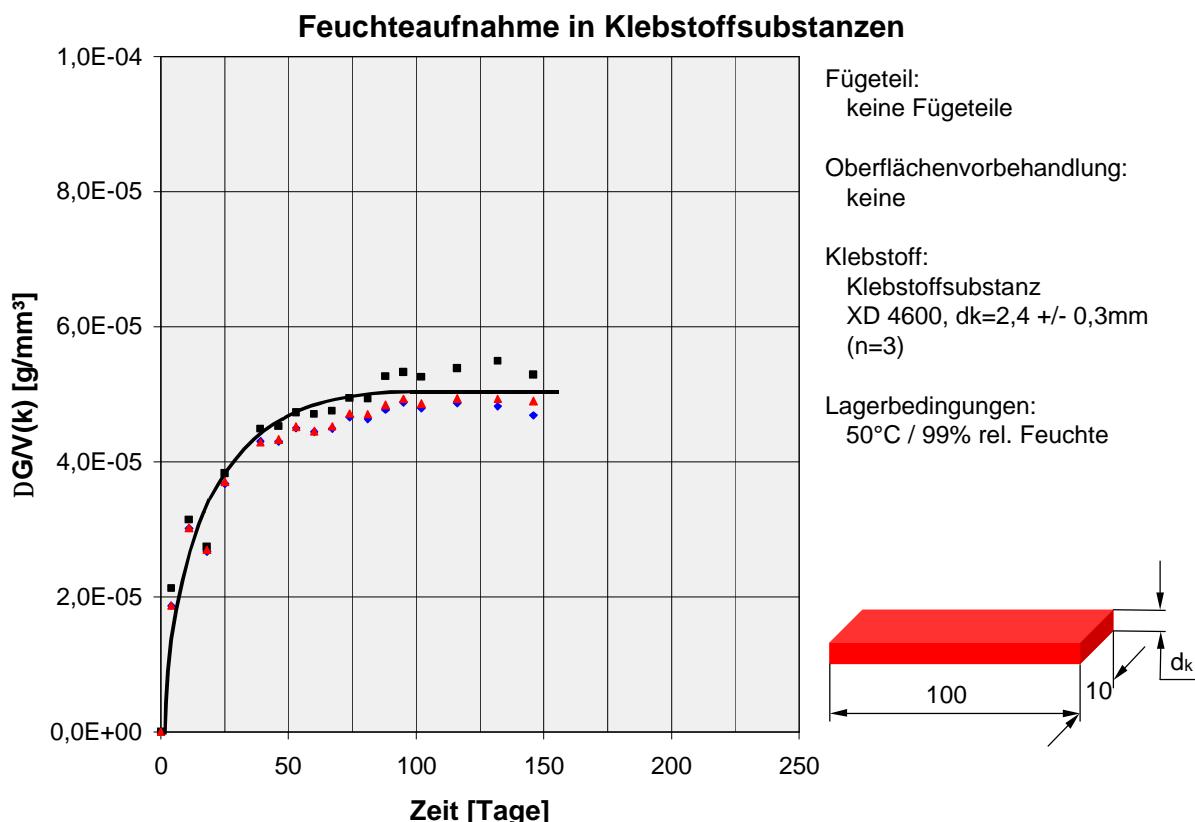


Bild 12.1.2: Feuchteaufnahme XD 4600

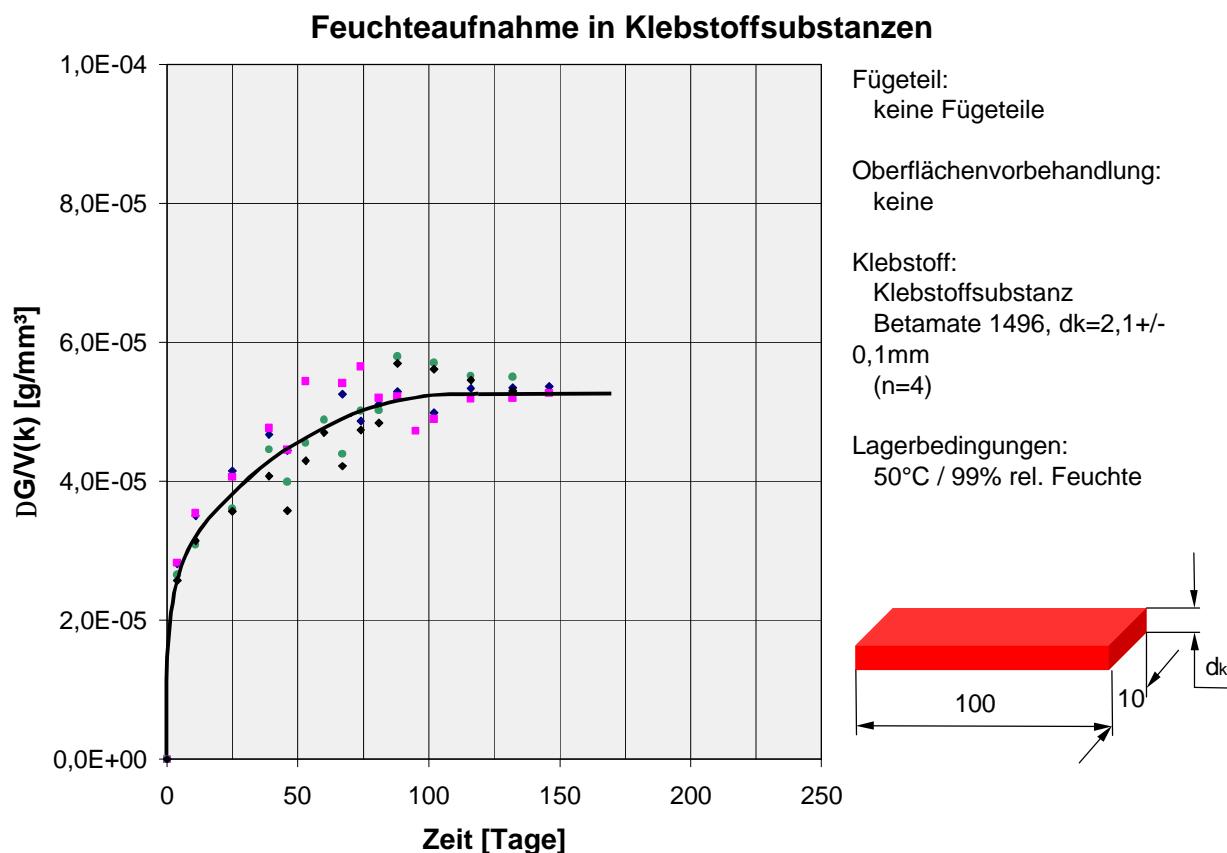


Bild 12.1.3: Feuchteaufnahme Betamate 1496

12.2 Einfluss der Klebschichtdicke und der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung auf die Feuchtigkeitsaufnahme

Vorangegangene Untersuchungen wie die Bestimmung der klebschichtdickenabhängigen mechanischen Eigenschaften (**Kapitel 7**) oder die Dichtebestimmung (**Kapitel 11**) haben schon einen deutlichen Einfluss der Klebschichtdicke auf die untersuchten Eigenschaften gezeigt, was zu der These führte, dass die Struktur der Klebfuge nicht homogen ist, sondern zur Klebfugenmitte hin kompakter strukturiert ist als in Fügeteilnähe.

Bezogen auf die Feuchteaufnahme würde dies bedeuten, dass diese bei dünneren Klebschichtdicken höher ist als bei dickeren Klebschichten, wo der prozentuale Anteil der kompakteren Klebschichtstruktur zunimmt. Dies würde folglich bedeuten, dass ein Grenzwert (Sättigungswert der Substanz) erkennbar sein müsste, auf den die Feuchteaufnahme zuläuft, wenn der Grenzschichtanteil zunehmend geringer wird.

Wie in **Bild 12.2.1** dargestellt, haben die durchgeführten Untersuchungen dies bestätigt. Die Feuchteaufnahme der mit freier Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung (unbeh) hergestellten Klebverbindungen nimmt, wie in den Untersuchungen von [24], mit zunehmender Klebschichtdicke ab. Der Kurvenverlauf nähert sich dabei dem Wert der Substanzprobe an.

Aufgrund der geometrischen und werkstofflichen Randbedingungen ist auch in den Klebverbindungen mit freier Kontraktionsmöglichkeit in Klebschichtdickenrichtung ein innerer Spannungszustand vorhanden. Dieser ist zwar im Vergleich zu den Klebverbindungen mit Behinderung der Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung weitaus geringer (siehe **Kapitel 10**), führt aber dennoch dazu, dass die Klebverbindungen mit den Aluminiumfügeteilen den Wert der Klebstoffsubstanz nicht erreichen. Als Beleg dafür möge die Feuchteaufnahme der Klebverbindung dienen, in der Aluminiumfolie mit vernachlässigbarer Steifigkeit als Fügeteil verwendet wurde. Diese liegt gesättigt bei $5,25 \times 10^{-5} \text{ g/mm}^3$ und somit wie erwartet unterhalb dem Wert der 'richtigen' Aluminiumklebverbindung ($5,31 \times 10^{-5} \text{ g/mm}^3$) auf dem Niveau der Klebstoffsubstanz ($5,25 \times 10^{-5} \text{ g/mm}^3$).

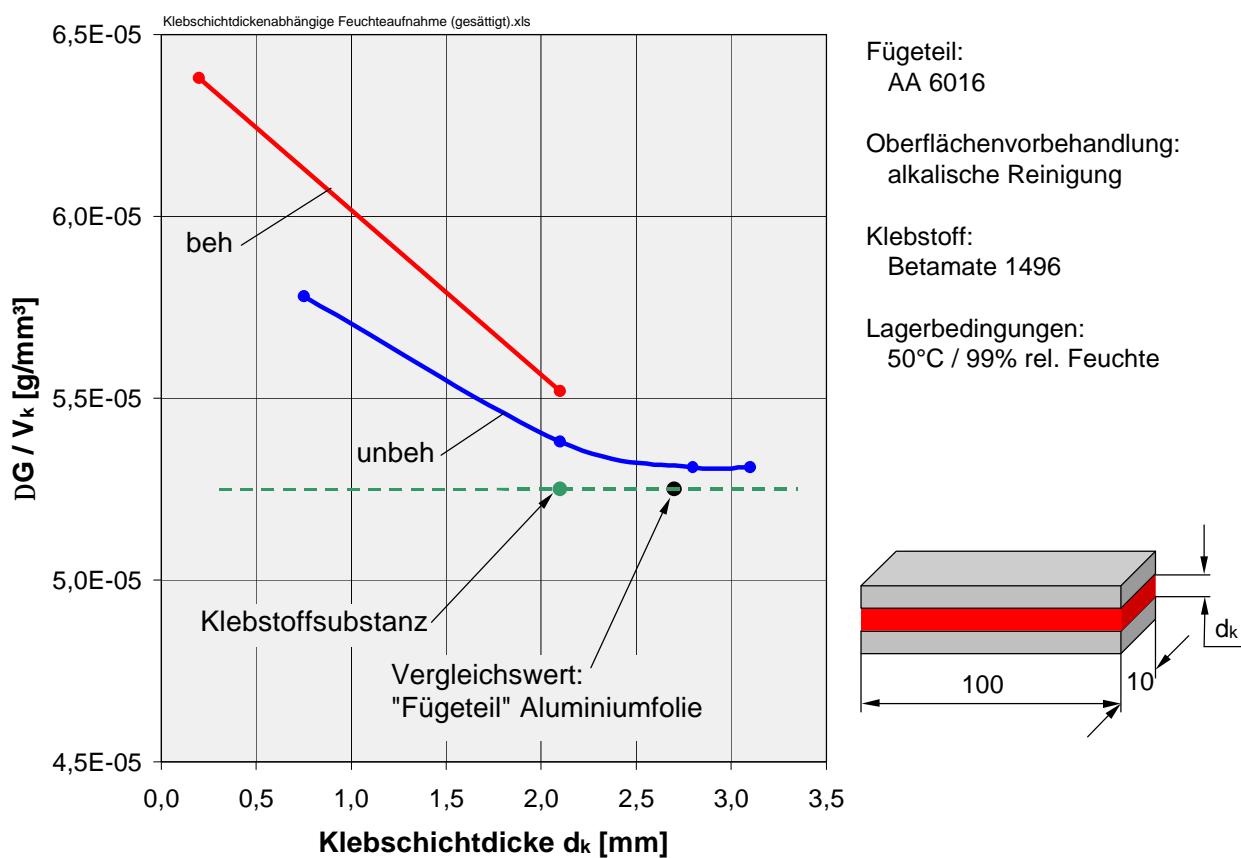


Bild 12.2.1: Feuchteaufnahme im Sättigungszustand – Betamate 1496

Bei den Klebverbindungen mit Behinderung der Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung ist ebenfalls eine Klebschichtdickenabhängigkeit bei der Feuchteaufnahme erkennbar. Aufgrund der strukturellen Schädigungen, wie sie an den Bruchflächen und Querschliffen in **Kapitel 7** dargestellt sind, erhöhen sich die Freiräume und Spalten in der Klebfuge und führen somit zu einer größeren Feuchteaufnahme als bei den Klebverbindungen ohne Behinderung in Klebschichtdickenrichtung.

Die Versuchsreihen zur Bestimmung der Feuchteaufnahme haben gezeigt, dass der innere Spannungszustand bzw. daraus resultierende Schädigungen der Klebschicht auch die Feuchteaufnahme beeinflussen. Dies ist insofern von Bedeutung, als dass die Feuchtebeaufschlagung bei Alterungstests eine wichtige Rolle spielt und diese Untersuchungen daher dazu beitragen können, das unterschiedliche Beständigkeitsverhalten zwischen Klebverbindungen mit unterschiedlichem inneren Spannungszustand zu deuten.

13 Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten

In den vorangegangenen Kapiteln wurde die Entstehung innerer Spannungen untersucht und messtechnisch erfasst. Dabei wurde der Einfluss einer Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung während der Klebstoffhärting auf den Aufbau innerer Spannungen dargestellt sowie der daraus resultierende strukturelle Aufbau in der Klebfuge untersucht.

Wie sich in **Kapitel 7** gezeigt hat, werden auch die mechanischen Klebstoffeigenschaften maßgeblich durch den inneren Spannungs- sowie Schädigungs- und Strukturzustand beeinflusst. Daher soll nachfolgend der Einfluss von Härtungseigen- und Thermospannungen auf das Festigkeits-, aber vor allem auch auf das Beständigkeitsverhalten von Klebverbindungen untersucht werden, wenn sich die inneren Spannungen mit weiteren Schädigungsmechanismen wie Feuchte oder Lastspannungen überlagern.

13.1 Prüfbedingungen

Neben Festigkeitsuntersuchungen an Klebverbindungen im Neuzustand (Anfangswerte AFW) wurden zur Beurteilung der Beständigkeit der Klebverbindungen Alterungstests durchgeführt.

Neben dem dreimonatigen Klima-Korrosions-Wechseltest (KKT) kam dabei der zwölfmonatige verschärzte Freibewitterungstest (VFB) zum Einsatz, siehe **Bild 13.1.1**.

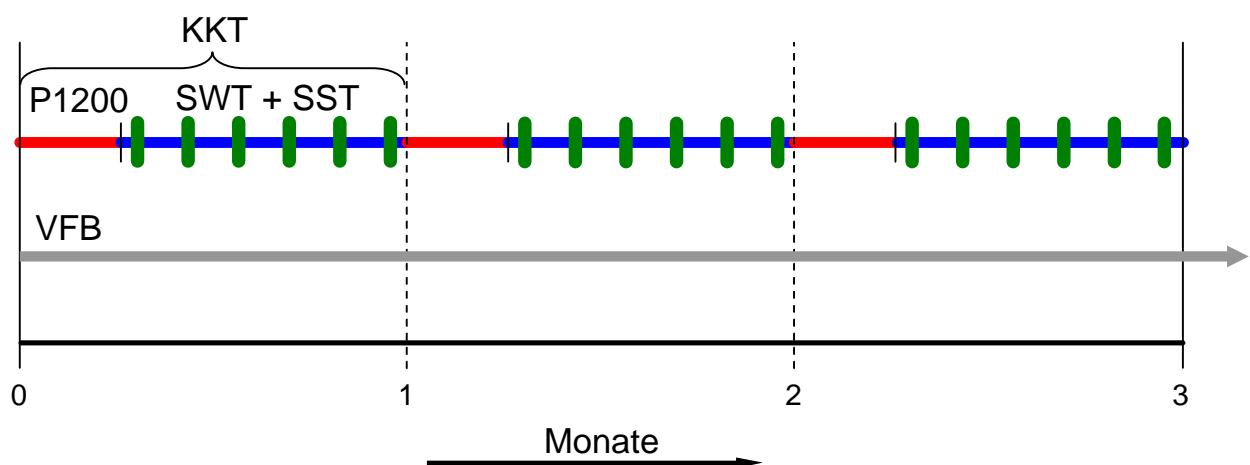


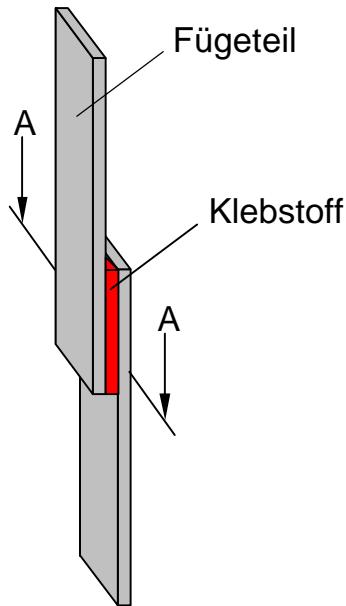
Bild 13.1.1: Prüfbedingungen - Übersicht

- Klima-Korrosions-Wechseltest (KKT)
7d Klimawechsel P-VW 1200
21d Schwitzwasserklima DIN 50017
— mit zweimal wöchentlich 3,5h Salzsprühnebelprüfung SS DIN 50021
28d Gesamt-Zyklus
- Klimawechsel VW P1200
1h Aufheizen von RT aus
4h Halten bei 80°C / 80% rel. Feuchte
2h Abkühlen
4h Halten bei –40°C
1h Aufheizen bis RT
12h Teilzyklus
- Schwitzwassertest mit Salzsprühnebelprüfung (SWT+Salz)
Auslagerung im Schwitzwasserklima (DIN 50017), 40°C / 100% rel. Feuchte mit Salzsprühnebelprüfung (DIN 50021), zweimal wöchentlich je 3,5 h
- Verschärzte Freibewitterung (VFB)
Zweimal wöchentlich Besprühung der Prüfteile mit 5%iger wässriger NaCl-Lösung

13.2 Einschnittig überlappte 'dünne' Zugscherproben gemäß DIN EN 1465

13.2.1 Probenherstellung und Auswertung

Der Zugversuch an dünnen einschnittig überlappten Klebverbindungen gemäß DIN EN 1465 wird zur Beurteilung des Festigkeits- und Beständigkeitsverhaltens herangezogen. Entsprechend den Untersuchungen zum mechanischen Klebstoffverhalten wurden auch die einschnittig überlappten dünnen Zugscherproben in zwei Varianten der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung hergestellt, siehe **Bild 13.2.1.1**.

Variante 1

Schnitt A-A

Variante 2

Schnitt A-A

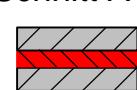


Bild 13.2.1.1: Varianten von Klebungen der einschnittig überlappten dünnen Zugscherprobe (quasistatische Prüfung)

Bei der Variante 1 wurde die Kontraktion der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung durch zwei etwa 3 mm lange Metalldrähte unterbunden, während Variante 2 ohne diese Distanzierung hergestellt wurde und somit eine Kontraktion in Dickenrichtung möglich war.

Die Herstellung der Klebverbindungen erfolgt gemäß nachfolgendem Schema (**Bild 13.2.1.2**):

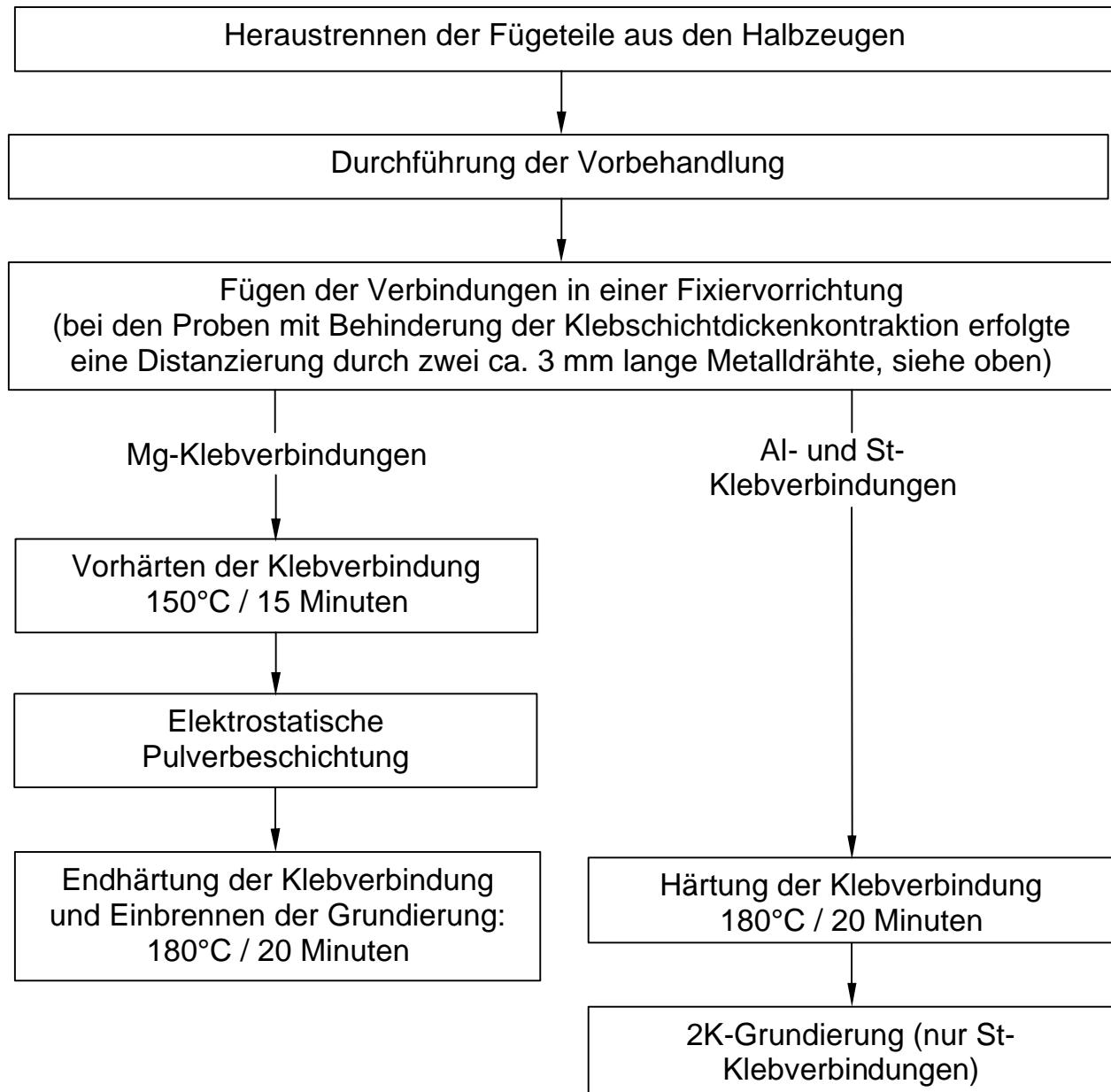
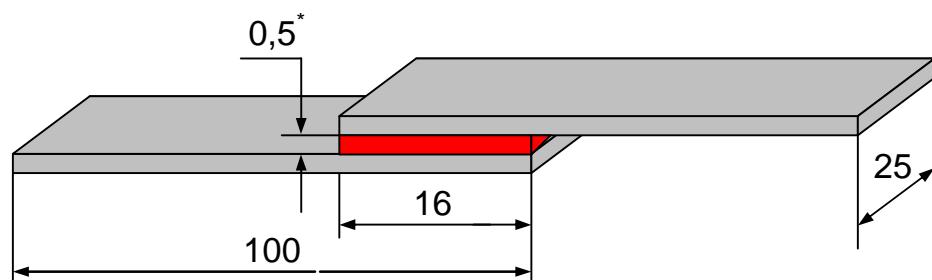


Bild 13.2.1.2: Herstellung der Klebverbindungen

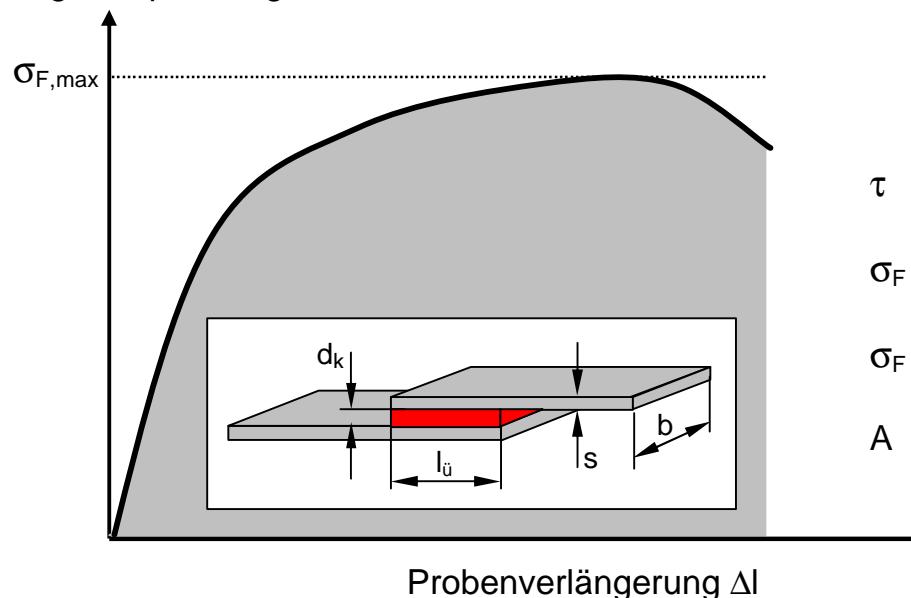
Form und Abmessungen der Klebverbindung sind in **Bild 13.2.1.3** skizziert.



*) bei Stahlklebverbindungen auch 1 mm

Bild 13.2.1.3: Form und Abmessungen der Klebverbindungen

Zeichnet man während des Belastungsversuches die Kraft und die Probendeformation (gemessen über den Weg der ziehenden Traverse der Prüfmaschine) auf, so erlaubt dies eine differenzierte Bewertung des Festigkeitsverhaltens der Fügung und zudem gezieltere Aussagen über die Haftfestigkeit des Schichtverbundes. Nachfolgend ist schematisch der Verlauf der Fügeteilspannung σ_F in Abhängigkeit von der Probenverlängerung ΔL dargestellt (**Bild 13.2.1.4**). Je nach Haft- und Eigenfestigkeit der einzelnen Schichten (Klebstoff-, Vorbehandlungs-, Lackschichten, je nach Klebung) wird eine entsprechende Fügeteilverformung oder gar der Fügeteilbruch erzwungen. Die Fläche unter der Kurve repräsentiert entsprechend das Arbeitsaufnahmevermögen bis zum Bruch der Verbindung (A_{Bruch}).

Fügeteilspannung σ_F 

$$\tau = F / (b \cdot l_{\text{ü}}) \quad (13.1)$$

$$\sigma_F = F / (b \cdot s) \quad (13.2)$$

$$\sigma_F = \tau \cdot l_{\text{ü}} / s \quad (13.3)$$

$$A = \int F d L \quad (13.4)$$

Bild 13.2.1.4: Spannung-Verformung-Verlauf im Zugscherversuch gemäß DIN EN 1465, schematisch

Die Bruchfestigkeit kann durch die mittlere Fügeteilspannung beim Bruch oder durch die mittlere Schubspannung in der Klebfuge (Nennschubspannung) ausgedrückt werden. Die Nennschubspannung τ und die Fügeteilspannung σ_F sind durch die in **Bild 13.2.1.4** angegebene Beziehung miteinander verknüpft. Gemäß DIN EN 1465 wird die mittlere Nennschubspannung beim Bruch auch als Zugscherfestigkeit bezeichnet.

13.2.2 Festigkeitsverhalten ohne Korrosionseinfluss

Im **Bild 13.2.2.1** sind beispielhaft Spannung-Verformung-Diagramme, wie sie in den Versuchen ermittelt wurden, dargestellt. Auf eine komplette Darstellung sämtlicher Diagramme wird aufgrund der Menge der Daten verzichtet.

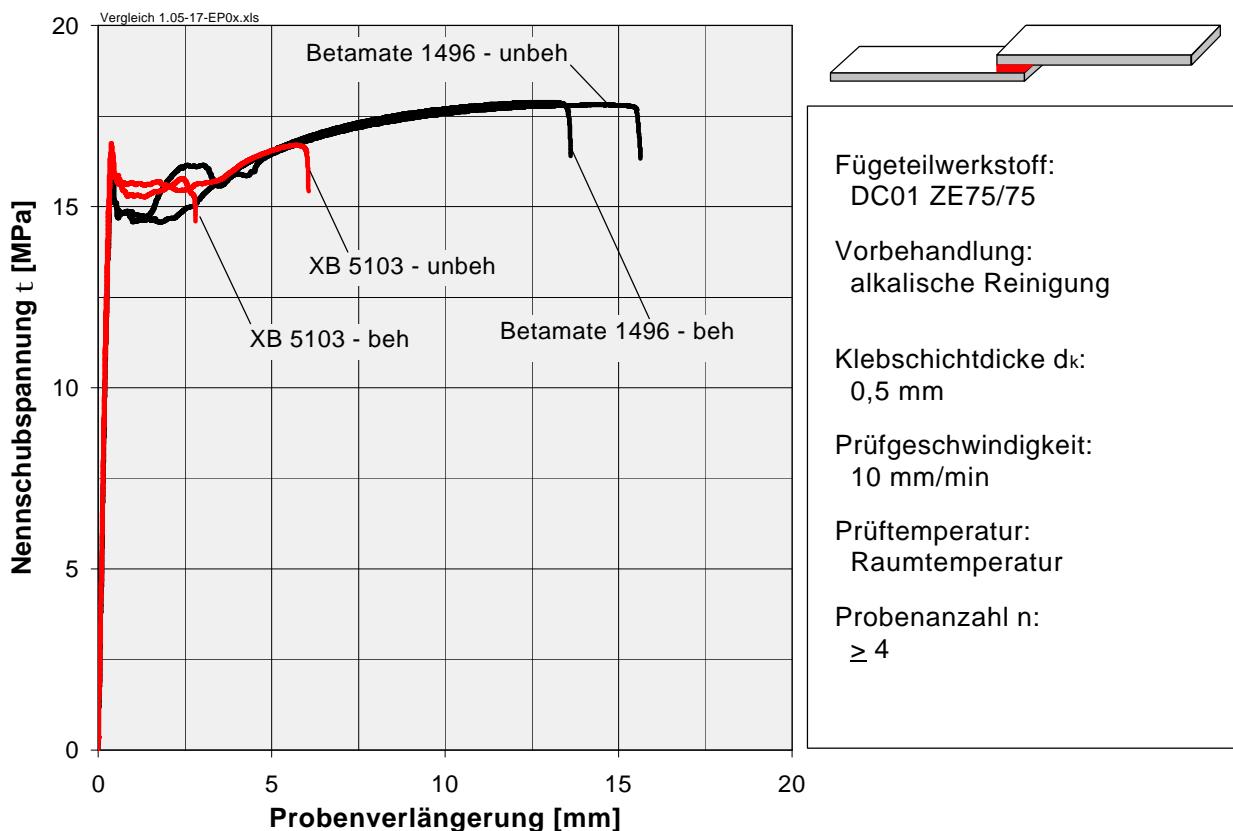
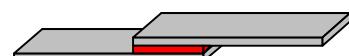
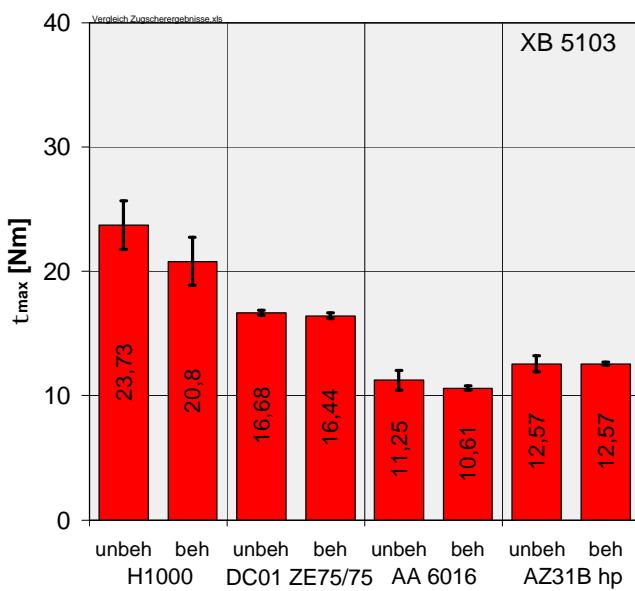


Bild 13.2.2.1: Spannung-Verformung-Diagramm – DC01 ZE 75/75 mit den Klebstoffen XB 5103 und Betamate 1496

Zieht man die Zugscherfestigkeit jedoch in diesem Fall als Vergleichskriterium heran, ist bei den untersuchten Klebverbindungen im Ausgangszustand kein bzw. nur sehr geringer Abfall von der Probe mit freier Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung im Vergleich zur Klebverbindung mit Kontraktionsbehinderung zu erkennen, siehe **Bild 13.2.2.2**.



Fügeteil:
siehe Diagramm

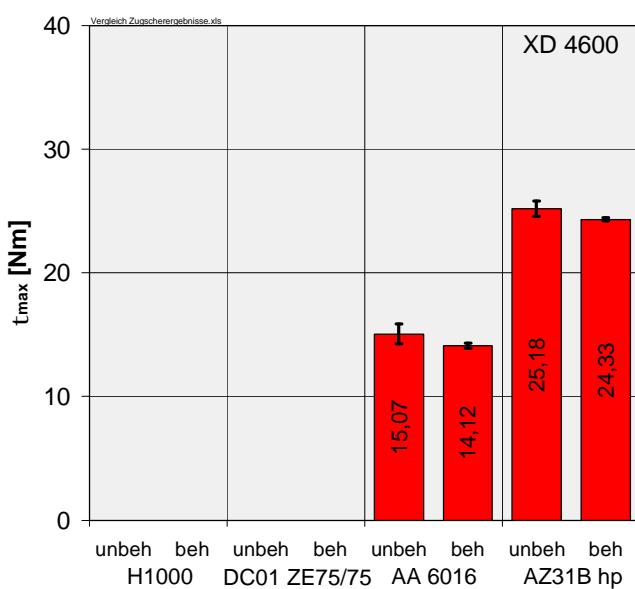
Vorbehandlung:
siehe unten

Klebstoff:
siehe Diagramm

Klebschichtdicke:
 $d_k = 0,5 \text{ mm}$

Prüfgeschwindigkeit:
10 mm/min

Prüftemperatur:
Raumtemperatur



Vorbehandlungen:

H1000 / DC01 ZE75/75
alkalische Reinigung

AA6016
alkalische Reinigung

AZ31B hp
Gelbchromatierung

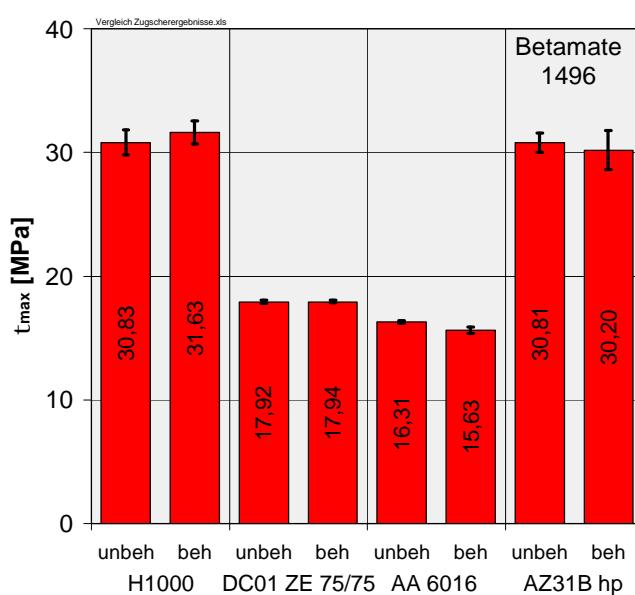


Bild 13.2.2.2: Vergleich der maximalen Zugscherfestigkeit τ_{\max}

Betrachtet man jedoch unter den gleichen Bewertungskriterien die Brucharbeit, werden die Unterschiede deutlicher.

Beim hochfesten spröden Klebstoff XB 5103 ist bei allen Klebverbindungen mit Ausnahme der gelbchromatierten Magnesiumlegierung ein deutlicher Abfall der Bruchdehnung von den Klebverbindungen mit freier Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung hin zu denen mit Behinderung der Klebschichtdickenkontraktion erkennbar, siehe **Bild 13.2.2.3**.

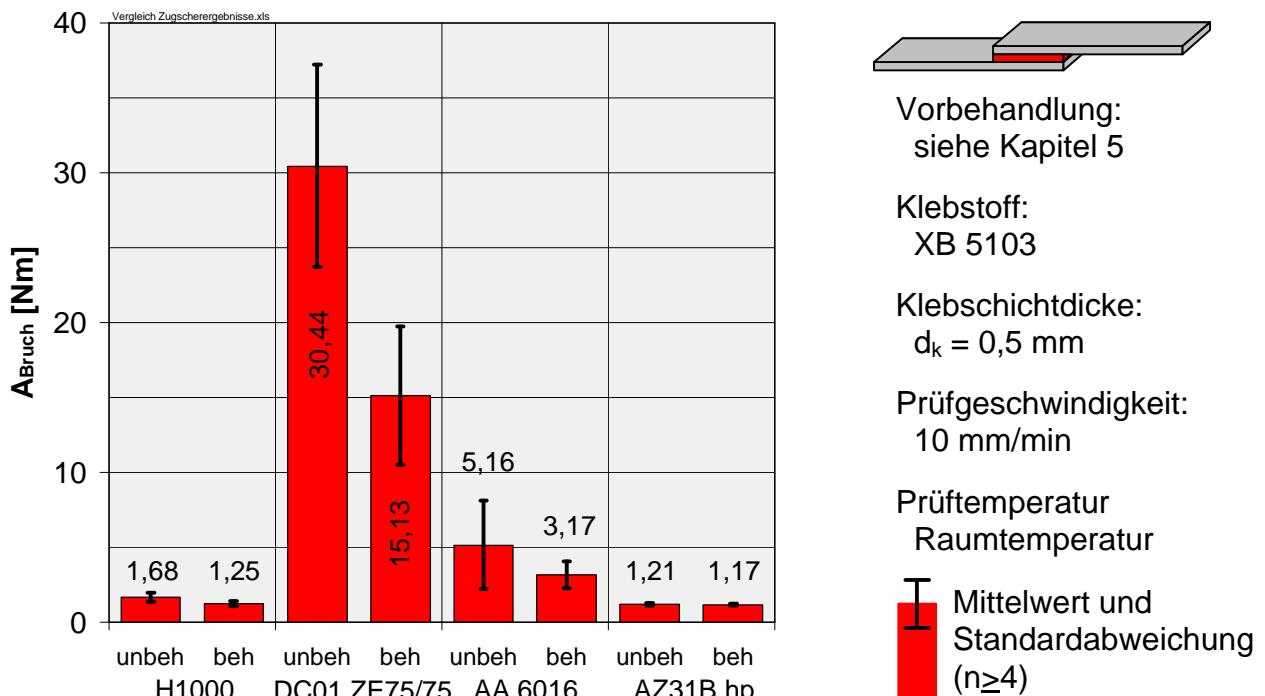


Bild 13.2.2.3: Vergleich des Arbeitsaufnahmevermögens bis zum Bruch (XB 5103)

Entsprechendes gilt auch für Klebverbindungen mit dem hochfesten, aber im Vergleich zum XB 5103 verformungsfähigeren Klebstoff XD 4600. Allerdings ist der Abfall nicht mehr so stark wie beim XB 5103, siehe **Bild 13.2.2.4**.

Bei dem noch verformungsfähigeren Klebstoff Betamate 1496 ist der prozentuale Abfall von der in Klebschichtdickenrichtung kontraktionsbehinderten Klebverbindung hin zur Klebverbindung mit freier Kontraktion mit dem Klebstoff XD 4600 vergleichbar, allerdings bei einem weitaus höheren Arbeitsaufnahmevermögen, wie in **Bild 13.2.2.5** zu erkennen.

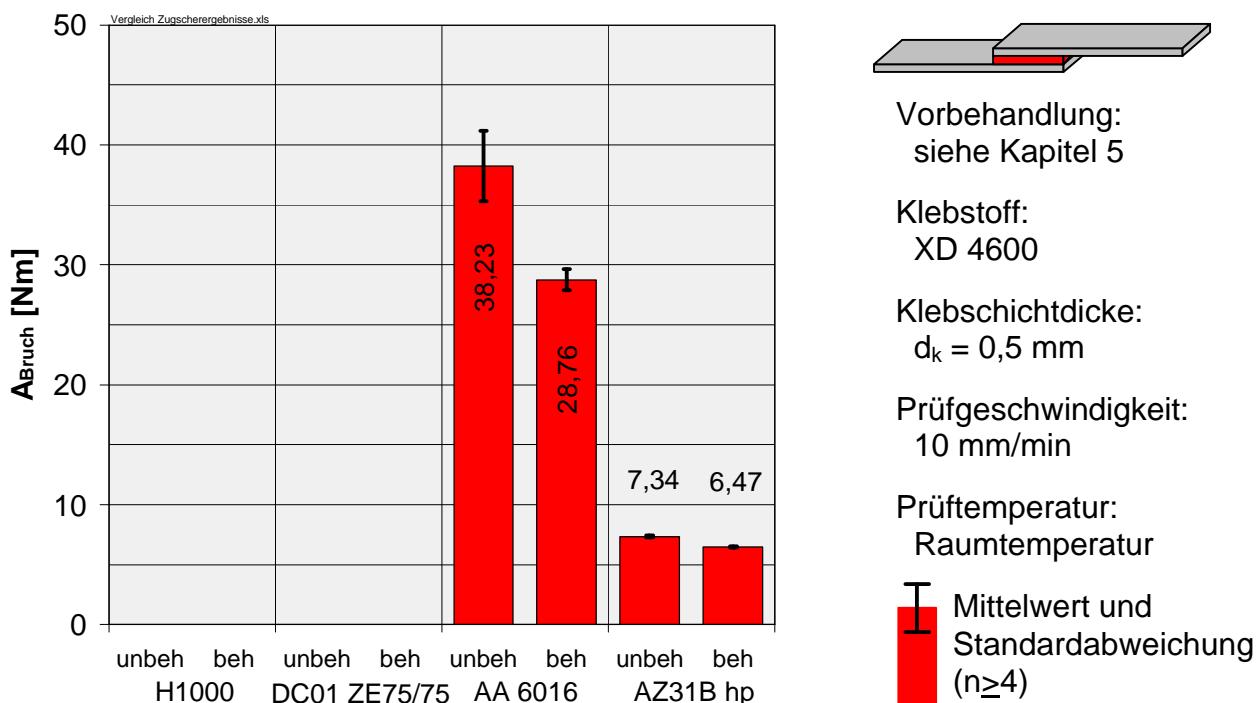


Bild 13.2.2.4: Vergleich des Arbeitsaufnahmevermögens bis zum Bruch (XD 4600)

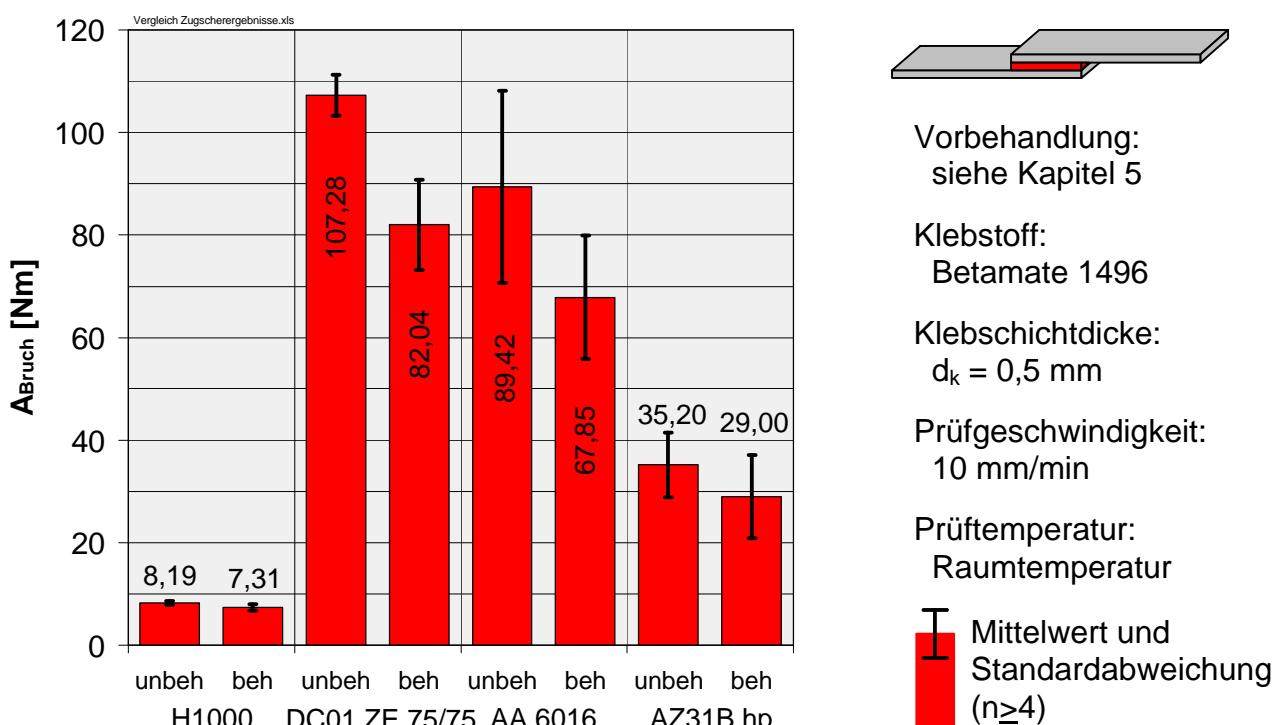


Bild 13.2.2.5: Vergleich des Arbeitsaufnahmevermögens bis zum Bruch (Betamate 1496)

Die Magnesiumklebverbindungen zeigten bei allen drei Klebstoffen einen Einfluss des Kontraktionsbehinderungszustandes auf die Arbeitsaufnahme bis zum Bruch. Mitverantwortlich hierfür ist allerdings auch die Chromatschicht, von der in beiden Varianten das Versagen ausgeht.

13.2.2.1 Einfluss der Klebschichtdicke

Der Zusammenhang zwischen der Klebschichtdicke und dem daraus resultierenden Festigkeitsverhalten ergibt sich nicht allein aus der geometrischen Abhängigkeit, da sich mit der Klebschichtdicke auch die Klebschichteigenschaften ändern, siehe **Kapitel 7**. Die Summe der Einflussgrößen bewirkt jedoch einen Abfall der Festigkeit mit zunehmender Klebschichtdicke. Gründe hierfür sind unter anderem:

- Die Querkontraktionsbehinderung, die zur Erhöhung der Festigkeit beiträgt, nimmt mit zunehmender Klebschichtdicke ab
- Das Auftreten von Inhomogenitäten, z.B. durch Lufteinschlüsse
- Das zunehmende Biegemoment durch die vergrößerte Exzentrizität bei Erhöhung der Klebschichtdicke

Von nicht unerheblicher Bedeutung für den Abfall der Festigkeit mit zunehmender Klebschichtdicke ist jedoch auch in diesem Fall der innere Spannungszustand. Aus **Kapitel 9.2** ist bekannt, dass sich der durch Härtungseigenspannungen hervorgerufene innere Spannungszustand mit zunehmender Klebschichtdicke erhöht. Ferner haben die Untersuchungen in **Kapitel 10** gezeigt, dass sich auch in den Proben mit freier Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung nach der Härtung ein innerer Spannungszustand einstellt, der jedoch im Fall der Behinderung dieser Kontraktion weitaus höher liegt. Diese Erkenntnisse werden nun wiederum durch die Festigkeitsuntersuchungen an einschnittig überlappten Klebverbindungen unter Variation der Klebschichtdicke und der Kontraktionsmöglichkeit in Klebschichtdickenrichtung bestätigt, wie aus **Bild 13.2.2.1.1** hervorgeht.

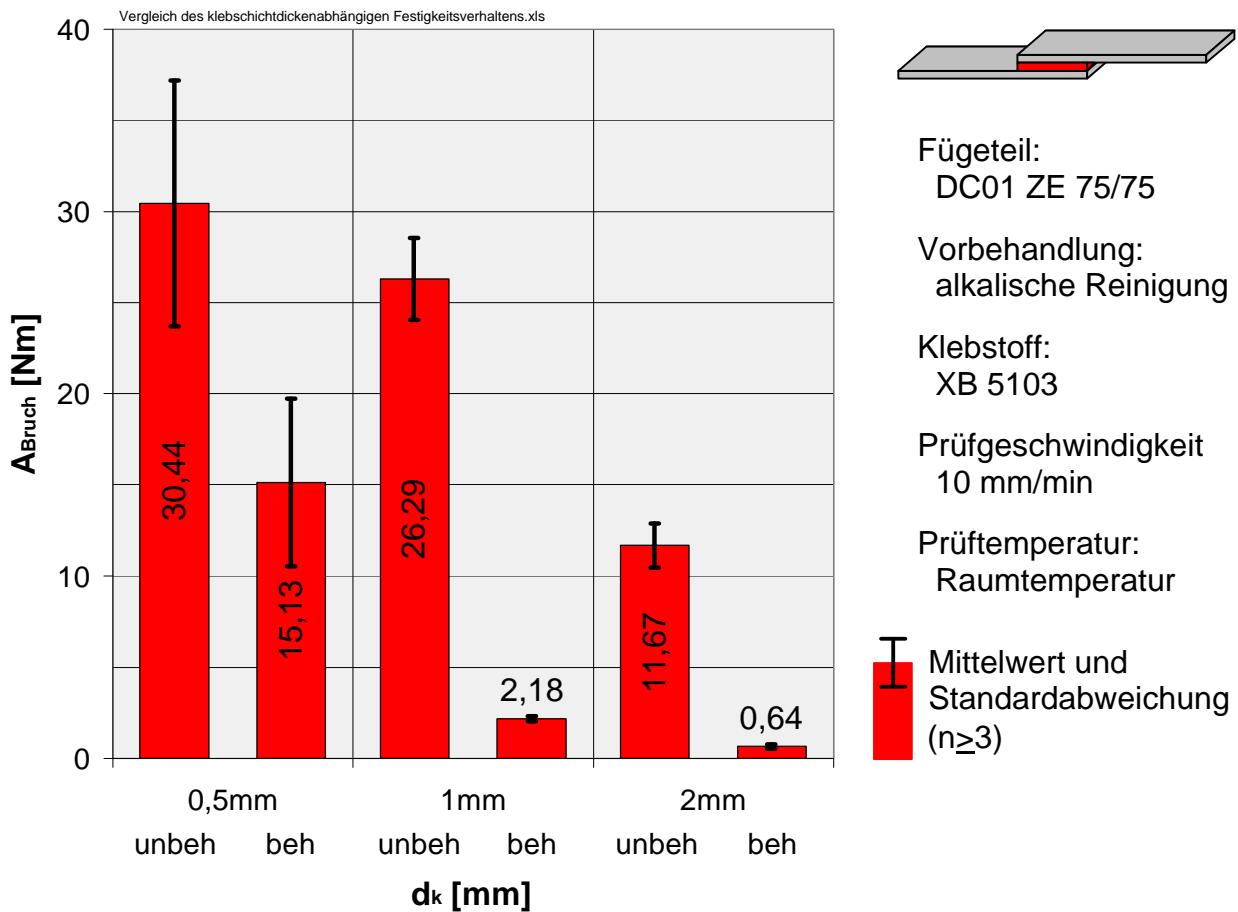


Bild 13.2.2.1.1: Vergleich des klebschichtdickenabhängigen Festigkeitsverhaltens

13.2.3 Einfluss der klimatisch-korrosiven Beanspruchung

Wie im Stand der Erkenntnisse (Kapitel 3) erläutert, gibt es eine Vielzahl von Schädigungsmechanismen, die in unterschiedlichem Maße auf eine Klebverbindung einwirken und das Festigkeits- bzw. Beständigkeitsverhalten zumeist negativ beeinflussen. Der schädigende Einfluss zeigt sich auch in den nachfolgend dargestellten Untersuchungen zur Überlagerung von inneren Spannungen mit klimatisch-korrosiver Beanspruchung.

Im Falle des Klebstoffes XB 5103 ist nach klimatisch-korrosiver Beanspruchung hinsichtlich der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch kein Unterschied mehr zwischen der Zugscherproben mit und ohne Behinderung der Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung erkennbar, siehe **Bild 13.2.3.1**.

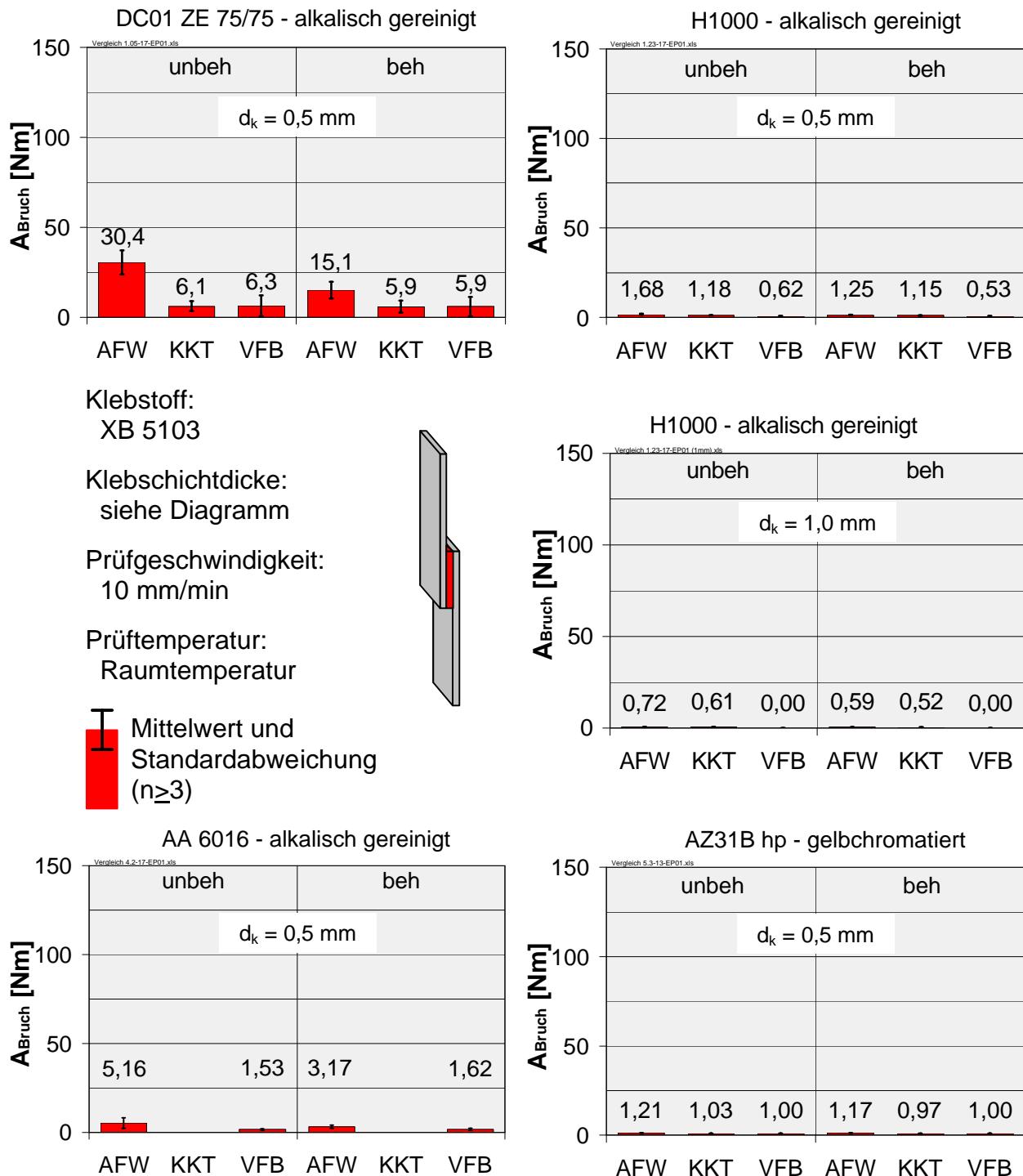


Bild 13.2.3.1: Vergleich der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch unter klimatisch-korrosiver Beanspruchung, Klebstoff XB 5103

Offensichtlich hat die vergleichsweise hohe Feuchteaufnahme des XB 5103 (**Kapitel 12**) zum einen zu einer 'Weichmachung' und somit zu einem Abbau der inneren Spannungen, zum anderen jedoch durch die Kombination aus Feuchte und Temperaturwechsel in beiden Fällen zum 'Aufsprengen' der

Klebschichtstruktur geführt. Die Auswirkungen der Kombination aus Feuchte und Temperaturwechsel zeigen sich besonders aussagekräftig im Keiltest (**Kapitel 13.4**).

Grundsätzlich gibt es jedoch einen Abfall vom Anfangswert (AFW) hin zu den ausgelagerten Proben. Dabei fällt auf, dass der Abfall umso größer ist, je besser das anfängliche Tragfähigkeitsvermögen. Mit Ausnahme der Klebverbindungen mit den Stahlfügeteilen H1000 zeigten sich in den untersuchten Zeiträumen jedoch keine Unterschiede zwischen den jeweiligen Alterungstests, die Werte für den KKT und die verschärzte Freibewitterung liegen auf gleichem Niveau. Beim vergleichsweise schlecht gegen Korrosion geschützten unverzinkten H1000 hingegen führte die einjährige Freibewitterung zu einem sehr starken Korrosionsangriff und zur korrosiven Unterwanderung der Klebschicht, während dieser Vorgang nach dreimonatiger KKT-Lagerung noch nicht vollzogen war. Dieses zeigt sich besonders eindrucksvoll bei den Klebverbindungen mit der Klebschichtdicke von 1mm, siehe **Bild 13.2.3.2**.

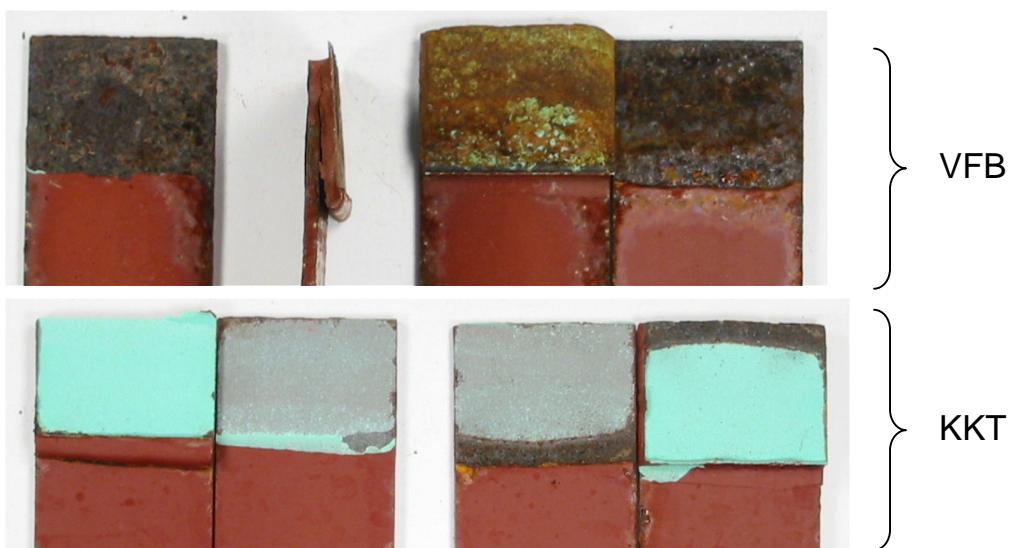


Bild 13.2.3.2: Vergleich der Bruchflächen H1000 – alkalisch gereinigt – XB 5103 (VFB / KKT), $d_k = 1\text{mm}$

Gut erkennbar ist jeweils der Ausgangspunkt der korrosiven Unterwanderung. An den Überlappungsenden ist aufgrund der austretenden Klebstoffwulst eine im Vergleich zur Klebfuge dickere Klebschicht vorhanden, in der nach den Erkenntnissen aus den vorangegangenen Untersuchungen das Kontraktionsbestreben am größten ist. Dies führte im Fall der untersuchten unverzinkten Stahlklebverbindungen zu einem aufklaffenden Spalt zwischen Fügeteil und Klebschicht, der ideale Voraussetzungen für eine fortschreitende korrosive Unterwanderung bietet.

Gleiches gilt für die Klebverbindungen des H1000 mit dem Klebstoff Betamate 1496. Allerdings ist bei diesem Klebstoff der Abfall der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch bereits nach dreimonatigem KKT höher als beim XB 5103. Dies hängt damit zusammen, dass die Feuchteaufnahme des XB 5103 im Sättigungszustand zwar absolut gesehen höher, der anfängliche Anstieg der Feuchteaufnahme beim Betamate 1496 jedoch steiler ist. Dies bedeutet, beim Betamate 1496 beginnt die korrosive Unterwanderung schneller, wie auch in **Bild 13.2.3.3** erkennbar, was sich vor allem bei kurzen Prüfzeiten, wie z.B. im KKT, bemerkbar macht, weil sich dort noch keine Sättigung in der Klebfuge eingestellt hat.



Bild 13.2.3.3: Vergleich der Bruchflächen H1000 – alkalisch gereinigt – Betamate 1496 (VFB / KKT), $d_k = 1\text{mm}$

Auch beim Betamate 1496 ist keine allgemeingültige Differenzierung nach der Art der klimatisch-korrosiven Beanspruchung möglich. Es fällt jedoch auf, dass die Leichtmetallklebverbindungen mit Behinderung der Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung nach klimatisch-korrosiver Beanspruchung tendenziell ein besseres Tragverhalten besitzen als die Klebverbindungen mit freier Kontraktionsmöglichkeit.

Allerdings lässt das Tragverhalten der Klebverbindungen mit dem Betamate 1496 nach klimatisch-korrosiver Beanspruchung mit einer Ausnahme stärker nach als beim XB 5103, siehe **Bild 13.2.3.4**.

Denn eine offensichtlich sehr gute Klebverbindung geht der Betamate 1496 dabei auf verzinkter Stahloberfläche ein. Der Abfall im Tragverhalten ist hier sowohl nach dreimonatigem KKT als auch zwölfmonatiger verschärfter Freibewitterung sehr gering.

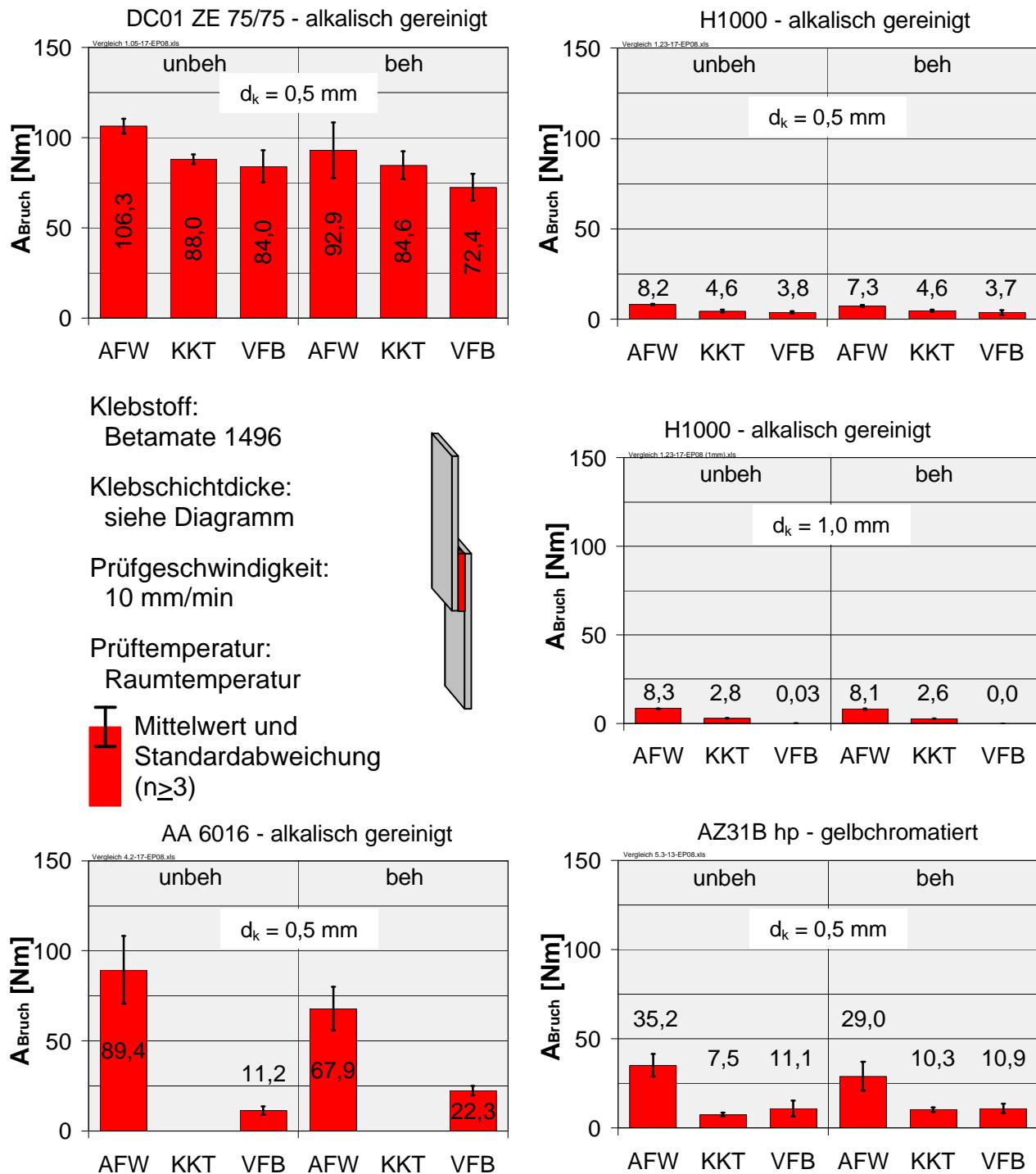


Bild 13.2.3.4: Vergleich der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch unter klimatisch-korrosiver Beanspruchung, Klebstoff Betamate 1496

Der Klebstoff XD 4600 (siehe **Bild 13.2.3.5**) zeigt bei dem Aluminiumfügeteil AA6016 wie auch schon der Betamate 1496 bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung nach verschärfter Freibewitterung ein besseres Tragverhalten als die Klebverbindungen mit freier Kontraktion. Gleiches gilt für die Magnesiumklebverbindung mit dem XD 4600, allerdings nur nach

verschärfter Freibewitterung. Nach dreimonatigem KKT ist kein Unterschied in der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch erkennbar.

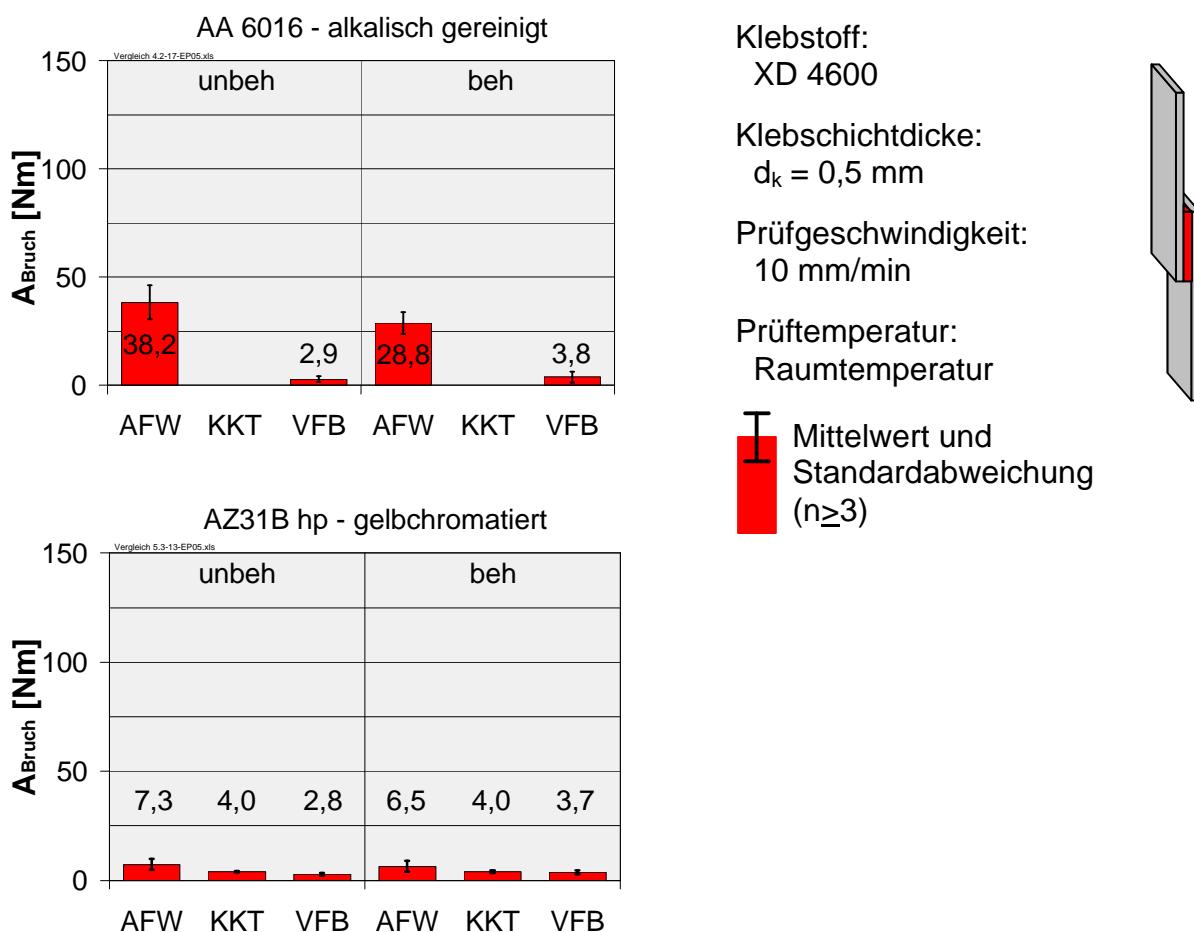


Bild 13.2.3.5: Vergleich der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch unter klimatisch-korrosiver Beanspruchung, Klebstoff XD 4600

Das bei den Magnesiumklebverbindungen zum Vergleich untersuchte 2K-System SikaPower 460C1 (siehe **Bild 13.2.3.6**) zeigte insgesamt einen sehr geringen Abfall des Tragverhaltens, wobei die Werte nach verschärfter Freibewitterung über denen nach KKT lagen. Bei diesem Klebstoff fällt auf, dass die Arbeitsaufnahme bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung generell höher ist als bei freier Kontraktion. Da der überwiegende Teil der Vernetzungsreaktion bereits bei Raumtemperatur stattfand und der Ofendurchlauf nur zum Erreichen der Endfestigkeit erfolgte, führt der Ofendurchlauf offensichtlich zu einer Entspannung der durch die Kontraktionsbehinderung gerichteten Klebstoffstruktur mit der Folge einer erhöhten Tragfähigkeit.

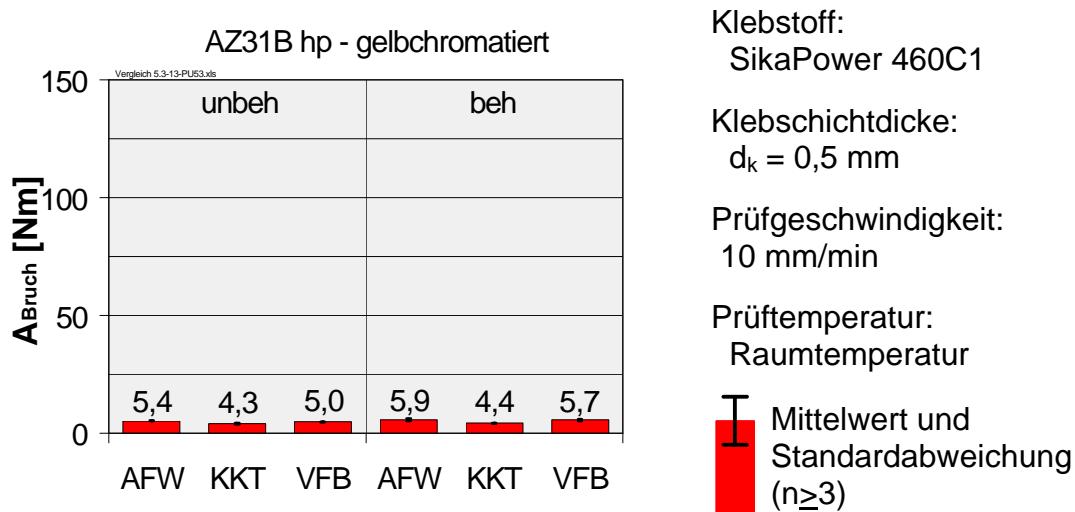


Bild 13.2.3.6: Vergleich der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch unter klimatisch-korrosiver Beanspruchung, Klebstoff SikaPower 460C1

13.3 Untersuchungen bei schwingender Beanspruchung

In den meisten praktischen Anwendungsfällen kann nicht von einer rein statischen Beanspruchung der Klebverbindung ausgegangen werden, sie muss vielmehr für Lastschwingungen unterschiedlicher Amplitude und Frequenz ausgelegt werden. Als Beispiele mögen der Flugzeug-, Automobil- und Maschinenbau dienen. Um im Laborversuch Vergleiche mit den Werten der statischen Kurzzeitfestigkeit zu ermöglichen, ist es zweckmäßig, die für die dynamische Festigkeitsermittlung verwendeten Prüfkörper soweit wie möglich ähnlich zu gestalten, d.h. die Klebfugengeometrie für den Zug- bzw. Zugscherversuch zugrunde zu legen. Somit erfolgte die Prüfung aufgrund der Probengeometrie im Zugschwellbereich nach DIN 53285, da Druckkräfte zum Einknickern der Probe führen würden.

Die Probenabmessungen sind in **Bild 13.3.1** dargestellt.

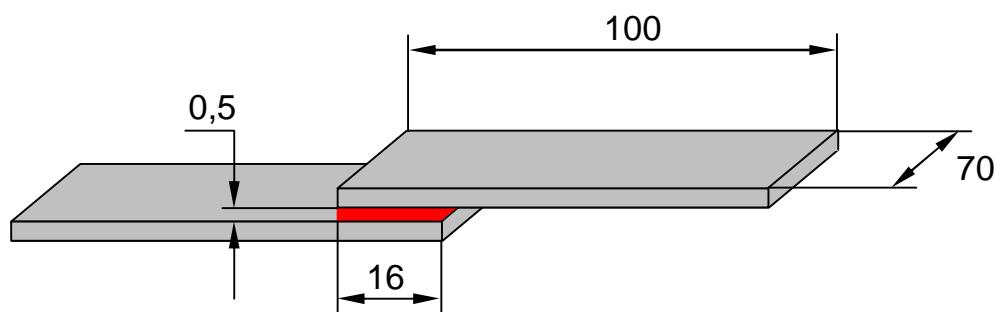


Bild 13.3.1: Form und Abmessungen der Klebverbindungen

Die Herstellung der Klebverbindungen erfolgte entsprechend der Herstellung der Probenkörper zur Prüfung unter quasistatischer Beanspruchung (vgl. **Bild 13.2.1.2**).

Wie schon bei den Untersuchungen zum mechanischen Verhalten (**Kapitel 7**) und den Probenkörpern für Messungen unter quasistatischer Beanspruchung (**Kapitel 13.2**) wurden auch hier zwei Varianten von Klebverbindungen mit unterschiedlichen Behinderungszuständen hergestellt, siehe **Bild 13.3.2**.

Bei der Variante 1 wurde die Kontraktion der Klebschicht in Klebschichtdickenrichtung durch zwei etwa 3 mm lange Metalldrähte unterbunden, während Variante 2 ohne diese Distanzierung hergestellt wurde und somit eine Kontraktion in Dickenrichtung möglich war.

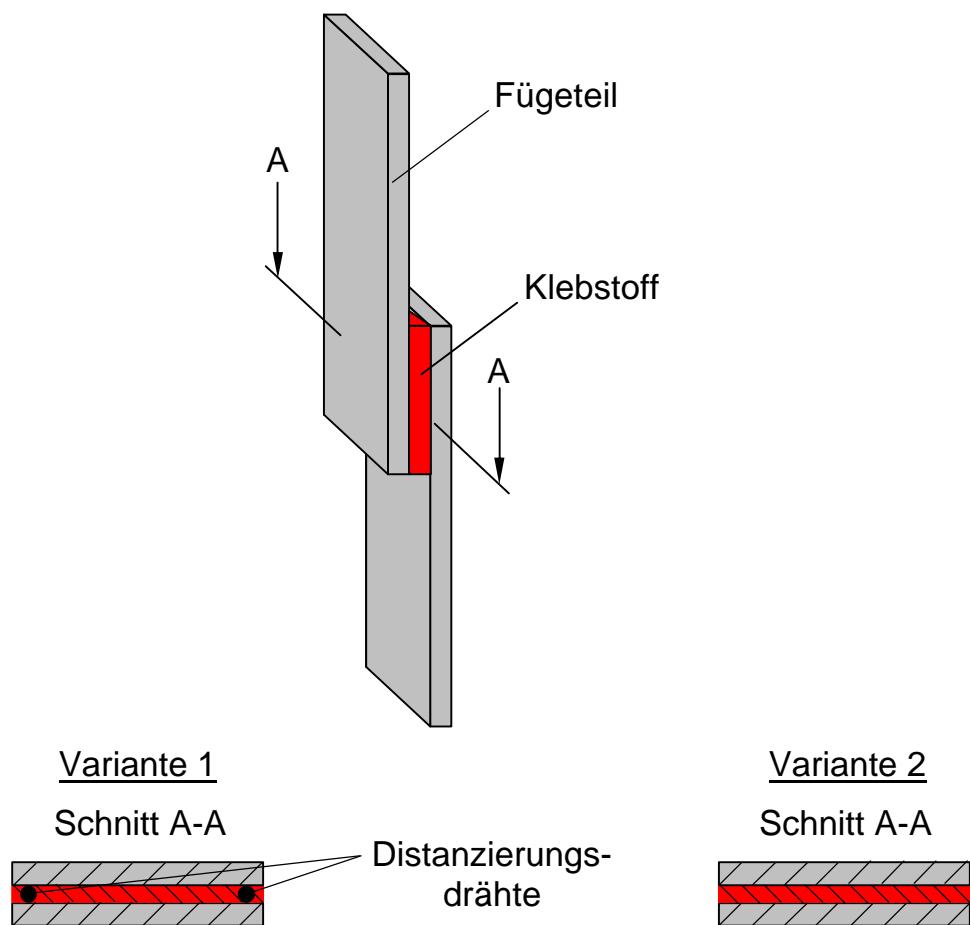


Bild 13.3.2: Varianten von Klebungen überlappter dünnen (Zugschwellprüfung) der einschnittig Zugscherproben

Die Untersuchungen wurden in einer servohydraulischen dynamischen Prüfmaschine unter sinusförmiger Zugschwellbelastung bei 10 Hz auf verschiedenen Lastniveaus durchgeführt.

Das Verhältnis aus unterer Kraft F_u und oberer Kraft F_o wurde bei allen Laststufen konstant bei $R = 0,25$ gehalten. Die mittlere Kraft F_m und die Ausschlagskraft F_a ergeben sich dann gemäß **Bild 13.3.3**.

	F_u [kN]	F_o [kN]	F_a [kN]	F_m [kN]	$R = F_u/F_o$
Stufe 1	2	8	3	5	0,25
Stufe 2	2,5	10	3,75	6,25	0,25
Stufe 3	3	12	4,5	7,5	0,25
Stufe 4	4	16	6	10	0,25

Bild 13.3.3: Untersuchte Laststufen der Zugschwellprüfung

Unter dynamischer Zugschwellbeanspruchung zeigt sich bei allen drei untersuchten Klebstoffen ein deutlicher Abfall der Lastspielzahlen bei den distanzierten Klebungen zur Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung, sowohl bei den Aluminium- (**Bilder 13.3.4 bis 13.3.6**) als auch den Magnesiumklebverbindungen (**Bilder 13.3.7 und 13.3.8**).

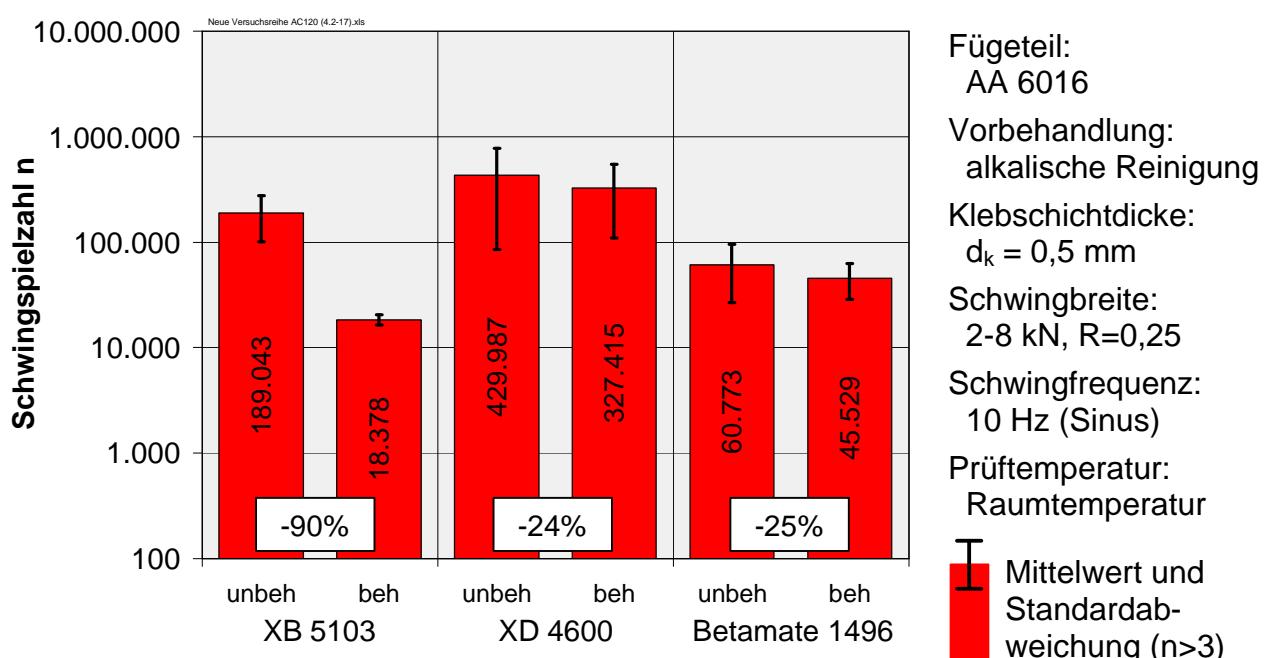


Bild 13.3.4: Schwingspielzahlen AA 6016 - alkalisch gereinigt

Dabei ist der Abfall umso geringer, je verformungsfähiger der Klebstoff, wie aus den **Bildern 13.3.4** und **13.3.7** hervorgeht. Damit entsprechen die Resultate den Untersuchungen bei quasistatischer Beanspruchung.

Weitaus bemerkenswerter ist jedoch die Tatsache, dass der Abfall der Schwingspielzahlen bei Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung mit zunehmendem Lastniveau größer wird, d.h. je höher das Lastniveau, desto größer der Unterschied der Schwingspielzahlen zwischen den Proben mit freier und behinderter Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung, siehe **Bilder 13.3.5** und **13.3.8**.

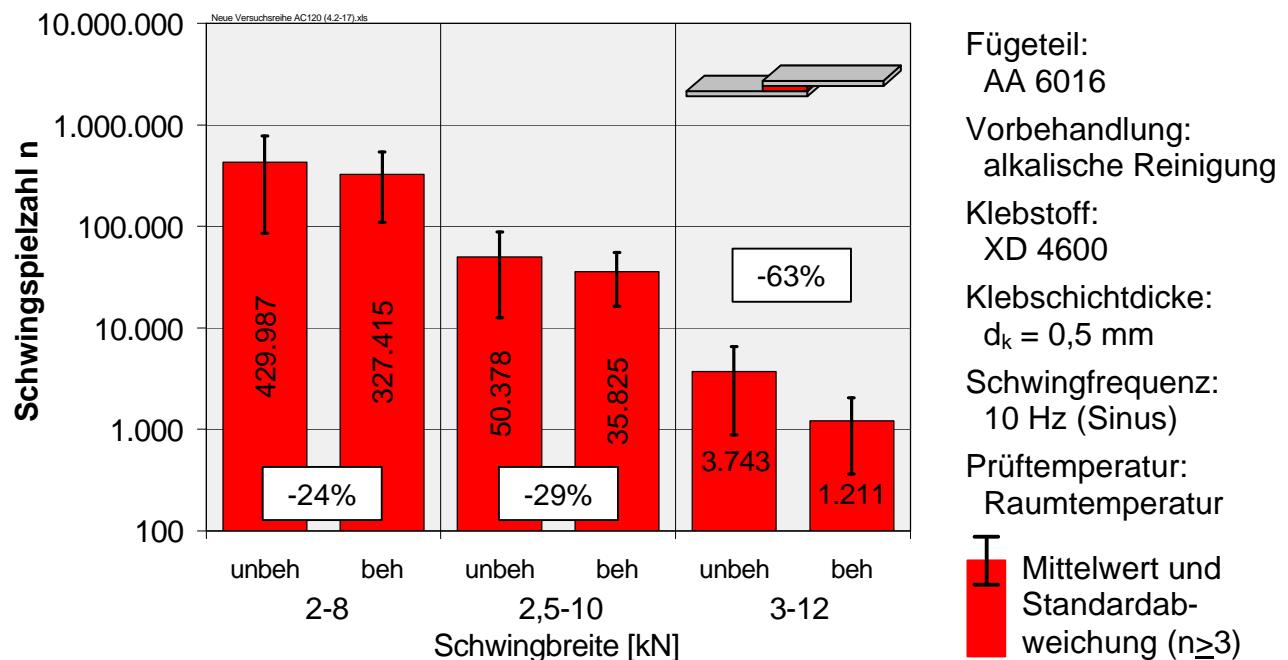


Bild 13.3.5: Schwingspielzahlen AA6016 - alkalisch gereinigt - XD 4600

Zur Erklärung kann die Tatsache herangezogen werden, dass durch die Erhöhung des Lastniveaus und damit der Ausschlagkraft F_a bei gleichbleibender Schwingfrequenz die Geschwindigkeit zum Erreichen der Kräfte F_u und F_o ansteigt. Mit zunehmender Geschwindigkeit vermag der Klebstoff jedoch die Deformation aufgrund der Lastwechsel nicht in dem Maße zu folgen, was in Verbindung mit der durch die Kontraktionsbehinderung bereits vorhandenen Schwächung zum schnelleren Versagen führt.

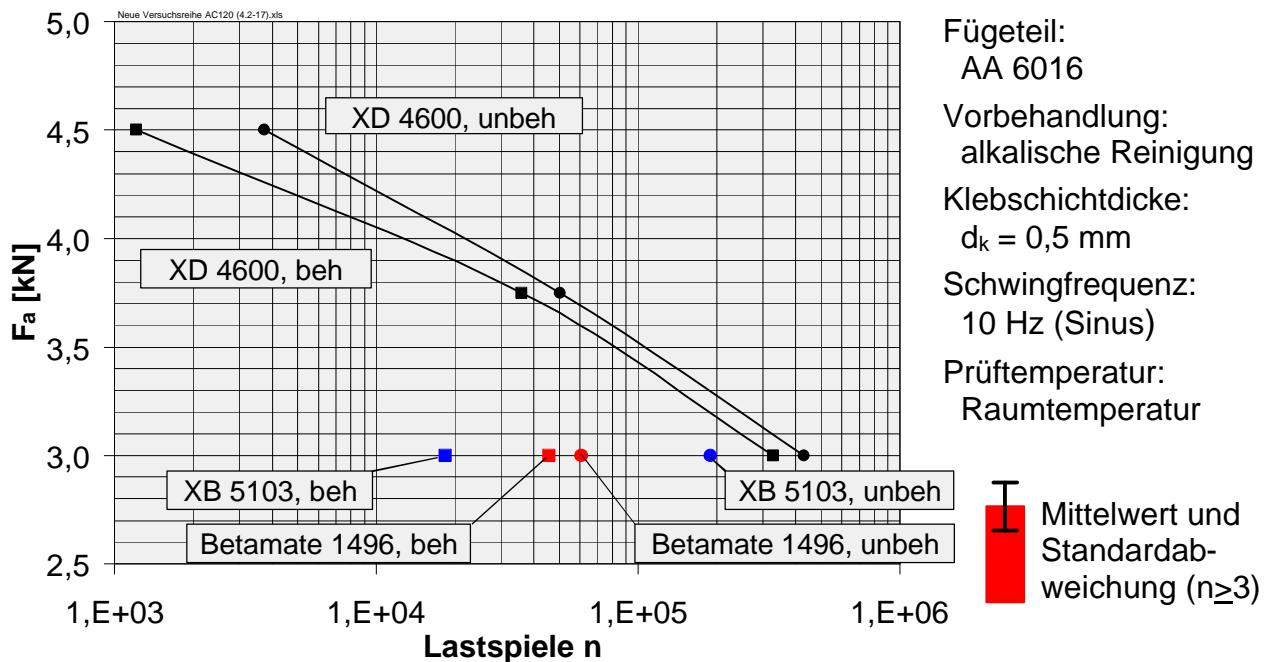


Bild 13.3.6: Vergleich der Schwingspielzahlen AA 6016 – alkalisch gereinigt

Bei den Magnesiumklebverbindungen wurden neben den ungealterten auch Proben nach Alterung im KKT untersucht. Deutlicher noch als bei den quasistatischen Untersuchungen ist hier der Einfluss der Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung, also des inneren Spannungszustandes, zu erkennen, siehe **Bild 13.3.7**.

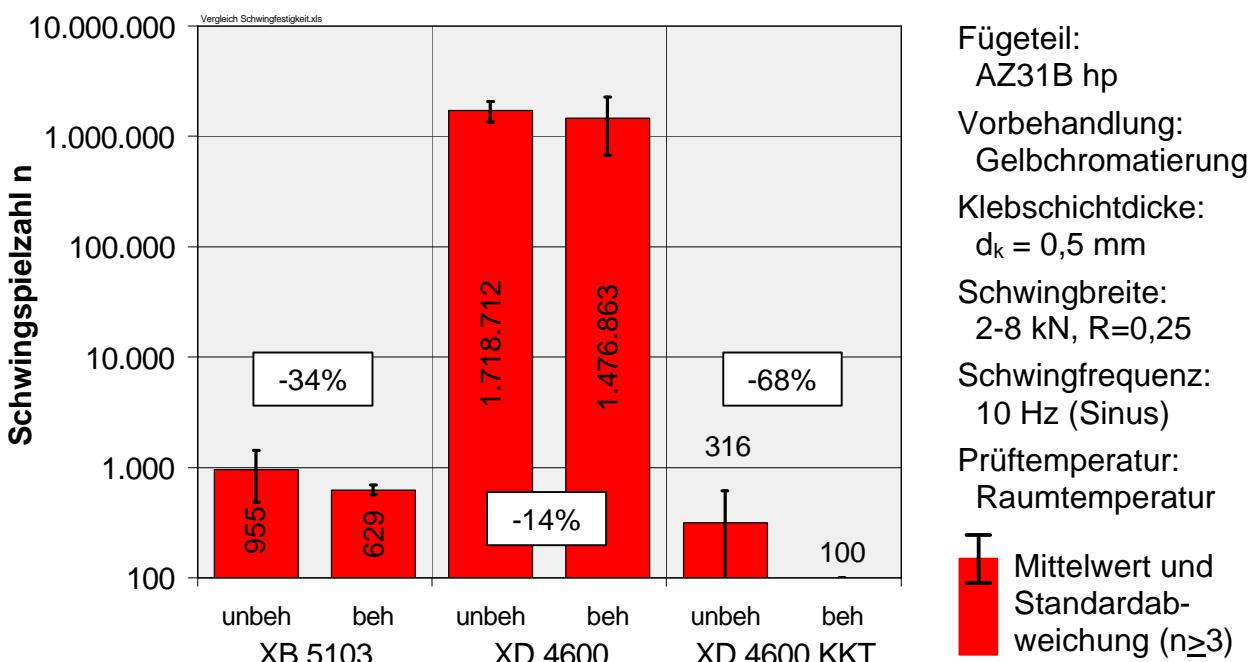


Bild 13.3.7: Schwingspielzahlen AZ31B hp - gelbchromatiert

Unter schwingender Beanspruchung beträgt der Abfall der Arbeitsaufnahme bis zum Bruch nach dreimonatiger Lagerung im KKT bei den Klebverbindungen mit Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung 68% bezogen auf die unbehinderte Klebverbindung. Auch hier ist zu bemerken, dass bei sämtlichen gealterten Proben die Bruchursache im Versagen der Chromatierschicht lag. Allerdings ist die Standardabweichung bei den Klebverbindungen mit freier Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung vergleichsweise hoch, so dass dieser Abfall der Schwingspielzahlen nicht eindeutig dem inneren Spannungszustand zugeordnet werden kann. Dennoch liefern diese Resultate wichtige Erkenntnisse. Auch wenn die Beurteilungskriterien unterschiedlich sind (Arbeitsaufnahme bis zum Bruch bzw. Schwingspielzahl), zeigen sie doch, dass im KKT gealterte Klebverbindungen deutlich anfälliger gegenüber Zugschwellbeanspruchung sind als gegenüber quasistatischer Belastung.

Während die mit dem XD 4600 gefügten Magnesiumklebverbindungen im quasistatischen Zugversuch nach KKT-Lagerung noch 39% bzw. 57% der Arbeitsaufnahme der Anfangswerte erreichten, fielen die Schwingspielzahlen nach Alterung auf unter 1% des Anfangswerte ab.

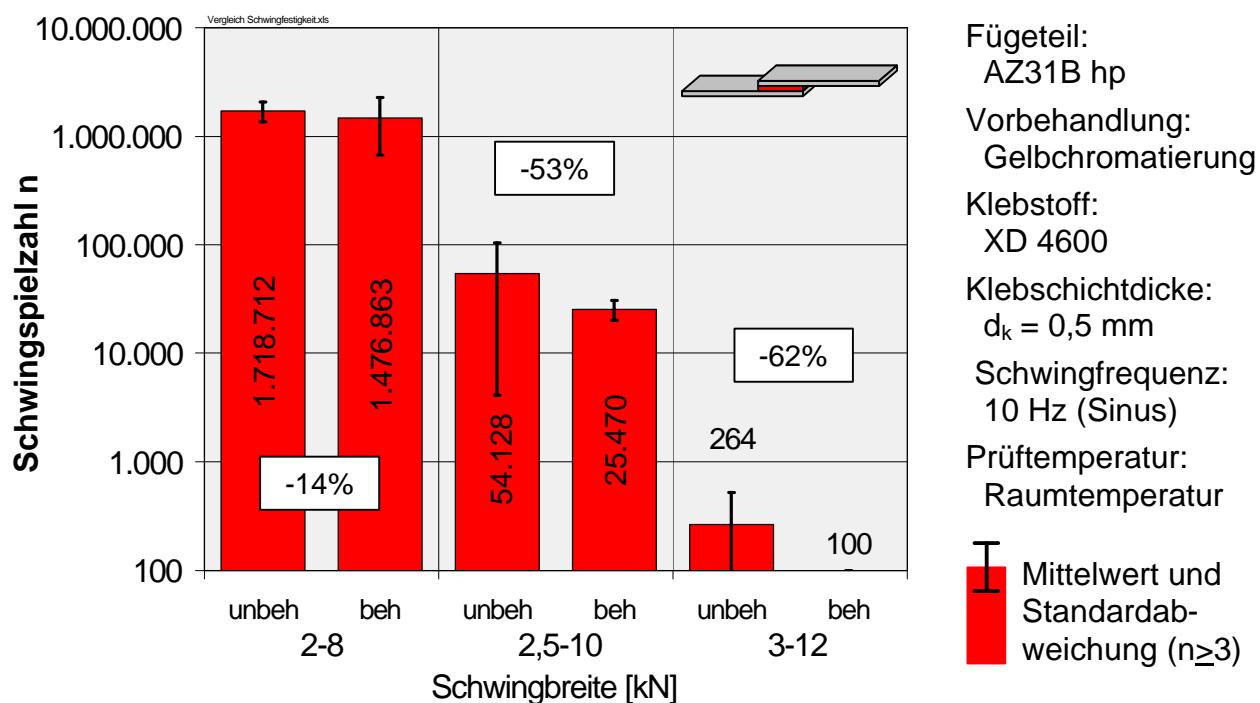


Bild 13.3.8: Schwingspielzahlen AZ31B hp – gelbchromatiert – XD 4600

13.4 Modifizierter Keiltest

Wegen der einfachen Handhabung wird in der Praxis vorrangig der Zugscherversuch nach DIN EN 1465 zur vergleichenden Bewertung von Klebverbindungen herangezogen.

Beim modifizierten Keiltest können infolge der linienförmigen Beanspruchung in der Klebschicht im Bereich der in etwa senkrecht dazu angreifenden äußeren Kräfte die Unterschiede in der Haftfestigkeit im Vergleich zur flächenförmigen Beanspruchung vielfach besser erkannt werden. Hinzu kommt, dass die Klebschicht im belasteten Zustand ausgelagert wird, somit im Allgemeinen eher den wahren Verhältnissen unter Betriebsbedingungen entspricht.

Durch die kontinuierliche Dokumentation ist es ebenso möglich, die Zusammenhänge zwischen der jeweiligen (klimatisch-korrosiven) Beanspruchung und der daraus resultierenden Auswirkung auf die Haftung durch den Rissfortschritt zu ermitteln. Von besonderer Bedeutung sind dabei die Auswirkungen des sich infolge der Temperaturwechselbeanspruchung aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Fügeteil und Klebschicht ändernden inneren Spannungszustandes.

Die nachfolgend beschriebenen Untersuchungen wurden mit dem modifizierten Keiltest gemäß [84] durchgeführt. Die Probenform und die Versuchsanordnung sind in **Bild 13.4.1** dargestellt.

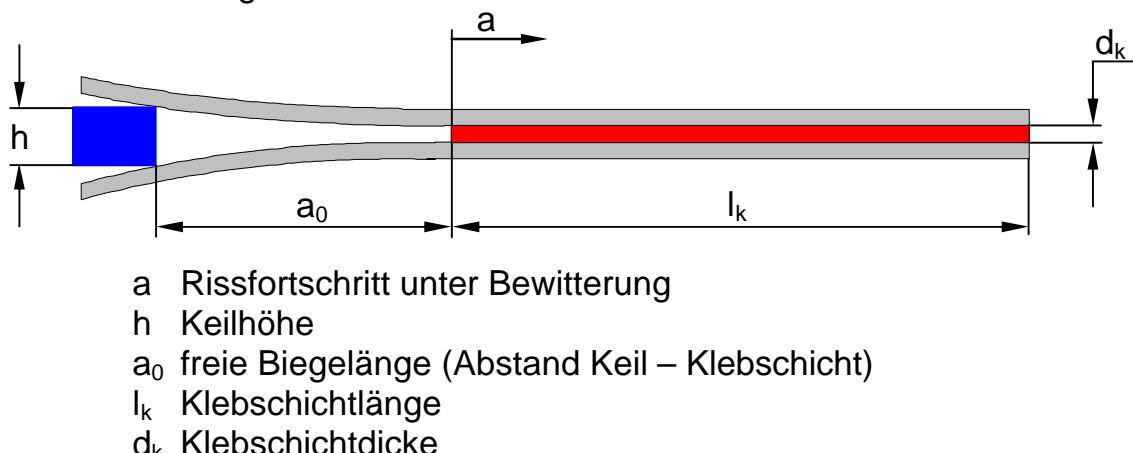


Bild 13.4.1: Probenform und Versuchsanordnung – modifizierter Keiltest

Die Verspannung der Fügeteile durch den Keil erfolgt derart, dass in der Klebfuge infolge der mechanischen Beanspruchung zunächst noch kein Riss entsteht. Entsprechend muss die maximale Klebschichtnormalbeanspruchung $\sigma_{y,max}$ unterhalb der Kohäsionsfestigkeit der zu prüfenden Klebstoffe liegen.

Dieses wird durch entsprechende Wahl der Keilhöhe h und der freien Biegelänge a_0 sichergestellt. Die Auslegung der Keilhöhe und der freien Biegelänge erfolgte mit Hilfe eines in [84] entwickelten Software-Tools unter Vorgabe der über die elastische Fügeteilverformung in die Klebschicht eingebrachte Energie A_0 .

Die Herstellung der Klebverbindungen erfolgt gemäß nachfolgendem Schema (**Bild 13.4.2**):

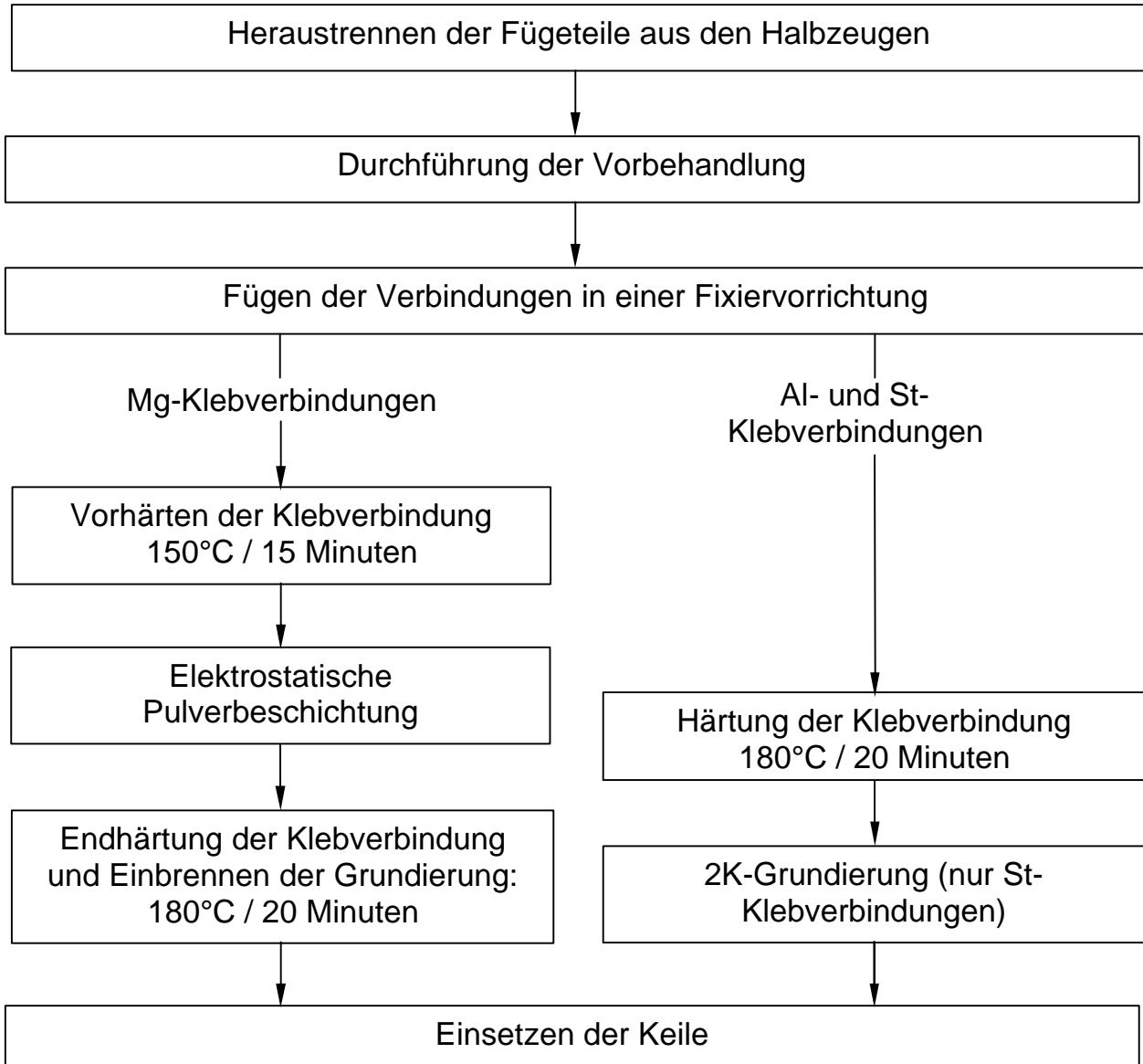


Bild 13.4.2: Herstellung der Klebverbindungen

Anschließend werden die Prüflinge künstlicher oder natürlicher Bewitterung über beliebig gewünschte Zeiten ausgesetzt. Dabei haben Untersuchungen von [85, 86] ergeben, dass speziell der Klima-Korrosions-Wechseltest (KKT) aufgrund der

Kombination aus Feuchte und ausgeprägten Temperaturwechseln bei dieser Art der Klebschichtbeanspruchung zu aussagekräftigen Ergebnissen führt. Bewertungskriterien bei diesem modifizierten Keiltest sind der Rissfortschritt unter Bewitterung und die Bruchart.

Das Versagen der Klebverbindungen erfolgt unter den beschriebenen Versuchsbedingungen i. d. R. augenscheinlich adhäsiv, wie bisherige Versuche zeigen [85-90]. Der Test scheint daher grundsätzlich zur Charakterisierung der Haftbeständigkeit von Klebverbindungen geeignet zu sein.

Die Prüfmethode beinhaltet demnach zwei für eine gezielte Beurteilung der Haftbeständigkeit bedeutsame Aspekte:

- Die Alterungs- bzw. Korrosionsprüfung erfolgt unter mechanischer Beanspruchung und zwar mit geringem Aufwand.
- Die Beanspruchung der Klebschicht an der „Rißspitze“ ($a = 0$) erfolgt linienförmig.

Die in den **Bildern 13.4.3 bis 13.4.5** dargestellten Rissfortschrittsverläufe zeigen allesamt eine bessere Haftbeständigkeit des elastifizierten Epoxidharzklebstoffes Betamate 1496 gegenüber dem spröden, kaum verformungsfähigen XB 5103. Auffällig ist in diesem Zusammenhang, dass die Sprünge im Rissfortschritt in der Temperaturwechselphase erfolgten, während die Risslänge in der Schwitzwasserlagerung der Proben nahezu konstant blieb.

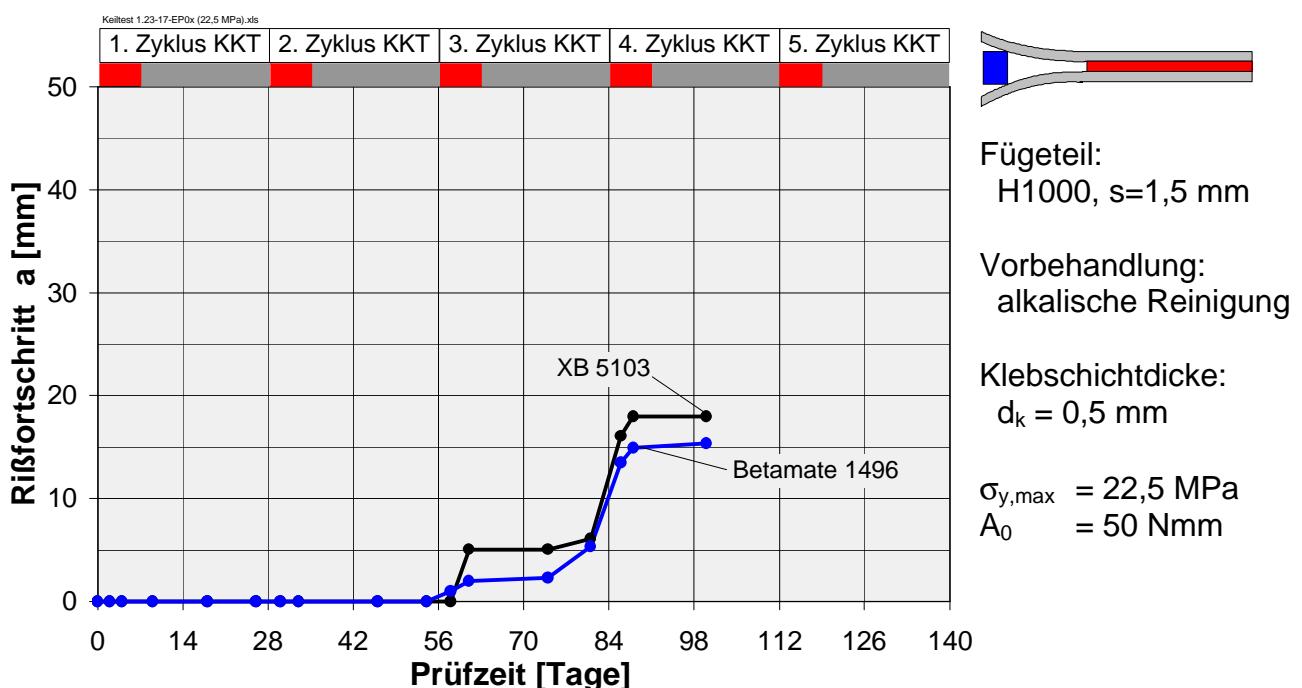


Bild 13.4.3: Keiltest – Rissfortschritt
H1000 – alkalisch gereinigt ($\sigma_{y,\max} = 22,5$ MPa)

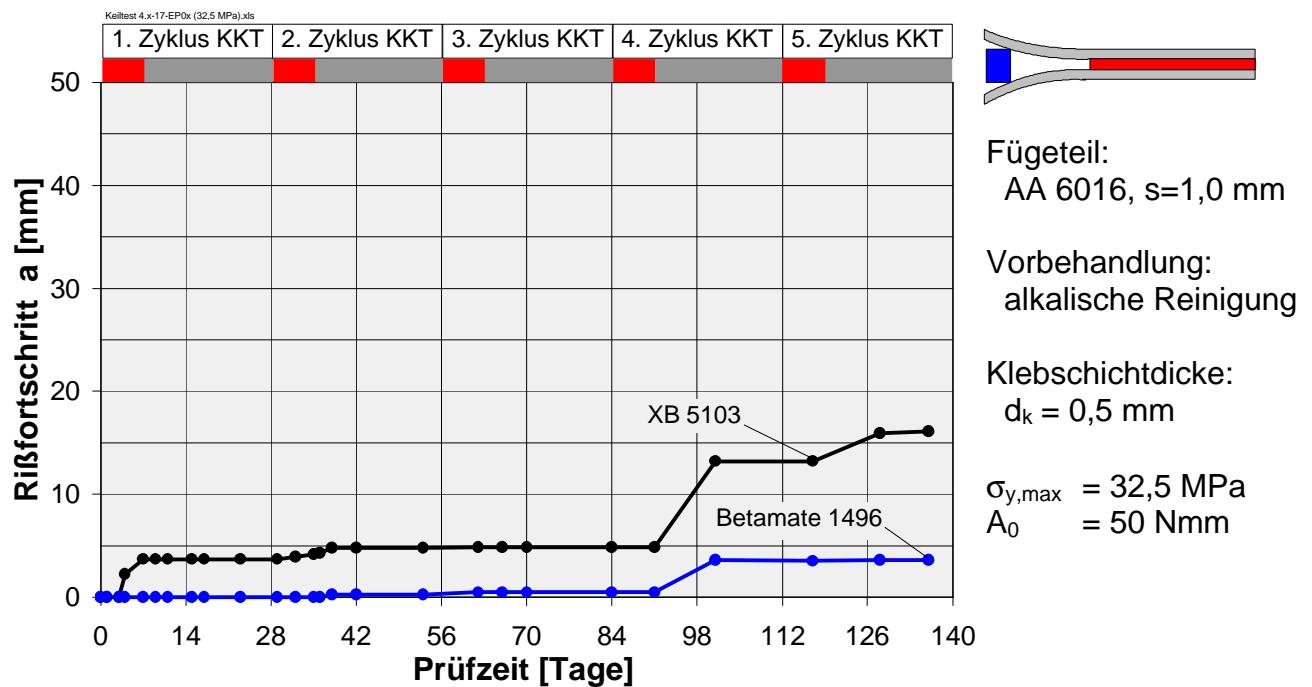


Bild 13.4.4: Keiltest – Rissfortschritt
AA 6016 – alkalisch gereinigt ($\sigma_{y,max} = 32,5$ MPa)

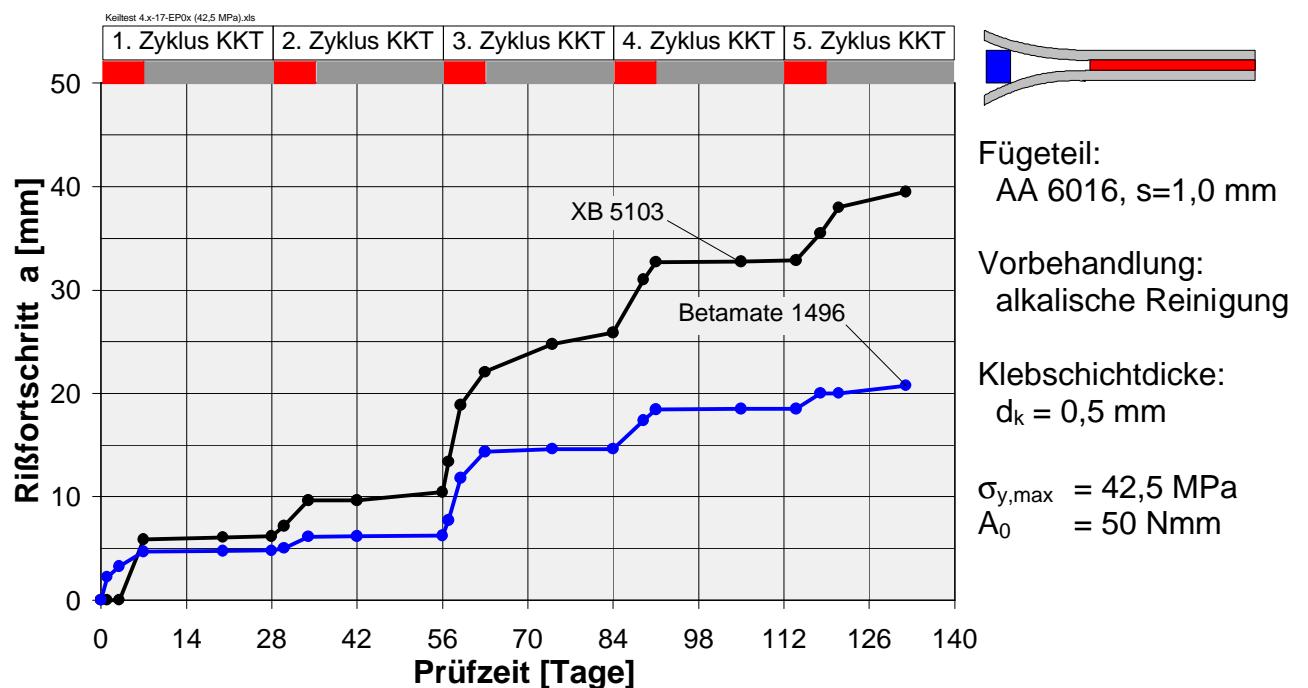


Bild 13.4.5: Keiltest – Rissfortschritt
AA 6016 – alkalisch gereinigt ($\sigma_{y,max} = 42,5$ MPa)

Eine Erklärung für diesen Zusammenhang lässt sich aufgrund der Erkenntnisse aus den **Kapiteln 11** (Dichtebestimmung) und **12** (Feuchteaufnahme) und den physikalischen Eigenschaften des Wassers finden. Aufgrund der Morphologie der Klebschicht ist die Feuchteaufnahme in der Grenzschicht zwischen Klebfuge

und Fügeteil demzufolge höher als im mittleren Klebschichtbereich, d.h. in der Grenzschicht ist der Volumenanteil an Wasser am höchsten. In der Temperaturwechselphase bewirkt nun die Besonderheit von Wasser, sich bei Abkühlung auf Temperaturen unterhalb von 4°C wieder auszudehnen, während die Klebschicht weiterhin kontrahiert, eine Beanspruchung der Klebfuge durch Thermospannungen mit der Folge struktureller Schädigungen, wie im Rissfortschritt dokumentiert.

Da die Feuchtekonzentration und damit das Wasservolumen in der Grenzschicht am größten ist, ist auch hier die Beanspruchung der Klebschicht am stärksten. Daher erfolgt das Versagen der Klebverbindungen bei dieser Prüfmethode wie beobachtet in allen Fällen adhäsiv.

Die Feuchteaufnahme während der Schwitzwasserlagerung bewirkt bei den Klebstoffen eine gewisse 'Weichmachung' und damit verbunden eine Reduzierung des Elastizitätsmoduls. Dies wirkt sich vor allem bei dem sehr spröden XB 5103 günstig aus, wie in den Rissfortschrittsverläufen dokumentiert, da so Spannungsspitzen reduziert werden können. Erfolgt aufgrund der definierten Parameter eine starke Beanspruchung der Klebfuge mit der Folge eines schnellen Anisses noch während der ersten Temperaturwechselphase wie in **Bild 13.4.4**, ist der Unterschied zwischen den Klebstoffen deutlicher, als wenn der Anriss erst nach mehreren Zyklen mit Schwitzwasserlagerung erfolgte.

Etwas differenzierter davon sind die Ergebnisse in **Bild 13.4.5** zu beurteilen. Hier erreicht die durch den Keil auf die Klebfuge wirkende maximale Spannung von $\sigma_{y,\max} = 42,5 \text{ MPa}$ den Wert der maximalen Zugfestigkeit der Klebverbindung im Stirnzugversuch, was den schnellen Anriss der Klebung unterstützt hat.

14 Zusammenfassung

Die Vernetzung chemischer Reaktionsklebstoffe ist bedingt durch das Aneinanderrücken der Klebstoffmoleküle während der Vernetzungsreaktion generell mit einer Schwindung verbunden, sofern die Klebstoffe nicht schäumend oder expandierend eingestellt sind.

Bei heißhärtenden Klebstoffen bewirkt zudem die Abkühlung von der Härtungstemperatur ein deutliches Kontraktionsbestreben der Klebschicht. Dafür ist der im Vergleich zum Metall deutlich höhere thermische Ausdehnungskoeffizient der Klebstoffe maßgebend.

Es ist daher davon auszugehen, dass es während des Abbindens im Stoffverbund zum Aufbau innerer Spannungen und gegebenenfalls zu Materialschädigungen kommt, vor allem dann, wenn konstruktiv oder auch durch eingelegte Drähte oder Glaskugeln eine Klebspaltdistanzierung und damit starre Fixierung erfolgt.

Es besteht die Annahme, dass dadurch das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten von Klebverbindungen maßgeblich beeinflusst wird.

Ziel dieser Arbeit ist es daher, die Zusammenhänge zwischen dem klebstoffspezifischen Eigenspannungs- und Schädigungszustand sowie deren Einfluss auf das Festigkeits- und Beständigkeitsverhalten von Metallklebverbindungen zu untersuchen.

Zunächst ist das Spannung-Verformung-Verhalten von Klebstoffsubstanzproben (DIN EN ISO 527) und Klebschichten (Stumpfklebung nach DIN EN 26922) unter Zugbeanspruchung sowie unter Schubbeanspruchung (Zugscherversuch nach DIN 54451) untersucht worden. Dabei wurden in den Klebungen mit verschiedenen Epoxidharzklebstoffen zwei Zustände betrachtet:

- Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung während der Härtung möglich
- Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung durch Distanzierung der Fügeteile nicht möglich

Es stellte sich heraus, dass sich die mechanischen Eigenschaften insbesondere unter Zugbeanspruchung senkrecht zur Klebfläche durch die infolge der Distanzierung eingestellte Kontraktionsbehinderung in Klebschichtdickenrichtung deutlich verschlechterten. Vor allem bei dickeren Klebschichten (3 mm) sank die

Arbeitsaufnahme bis zum Bruch bei allen Klebstoffen bei Distanzierung der Fügeteile auf 50% oder weniger gegenüber der Klebverbindung ohne Distanzierung. Diese Unterschiede treten dabei umso deutlicher in Erscheinung, je spröder der Klebstoff ist. Die Ursache dafür sind Mikrorisse in der Klebfuge, durch die die Spannungen abgebaut werden.

Dies hat zur Folge, dass der Wert des Elastizitätsmoduls für distanzierte Klebschichten gegenüber dem der undistanzierten deutlich abfällt. Für den eher spröden Epoxidharzklebstoff XB 5103 ergibt sich bei einer Klebschichtdicke von $d_k = 0,5$ mm ein Abfall von 6189 MPa auf 3960 MPa.

Weiterhin wurde offensichtlich, dass sich die mechanischen Eigenschaften der ausgehärteten Klebstoffsubstanz generell deutlich von denen in dünneren Fugen unterscheiden. Errechnet man z.B. aus den an Substanzproben ermittelten Werten für den Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl den Schubmodul für elastisches und isotropes Materialverhalten über die Beziehung $G=E/[2(1+\nu)]$, so erhält man gegenüber dem im Versuch an der 'dicken' Zugscherprobe ermittelten Schubmodul erhebliche Abweichungen. Der an dünnen Schichten gemessene Schubmodul ist immer geringer als derjenige, der über den Zugversuch an der Klebstoffsubstanz bestimmt wird.

Die Unterschiede im Materialverhalten sind offensichtlich durch den Vernetzungs- und nachfolgenden Abkühlvorgang bedingt, der zum einen zu Unterschieden im Eigenspannungszustand und zum anderen zu Unterschieden in der Strukturierung des Klebstoffes führt.

Im nächsten Untersuchungsabschnitt wurde daher das Vernetzungsverhalten der Klebstoffe untersucht. Als Maß für das Expansions- und Kontraktionsverhalten wurde die temperaturabhängige Spaltweitenänderung während der Härtung untersucht. Dabei zeigte sich für alle untersuchten Klebstoffe prinzipiell das gleiche Aushärtungsverhalten. In der Aufheizphase expandiert der Klebstoff anfangs stark. Mit zunehmender Temperatur wird die Expansion (Δd_{exp}) aufgrund der einsetzenden Vernetzungsreaktion zunächst verlangsamt, um dann etwa mit Erreichen der Härtungstemperatur den Höchstwert einzunehmen. Im Verlauf der Temperaturhaltephase kommt es aufgrund der fortlaufenden (chemischen) Härtungsreaktionen zu einem deutlichen Kontraktionsbestreben der Klebschicht (Δd_{chem}). Nach dem Härtungsvorgang erfolgt eine weitere Kontraktion aufgrund des Abkühlens auf Raumtemperatur kontrahiert die Klebschicht beim Abkühlen auf Raumtemperatur (Δd_{phys}).

Die Untersuchungen haben ergeben, dass insbesondere das Kontraktionsverhalten der untersuchten Klebstoffe deutlich klebschichtdickenabhängig ist. So beträgt die physikalische Kontraktion aufgrund der Abkühlung von Härtungs- auf Raumtemperatur für den XD 4600 bezogen auf eine Schichtstärke von 0,7mm noch 7,5%, während sie bei 3 mm nur noch 4,7% beträgt. Aus den Ergebnissen der physikalischen Kontraktion konnte ein thermischer Klebschichtdickenausdehnungskoeffizient berechnet und dem thermischen Längenausdehnungskoeffizienten der Klebstoffsubstanz gegenübergestellt werden. Dieser Vergleich ergab für die Klebschichten einen Ausdehnungskoeffizienten, der selbst unter der Berücksichtigung, dass sich auf Grund der Querkontraktionsbehinderung die gesamte Volumenausdehnung in Dickenrichtung erstrecken würde, einen dennoch höheren Wert als in der Substanz. Für den Klebstoff XD 4600 liegt der Klebschichtdickenausdehnungskoeffizient im relevanten Temperaturbereich von 180°C bis 25°C für eine Schichtstärke von 0,7 mm mit $\alpha_D = 467 \times 10^{-6} \text{ 1/k}$ deutlich über dem Längenausdehnungskoeffizienten $\alpha = (110 \times 10^{-6} \text{ 1/k})$ und auch dem Volumenausdehnungskoeffizienten $\gamma = 3\alpha = (330 \times 10^{-6} \text{ 1/k})$ und weist wiederum auf strukturelle Unterschiede zwischen der Klebstoffsubstanz und der Klebschicht in der dünnen Fuge hin.

Da der Aufbau innerer Spannungen im direkten Zusammenhang mit dem Vernetzungsverhalten in der Klebfuge während der Härtung steht, erfolgte daher die Untersuchung der durch das klebstoffspezifische Expansions- und Kontraktionsverhalten bedingten Spannungen.

Im Rahmen der Arbeit ist eine Vorrichtung entwickelt worden, die es ermöglicht, den Spannungsaufbau in Klebschichtdickenrichtung kontinuierlich während der Härtung zu erfassen.

Prinzipiell ist der Spannungsverlauf dem der Klebschichtdickenänderung während der Härtung ähnlich. In der Aufheizphase bewirkt das Expansionsbestreben des Klebstoffes eine Druckspannung auf die Fügeteile ($\Delta\sigma_{\text{exp}}$). Im Zuge der chemischen Vernetzung kommt es dann zu einer Umkehr des Spannungsaufbaus in Zugrichtung ($\Delta\sigma_{\text{chem}}$). In der Abkühlphase wiederum führt das ausgeprägte Kontraktionsbestreben der Klebschicht zu starken Kontraktionsspannungen. Diese werden analog zu den Messungen der Klebschichtdickenänderung physikalische Spannungen ($\Delta\sigma_{\text{phys}}$) genannt.

Die Ergebnisse haben gezeigt, dass sich in der Klebfuge insbesondere während der Abkühlung von der Härtungstemperatur Nennspannungen von über 6 MPa

aufbauen können. Diese liegen bzgl. der untersuchten Epoxidharzklebstoffe in einer Größenordnung von ca. 10-15% der Zugfestigkeit. Weiterhin konnte festgestellt werden, dass die Spannungen für den untersuchten Dickenbereich mit der Klebschichtdicke ansteigen. Etwas anders hat sich lediglich der spröde Klebstoff XB 5103 verhalten. Auch hier stiegen die inneren Spannungen zunächst mit der Klebschichtdicke an, wurden dann aber bei einer Schichtstärke zwischen 1,6 und 3,0 mm durch Risse schon während der Härtung wieder abgebaut.

Es ist jedoch bekannt, dass in Kunststoffen Spannungen auch durch Relaxationsvorgänge abgebaut werden können. Inwieweit dies auch in den untersuchten Klebstoffen erfolgte, konnte auch anhand der Vorrichtung durch eine Weiterführung der Nennspannungsmessung nach dem Abkühlen ermittelt werden. Für den Fall des Betamate 1496 nahm die Nennspannung innerhalb von 15 Stunden nach Härtungsende um etwa 0,5 MPa (ca. -10%) ab.

Eine weitere Methode, die zur Untersuchung der Relaxationseffekte herangezogen wurde, basiert auf dem Zerlegeprinzip. Auf die nach der Härtung eigenspannungsbehaftete Klebfuge wurden Dehnmessstreifen appliziert und abgeglichen. Danach wurde die Klebfuge freigeschnitten und die inneren Spannungen durch die 'Entspannung' der Klebschicht freigelegt. Durch die Verwendung mehrerer Dehnmessstreifen wurde es möglich, nicht nur einen gemittelten Spannungswert zu ermitteln, sondern einen Spannungsverlauf entlang der Klebfuge. Für den Betamate 1496 ergab sich dabei nach 43 Tagen ein volliger Abbau der inneren Spannungen an den Klebfugenrändern, während im Vergleich dazu nach einem Tag die Spannungen dort mit ca. 4,9 MPa in Dickenrichtung noch am größten waren. Im Vergleich dazu betrug die Spannung in der Klebfugenmitte etwa 3,5 MPa, es kann daher für diesen Fall von einer deutlichen Spannungsüberhöhung am Fugenrand besprochen werden.

Beim spröden Klebstoff XB 5103 wurden diese überhöhten Spannungen an den Fugenrändern offensichtlich bereits durch Risse wieder abgebaut, da die Spannungen zum Rand hin wieder abfielen.

Die Anwendung des Zerlegeprinzip ermöglicht weiterhin zu untersuchen, inwieweit sich der innere Spannungszustand in einer distanzierten Klebfuge von dem in einer nicht distanzierten unterscheidet. So hat eine Vergleichsmessung für den Betamate 1496 ohne Distanzierung in Dickenrichtung eine Vergleichsspannung von 2,1 MPa und mit Distanzierung von 5,5 MPa ergeben.

Zusammenfassend lassen die Ergebnisse folgende Erkenntnisse zu: Während der Härtung der Klebstoffe kommt es aufgrund der Kontraktionsbehinderung in Dickenrichtung zu einer Aufweitung der Gefügestruktur, die als Folge der Haftung zu den Fügeteilen lamellenartig in Dickenrichtung orientiert ist. Diese anfängliche These bestätigte sich durch Untersuchungen der Feuchteaufnahme von Klebstoffsubstanzen und -schichten. Die Feuchteaufnahme im Sättigungszustand lag für Klebverbindungen mit Distanzierung in Dickenrichtung deutlich über der Feuchteaufnahme von Klebungen ohne Distanzierung und die wiederum höher als die Feuchteaufnahme der Klebstoffsubstanz. Da die Feuchteaufnahme im Sättigungszustand sowohl in der Klebfuge mit als auch ohne Distanzierung bei dünneren Klebschichten ansteigt, kann angenommen werden, dass die Struktur der Klebfuge in Fügeteilnähe aufgrund der höheren Feuchteaufnahme weitmaschiger aufgebaut ist, als der mittlere Bereich der Klebfuge. Die Vermutung, dass sich eine solche Struktur in einer steigenden Klebstoffdichte mit zunehmender Klebschichtdicke wiederspiegelt, hat sich ebenso bestätigt.

Untermauert und bestätigt wurden diese Annahmen durch eine Serie rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen, die eine ebensolche Struktur aufzeigten, die lamellenartig in Dickenrichtung orientiert ist. Dabei erstreckte sich diese lamellenartige Struktur über die gesamte Fuge, wenn auch zur Mitte hin engmaschiger und seitlich verzweigter. Durch begleitende Untersuchungen konnte dabei sichergestellt werden, dass es sich bei den aufgedeckten Strukturen nicht um solche handelt, die vom Ionenätzen zur Probenvorbereitung herrührten.

Zur Beurteilung der Auswirkungen des inneren Spannungszustandes, auch in Kombination mit weiteren Schädigungsmechanismen wie Feuchte und Temperaturwechsel, wurden Untersuchungen an einschnittig überlappten Zugscherproben sowie Keilproben durchgeführt. In den Klebfugen der Zugscherproben wurden durch behinderte bzw. unbehinderte Kontraktion in Klebschichtdickenrichtung unterschiedliche innere Spannungszustände erzeugt.

Unter quasistatischer Beanspruchung war der Einfluss der inneren Spannungen primär im Anfangszustand erkennbar. Im Zuge der Alterungstests kam es zu einer Überlagerung mit weiteren Schädigungsmechanismen wie Feuchte und Temperaturwechsel, deren Wirkung durch Risse, wie sie infolge der inneren Spannungen entstanden sind, verstärkt wurde, so dass keine eindeutige Zuordnung zu den einzelnen Schädigungsfaktoren mehr möglich war.

Diesbezüglich hat sich der modifizierte Keiltest als aussagekräftig herausgestellt, da die kontinuierliche Erfassung des Rissfortschrittes vor allem in der Temperaturwechselphase einen Rissfortschritt aufzeigte. Dies hängt offensichtlich damit zusammen, dass während der Schwitzwasserlagerung Feuchtigkeit in den Klebstoff eindiffundiert oder sich in vorhandenen Rissen anlagert. Während der Abkühlphasen im Temperaturwechsel kommt es zu einer Überlagerung von Thermospannungen und dem Gefrieren des eindiffundierten Wassers. Dabei kommt zum tragen, dass sich Wasser unterhalb von 4°C wieder ausdehnt, während der Klebstoff weiter kontrahiert und somit die Klebfuge aufsprengt.

Deutliche Unterschiede zwischen distanzierten und nicht distanzierten Klebverbindung zeigten sich auch unter Zugschwellbeanspruchung. Dabei fiel auf, dass diese Unterschiede mit steigender Schwingbreite größer wurden. Dieses Verhalten kann dadurch erklärt werden, dass die Ausschlagkraft F_a mit zunehmender Schwingbreite bei gleichbleibender Schwingfrequenz ansteigt. Dadurch erhöht sich die Geschwindigkeit zum Erreichen der Ober- und Unterkraft. Mit zunehmender Geschwindigkeit vermag der Klebstoff jedoch der damit verbundenen Deformation nicht schnell genug zu folgen, was zusammen mit der durch die Kontraktionsbehinderung bereits vorhandenen Schwächung zu einem schnelleren Versagen führt.

15 Literaturverzeichnis

- [1] Schliekelmann, R. J. Metallkleben - Konstruktion und Fertigung in der Praxis;
DVS-Verlag, Düsseldorf 1972
- [2] Lees, W. A. Adhesives in Engineering Design;
Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, 1984
- [3] Kötting, G.
Friedrich, M. Geklebte Bauteile im Karosseriebau;
Adhäsion - Kleben & Dichten, 38 (1994) Heft 3 u. 4
- [4] Kötting, G. Kleben und kombinierte Fügeverfahren beim Audi A8; DVM-Tagungsband "Fügen im Leichtbau", Stuttgart, Okt. 1994
- [5] Kötting, G. Stahlleichtbau durch Kleben,
Tagungsband 'Innovativer Werkstoffeinsatz in Kraftfahrzeugen'; Nr. 719, Studiengesellschaft Stahlanwendung, Düsseldorf 1998
- [6] Born, P.
Schenkel, H. Metallkleben im Automobilrohbau;
Adhäsion – Kleben & Dichten, 40 (1996) Heft 11
- [7] Chang, Y.F Adhesive bonding for Automotive Plastics;
Tagungsband Eurobond, Wiesbaden, 1991
- [8] Dengler, M.
Lemm, K. Kleben im Schienenfahrzeugbau;
Adhäsion – Kleben & Dichten, 41 (1997) Heft 6
- [9] Brockmann, W. Kenntnisse über die Grundlagen des Metallklebens;
Adhäsion – Kleben & Dichten, 31 (1987), Heft 1
- [10] Kötting, G.
Singh, S. Anforderungen an Klebstoffe für Strukturverbindungen im Karosseriebau;
Adhäsion – Kleben & Dichten, 32 (1988), Heft 9

- [11] Hahn, O.
Chudaska, A. Untersuchungen zu schwindungsabhängigen Eigenspannungen und Schädigungsmechanismen in Klebverbindungen;
Forschungsbericht LWF, Universität Paderborn, 1995
- [12] Yi, X.S. Beitrag zum strukturabhängigen mechanischen Verhalten von Klebstoffsichten;
Dissertation Universität Paderborn, 1986
- [13] Kollek, H. Die Beständigkeit von Metallklebverbindungen;
Adhäsion – Kleben & Dichten, 30 (1986) Heft 6
- [14] Brockmann, W. Metallkleben II – Die systematische Optimierung des Langzeitverhaltens von Metallklebverbindungen; Vorhaben 57, Forsch. Kurat. Masch.-Bau e.V., Frankfurt, Forsch. Heft 93 (1982)
- [15] Mittrop, F. Untersuchungen über das Alterungsverhalten, die Temperaturbeständigkeit und Zeitstandfestigkeit von Metallklebverbindungen mit und ohne Füllstoffzusätze zum Klebstoff;
Dissertation TH Aachen, 1966
- [16] Schattauer, F. Einfluß aggressiver Medien auf Metallklebverbindungen;
Metallverarbeitung, Berlin 40 (1986) 5
- [17] Althof, W.
Schlothauer, H. Alterung von Metallklebverbindungen Teil 1. Torsionsschwingungsversuche an Klebstoffsubstanzen nach Klimaeinwirkungen;
DFVLR-IB 152-75/02 (1975)
- [18] Brockmann, W. Das Langzeitverhalten von Metallklebverbindungen;
Z. Werkst.-Tech. 8 (1977)

- [19] Matz, Ch. Alterungs- und Chemikalienbeständigkeit von strukturellen Klebverbindungen im zivilen Flugzeugbau; Aluminium 61 (1985)
- [20] Hahn, O. Untersuchung der Polymerstruktur in der Klebschicht von Metallklebverbindungen; Kunststoffe 74 (1984)
- [21] Hahn, O. Untersuchungen zum Sorptions-, Desorptions- und Quellungsverhalten von Klebstoffen; Z. Werkstofftech. 18 (1987)
- [22] Hahn, O. Untersuchung zum last- und klimabedingten Alterungsverhalten von Klebschichten; Adhäsion – Kleben & Dichten, 30 (1986), Heft 7/8
- [23] Hahn, O. Einfluss von Adsorptionswasser auf die Strukturierung von Klebstoffen in grenzschichtnahen Bereichen bei Metallklebungen; DVS-Bericht 102 (1986)
- [24] Kötting, G. Untersuchung der Klebschichtmorphologie und der beanspruchungsabhängigen Deformations- und Versagensmechanismen in der Klebfuge von Metallklebverbindungen; Dissertation Universität Paderborn, 1984
- [25] Klopfer, H. Die Diffusion von Wasser in Polymeren; Dt. Farben Zeitschr. 25 (1971)
- [26] Brewis, D.M. Diffusion of Water in Some Modified Phenolic Adhesives; Comyn, J. Int. J. Adhesion and Adhesives 7 (1987) 1 Tredwell, S.T.
- [27] Brewis, D.M. The Effect of Water and Heat on the Properties of an Epoxide Adhesive in Relation to the Comyn, J. Performance of Singe Lap Joints ; Shalash, R. J. Polymer Communications 24 (1983)

- [28] Althof, W. Die Diffusion des Wasserdampfes der feuchten Luft in die Klebschicht von Metallklebungen; DFVLR-FB 79-06 (1979)
- [29] Eichhorn, F. Untersuchungen von Diffusionsvorgängen an Metallklebverbindungen und des Festigkeitsverhaltens bei Feuchtigkeitseinwirkung (Kurz- und Langzeittests); Forschungsbericht der Dtsch. Forschungsgesellschaft für Blechverarbeitung (1985)
- [30] Comyn, J. The Effect of Water on Adhesives and Adhesive Joints; Plast. And Rubber Proc. and Appl. 3 (1983)
- [31] Kötting, G. Haftung und Beständigkeit (Grundlagen); Seminarunterlagen 'Strukturelles Kleben', Haus der Technik, 2002
- [32] Funke, W. Blistering of Paint Films and Filiform Corrosion; Progress in Organic Coatings, 9 (1981)
- [33] Habenicht, G. Kleben – Grundlagen, Technologie, Anwendungen, Springer-Verlag, 1990
- [34] Brockmann, W. Die Morphologie technischer Oberflächen; Vortragsband zum SURTEG- Kongress, Berlin 1981, VDI-Verlag, 1981
- [35] Brockmann, W. Der Einfluss der Oberflächenvorbehandlung auf die Eigenschaften von Metallklebverbindungen; Metall, 31 (1977), Heft 3
- [36] Elfinger, F.X. Messen von Eigenspannungen; Handbuch für experimentelle Spannungsermittlung, VDI- Verlag, 1989
- [37] Ilischner, B. Eigenspannungen, Grundlagen; Lexikon Werkstofftechnik, VDI-Verlag, 1991

- [38] Tietz, H. Grundlagen der Eigenspannungen;
Deutsche Verlag für Grundstoffindustrie,
Leipzig, 1984
- [39] Klotz, U. Eigenspannungen und Mikrostruktur von thermisch
Trzebiatowski, O. getrenntem Stahlblech;
Materialwissenschaft u. Werkstofftechnik, 2001
- [40] Schimmöller, H. Bestimmung von Eigenspannungen in ebenen
plattierten Werkstoffen; Teil 1;
Materialprüfung 14 (1972) Nr.4
- [41] Schimmöller, H. Analytische Behandlung von
Eigenspannungszuständen auf der Grundlage der
Elastizitätstheorie;
VDI-Fortschrittsbericht, Reihe 18, Nr. 88
- [42] Schäfers, C. Eigenspannungen in Klebverbindungen
Seminarunterlagen 'Strukturelles Kleben',
Haus der Technik, 2002
- [43] Hahn, O. Analyse der Entstehung von Abzeichnungen an
Kötting, G. Klebungen dünnwandiger Stahlbauteile;
Eis, M. Forschung für die Praxis P332, Studiengesellschaft
Meschut, G. Stahlanwendung, 2000
- [44] Achmus, C. Eigenspannungen in festgewalzten Bauteilen;
Reimers, W. Materialprüfung Heft 3, 1998
Wohlfahrt, H.
- [45] N.N. Entstehung, Ermittlung und Bewertung von
Eigenspannungen;
DGM-Fortbildungspraktikum, Karlsruhe, 2001
- [46] Hellwig, C. Röntgenographische Spannungsermittlung: Mess-
und Auswertestrategien und deren Auswirkungen
auf die Resultate;
Materialwissenschaft. u. Werkstofftechnik, 1997

- [47] Schimmöller, H. Experimentell-rechnerische Bestimmung von Eigenspannungen in austenitplattierten Stahlblechen;
Dissertation TU Braunschweig, 1971
- [48] Birkenfeld, W. Messung von Eigenspannungen mittels Dehnmessstreifen;
Messtechnische Briefe 3 (1968)
- [49] Heyn, E. Über Spannungen im kaltgereckten Metallen;
Internat. Z. Metallogr. 1 (1911)
- [50] Andrews, K. Determination of Internal Stresses;
Physical Metallurgy, Vol. 2, Chapter 5, 1974
- [51] Sachs, G. Nachweis innerer Spannungen in Stangen und Rohren;
Z. Metallkunde 19 (1927) 9
- [52] Mathar, J. Ermittlung von Eigenspannungen durch Messung von Bohrlochverformungen;
Archiv für Eisenhüttenwesen, 6 (1933) 7
- [53] Altrichter, J. Die mathematischen Grundlagen der Eigenspannungsmessung mit dem Bohrlochverfahren;
ZIS-Mitteilungen (1960) 12
- [54] Wolf, H. Das Ring-Kern-Verfahren zur Messung von Eigenspannungen und seine Anwendung bei Turbinen und Generatorwellen;
Archiv für Eisenhüttenwesen 42 (1971) 3
- [55] Wolf, H. Weiterentwicklung des Ring-Kern-Verfahrens zu Messung von Eigenspannungen;
Borgmann, H. A.
Stuecker, E. Archiv für Eisenhüttenwesen 44 (1973) 5
- [56] Sautter Ermittlung von Eigenspannungen an Rohren aus Aluminiumlegierungen;
Gruhl, W. Metall 18 (1964) Heft 3 / Heft 9

- [57] Jankowski, W. Messverfahren zur Bestimmung zweiachsiger Spannungsverteilungen über die Werkstückhöhe; Archiv für Eisenhüttenwesen 48 (1977) 12
- [58] Bauer, A. Die Biegestreifenmethode - ein experimentelles Verfahren zur Ermittlung innerer Spannungen im Metall-Polymer-Verbund; Adhäsion – Kleben & Dichten, 30 (1986), Heft 9
- [59] Wellinger, K. Festigkeitsberechnung – Grundlagen und Dietmann, H. technische Anwendung; Kröner Verlag, 1976
- [60] Aurich, D. Eigenspannungen und Verzug durch Wärmeeinwirkung; DFG-Forschungsberichte, 1999
- [61] Kulawik, J. Determination of glass transition temperatur, Szeglowski, Z. thermal expansion and shrinkage of epoxy resins; Czapla, T. Colloid & Polymer Science 267 (1989) Kulawik, J. P.
- [62] Booß, H. J. Volumenänderung bei der Vernetzung von Hauschmidt, K. R. ungesättigten Polyesterharzen; Kunststoffe 63 (1973) Heft 3
- [63] Booß, H. J. Volumeneffekte bei der Vernetzung von Hauschmidt, K. R. Epoxidharzen; Kunststoffe 70 (1980) Heft 1
- [64] Dück, J. Schwind- und Quellverhalten reaktionshärternder Kunstharzkitte für den Säureschutzbau; Z. Werkstofftechnik 12 (1981)
- [65] Rector, C. Messung von Expansions- und Kontraktionskräften bei der Klebstoffaushärtung; Diplomarbeit FH Münster, 1999

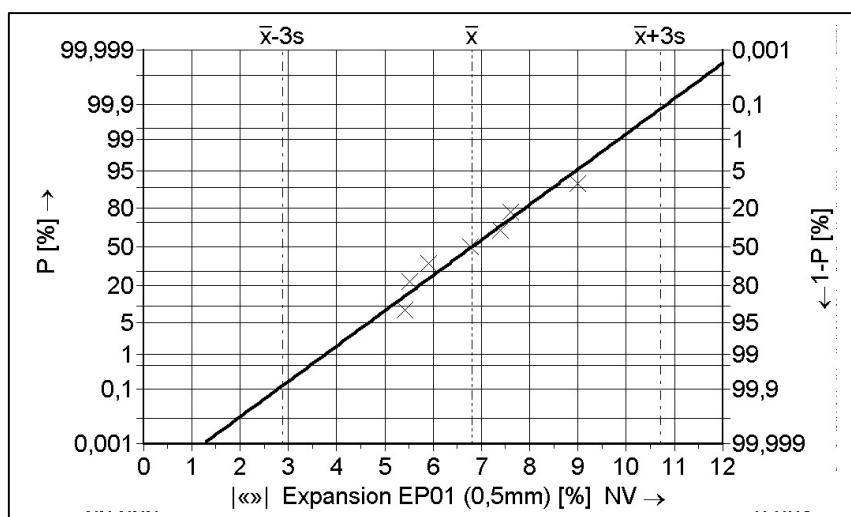
- [66] Hahn, O.
Ewerszumrode, A. Einfluss der Abbindebedingungen auf das Eigenschaftsprofil geklebter Verbindungen aus Fügeteilen unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten;
Schweißen und Schneiden 50 (1998) Heft 3
- [67] Hahn, O.
Chudaska, A. Untersuchungen zum Einfluss werkstoffkundlicher, konstruktiver und fertigungstechnischer Randbedingungen auf das Entstehen von Abbildungen beim Fügen von polymeren Werkstoffen mit Hilfe der Klebtechnik;
Forschungsbericht LWF, Universität Paderborn, 1994
- [68] Hahn, O.
Hüsgen, B. Erarbeitung von technologischen Grundlagen für das Kleben von Fügeteilen mit unterschiedlichem Ausdehnungskoeffizienten;
Forschungsbericht LWF, Universität Paderborn, 1991
- [69] Hahn, O.
Walther, U. Entwicklung eines Prüfverfahrens zur Ermittlung thermischer und reaktionsbedingter Volumenänderungen polymerer Klebstoffe und Gießharze;
Forschungsbericht LWF, Universität Paderborn, 1998
- [70] Konczalla, M.
Kollek, H.
Lenge, R.
Sahm, W. FE-Berechnung thermischer Spannungen;
Adhäsion – Kleben & Dichten, 38 (1994), Heft 9
- [71] Thamm, F. Untersuchung der Eigenspannungen in Metallklebverbindungen;
Plaste und Kautschuk 27 (1980) Heft 8
- [72] Aichele, W.
Diez, M. Abkühlspannungen in Beschichtungen;
Kunststoffe 77 (1987) 2

- [73] Nitschke, B. Untersuchen der Maßabweichungen und Eigenspannungen in Klebverbindungen des Karosseriebaus;
Diplomarbeit, FH Münster, 2000
- [74] Pellmann, M. Experimentelle Ermittlung von Eigenspannungen in Klebverbindungen;
Diplomarbeit FH Münster, 2001
- [75] Bauer, A. Die inneren Spannungen im Metall-Polymer-Verbund;
Tagungsband 2. Arbeitskreisdiskussion "Adhäsion", Mühlhausen, 1985
- [76] Corcoran, E. M. Determining stresses in organic coatings using platted beam deflection;
J. Paint Technologie 41 (1969) 538
- [77] Inoue, Y.
Kakatake, Y. Mechanics of adhesive joints Part 1-3;
Apl. Sci. Res. A7 (1958)
- [78] Jones, R. M. Mechanics of composite materials;
Mc Graw-Hill Book Comp. New York, 1975
- [79] Becker, D. Untersuchungen des temperaturabhängigen Expansions- und Kontraktionsverhaltens von heißhärtenden Konstruktionsklebstoffen;
Diplomarbeit FH Münster, 2002
- [80] Kötting, G.
Schäfers, C. Eigenspannungen in Klebverbindungen – Ursachen und Auswirkungen;
Tagungsband „18. Int. Klebtechnik-Seminar, Rosenheim, 1999
- [81] Otto, G. Untersuchung der Spannungen, Verformungen und Beanspruchungsgrenzen von Kunststoffschicht und Fügeteil bei einschnittig überlappten Metallklebverbindungen;
Dissertation RWTH Aachen, 1978

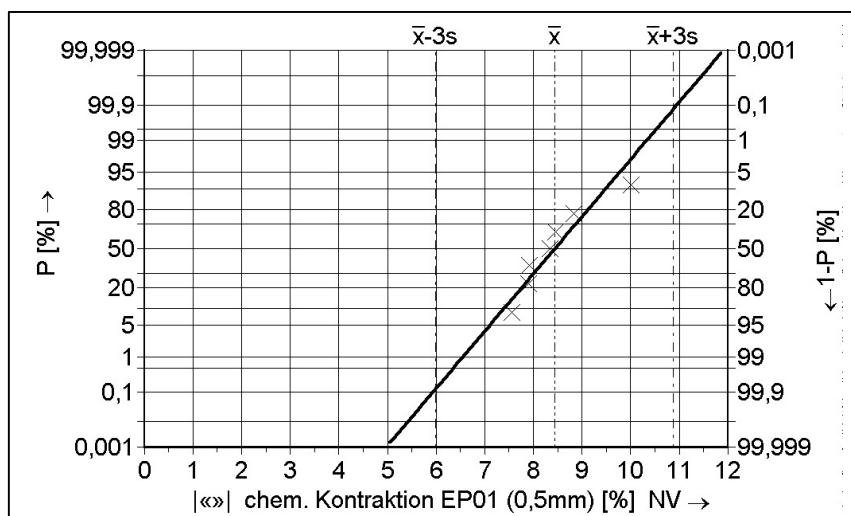
- [82] Hoffmann, K. Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnmeßstreifen; Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, 1987
- [83] Lutz, A. Information per Email, DOW Automotive, 2003
- [84] Hahn, O. Weiterentwicklung des Keiltests zur standardisierten Prüfmethode für die Bewertung der Haftbeständigkeit von Klebverbindungen; AIF-Forschungsvorhaben (AIF-Nr.: 02027/00)
- [85] Saulen, F. Weiterentwicklung des Keiltests zur standardisierten Prüfmethode für die Bewertung der Haftbeständigkeit von Klebverbindungen; Diplomarbeit FH Münster, 2002
- [86] Drost, G. Untersuchungen zur Beständigkeit von Metallklebverbindungen des Karosseriebaus; Diplomarbeit FH Münster, 2003
- [87] Kollek, H. Die Keilprobe und ihre Prüfung; Kötting, G. Handbuch Fertigungstechnologie Kleben, Carl Hauser Verlag, 1992
- [88] Kötting, G. Unveröffentlichter Forschungsbericht; FH Münster, 1998
- [89] Hahn, O. Untersuchungen zum Einfluss chemischer und physikalischer Vorbehandlungen verzinkter Stahlbleche auf Struktur und Eigenschaften von Klebverbindungen; Motzko, B. Forschungsbericht LWF, Universität Paderborn, 1993
- [90] Hahn, O. Mechanische Eigenschaften stanzgenieteter und geklebter Aluminiumbauteile bei dynamischer Belastung unter Medieneinwirkung; Peetz, A. Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben DVS/AiF 10.434N, Düsseldorf 1998

- [91] Kötting, G.
Schäfers, C. Unveröffentlichter Forschungsbericht;
FH Münster, 2002
- [92] Arnold, J. A. Durability of Lap-Shear Adhesive Joints with
Coated Steels in Corrosive Environments;
SAE-Paper No 862009, 1986
- [93] N. N. Internetpräsentation www.Netzsch.com, 2003
- [94] Schäfers, C. Festigkeitsverhalten von Klebverbindungen
Seminarunterlagen 'Strukturelles Kleben',
Haus der Technik, 2002
- [95] Schifter, J. E. Unveröffentlichter Forschungsbericht
FH Münster, 2002
- [96] Michler, G.H. Untersuchung der Morphologie kompakter
Polymere mit der Elektronenmikroskopie
Plaste und Kautschuk, 17 (1980)

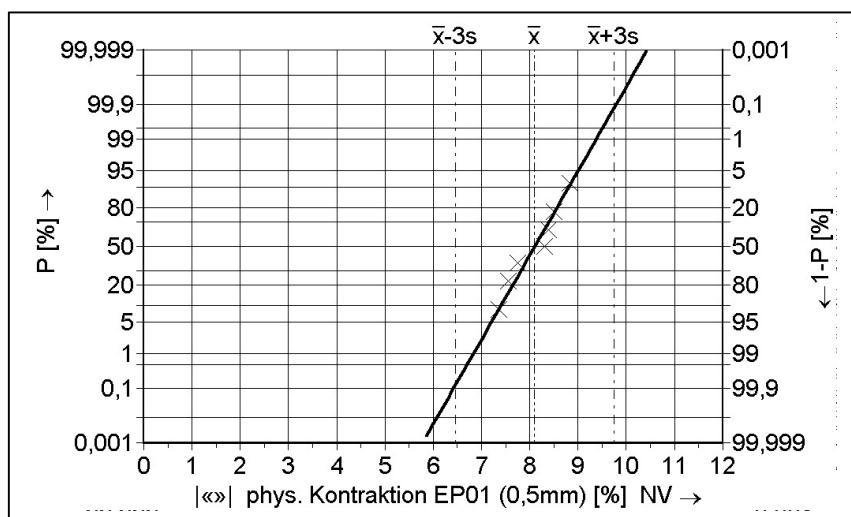
Bild 16-9.1: Statistische Auswertung - Spaltweitenänderung
 XB 5103, $d_k=0,5\text{mm}$



$\bar{x} = 6,80$
 $s = 1,31$
 $n = 7$

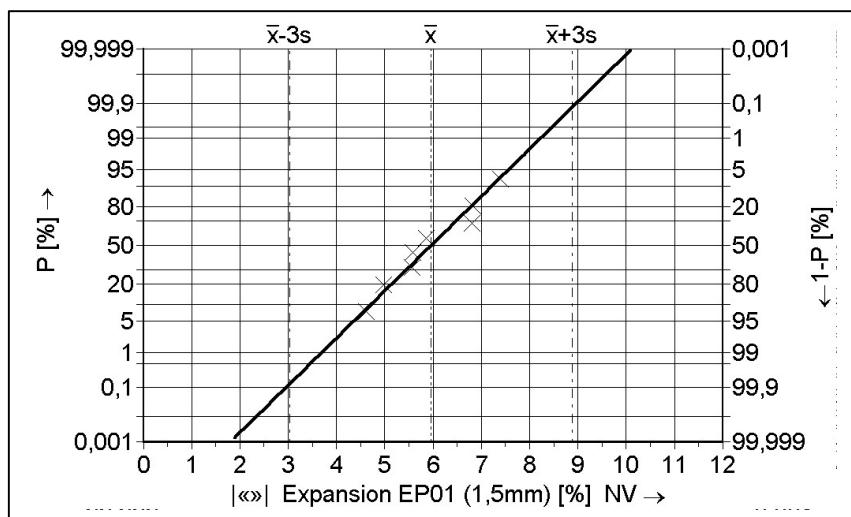


$\bar{x} = 8,43$
 $s = 0,81$
 $n = 7$

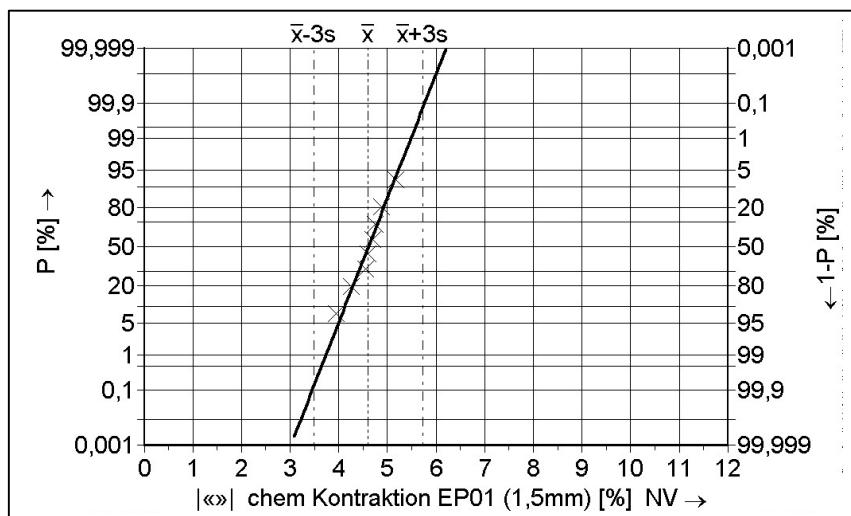


$\bar{x} = 8,10$
 $s = 0,55$
 $n = 7$

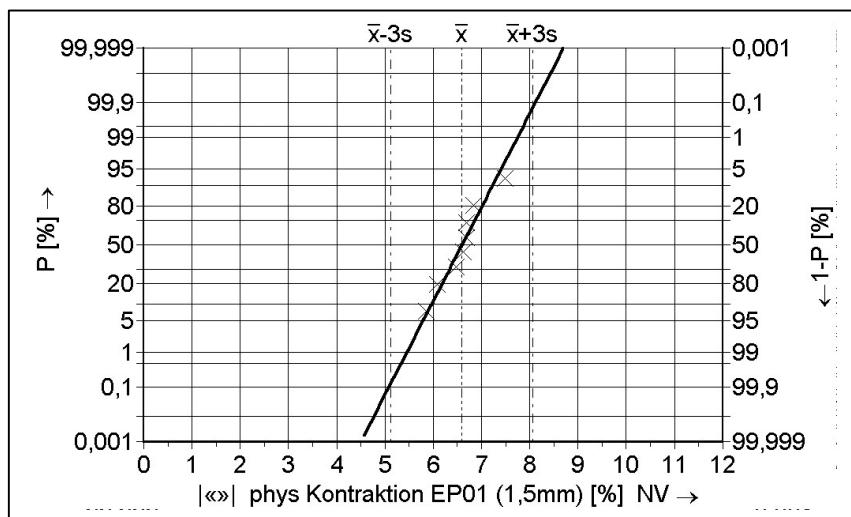
Bild 16-9.2: Statistische Auswertung - Spaltweitenänderung
XB 5103, $d_k=1,5\text{mm}$



$\bar{x} = 5,95$
 $s = 0,97$
 $n = 8$

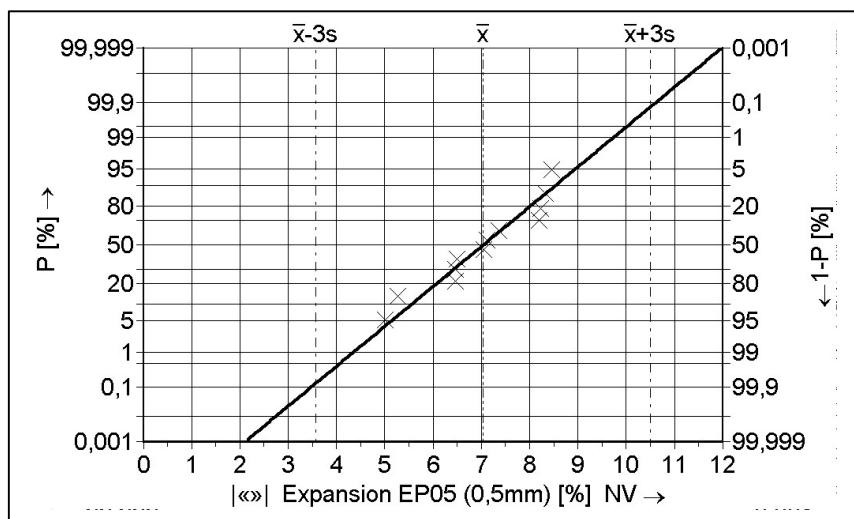


$\bar{x} = 4,61$
 $s = 0,37$
 $n = 8$

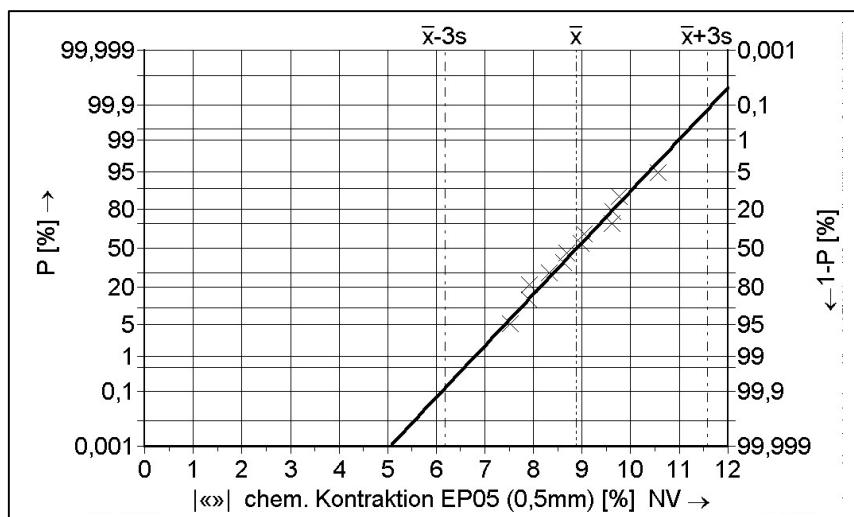


$\bar{x} = 6,59$
 $s = 0,49$
 $n = 8$

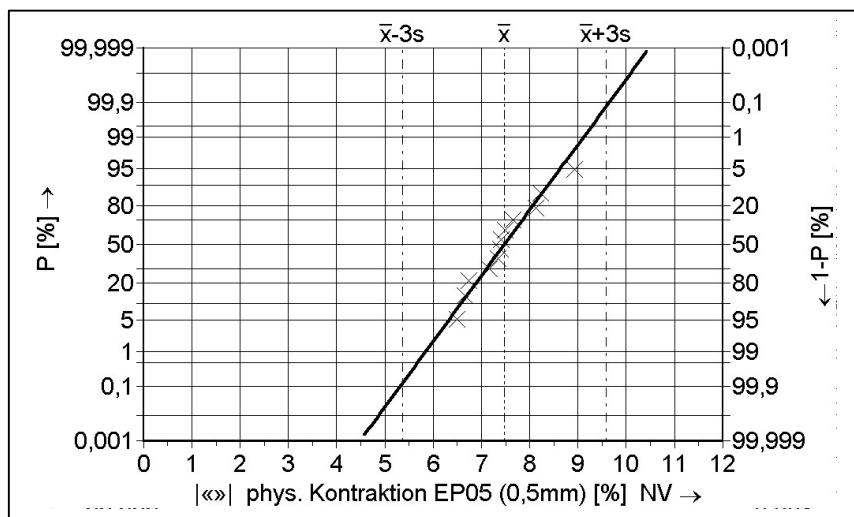
Bild 16-9.3: Statistische Auswertung - Spaltweitenänderung
 XD 4600, $d_k=0,5\text{mm}$



$\bar{x} = 7,04$
 $s = 1,16$
 $n = 12$

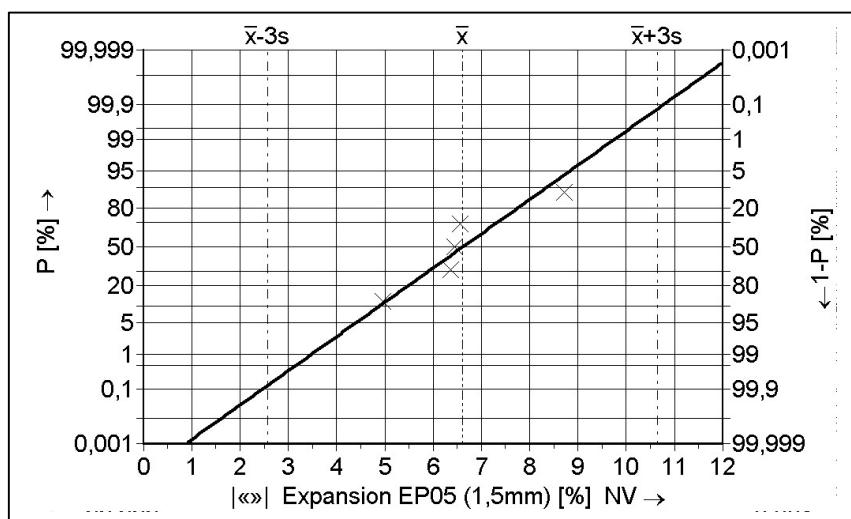


$\bar{x} = 8,88$
 $s = 0,90$
 $n = 12$

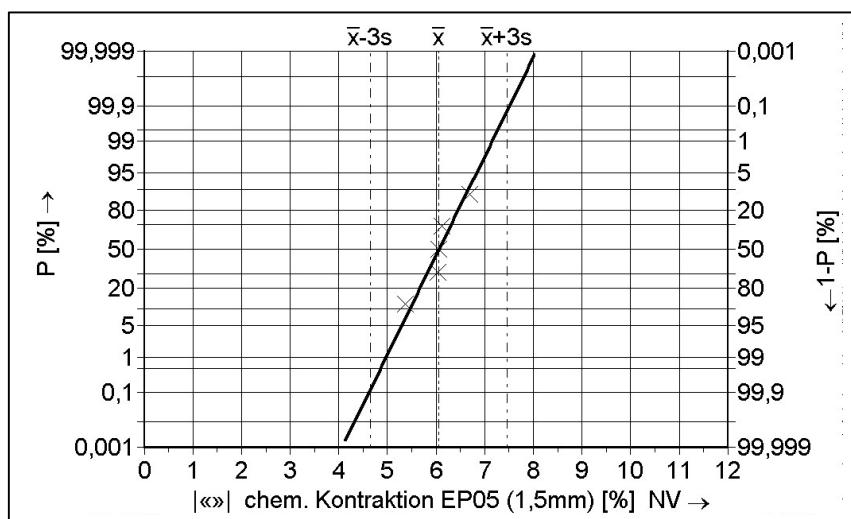


$\bar{x} = 7,47$
 $s = 0,70$
 $n = 12$

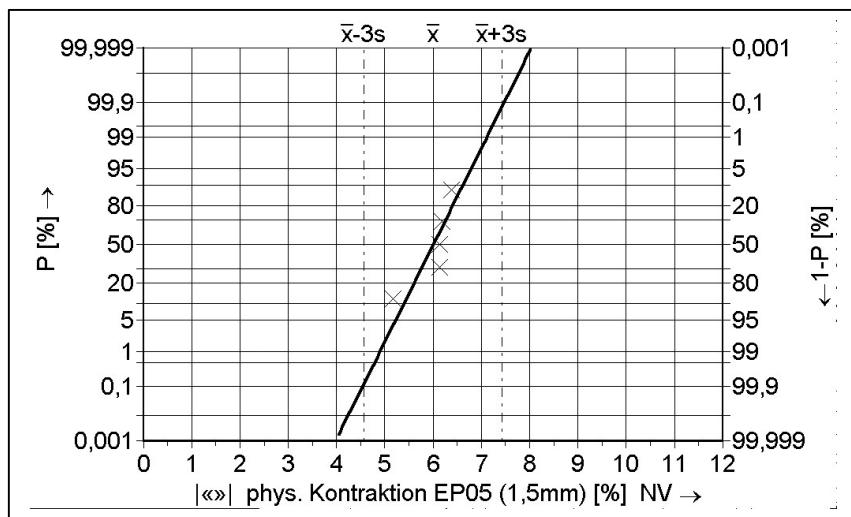
Bild 16-9.4: Statistische Auswertung - Spaltweitenänderung
 XD 4600, $d_k=1,5\text{mm}$



$\bar{x} = 6,61$
 $s = 1,35$
 $n = 5$

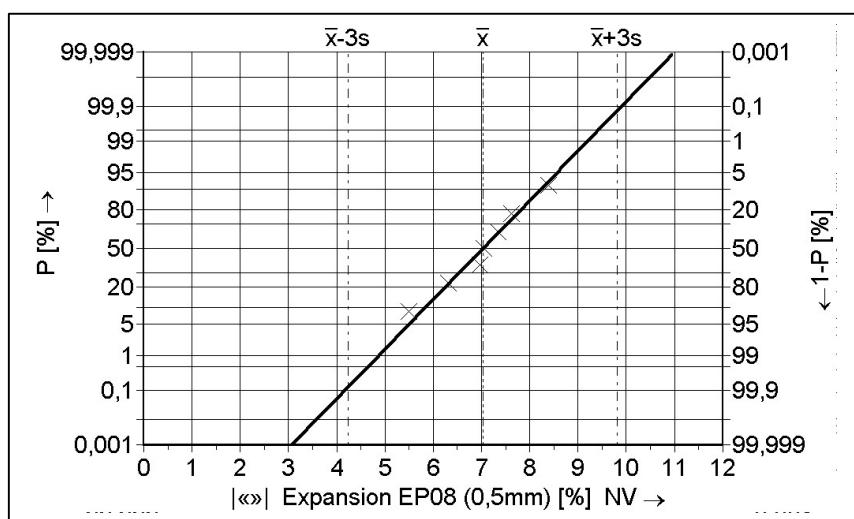


$\bar{x} = 6,06$
 $s = 0,47$
 $n = 5$

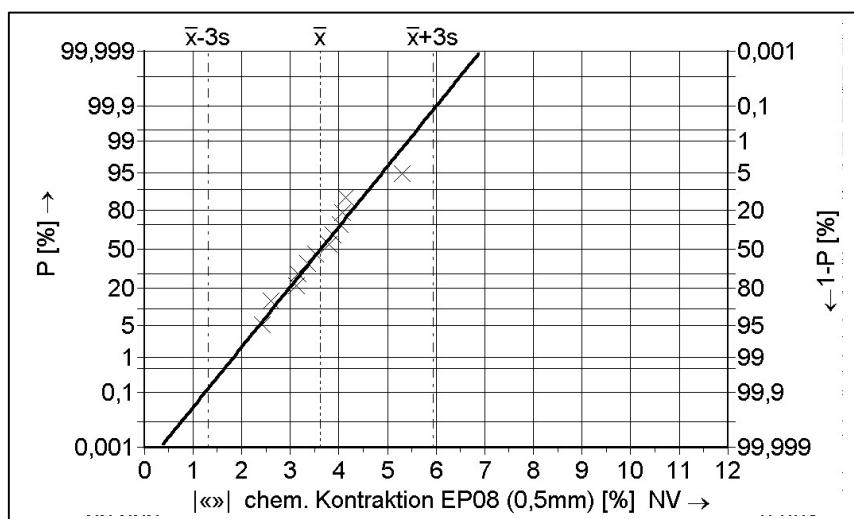


$\bar{x} = 6,00$
 $s = 0,48$
 $n = 5$

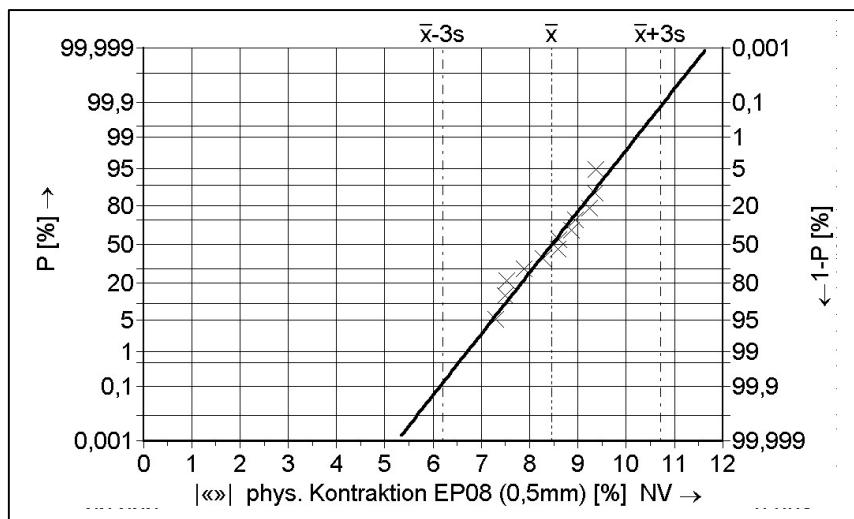
Bild 16-9.5: Statistische Auswertung - Spaltweitenänderung
Betamate 1496, $d_k=0,5\text{mm}$



$\bar{x} = 7,03$
 $s = 0,93$
 $n = 7$

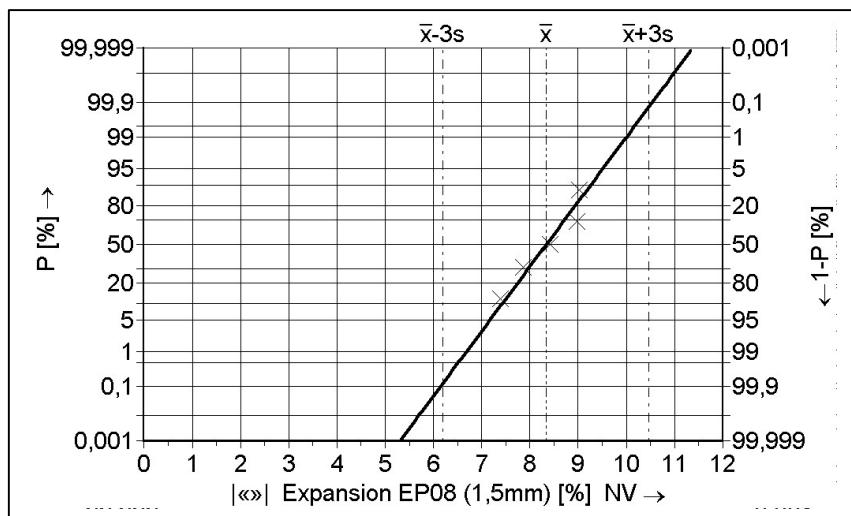


$\bar{x} = 3,62$
 $s = 0,77$
 $n = 12$

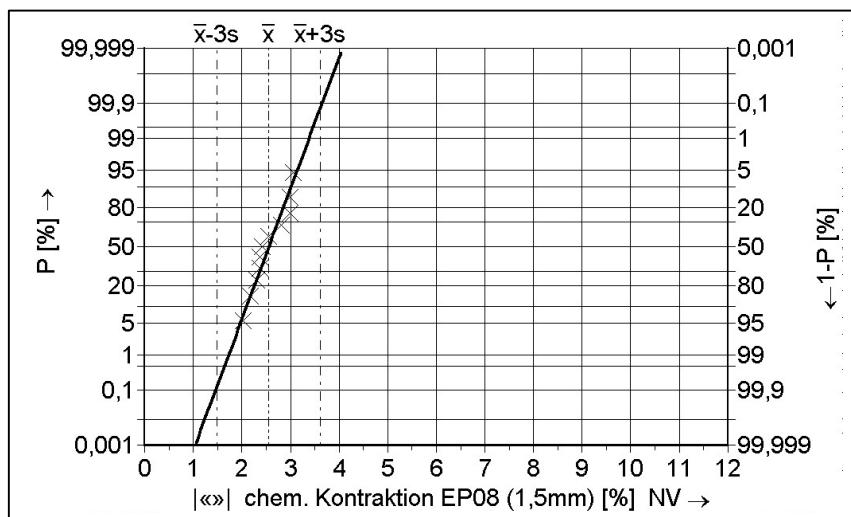


$\bar{x} = 8,45$
 $s = 0,75$
 $n = 12$

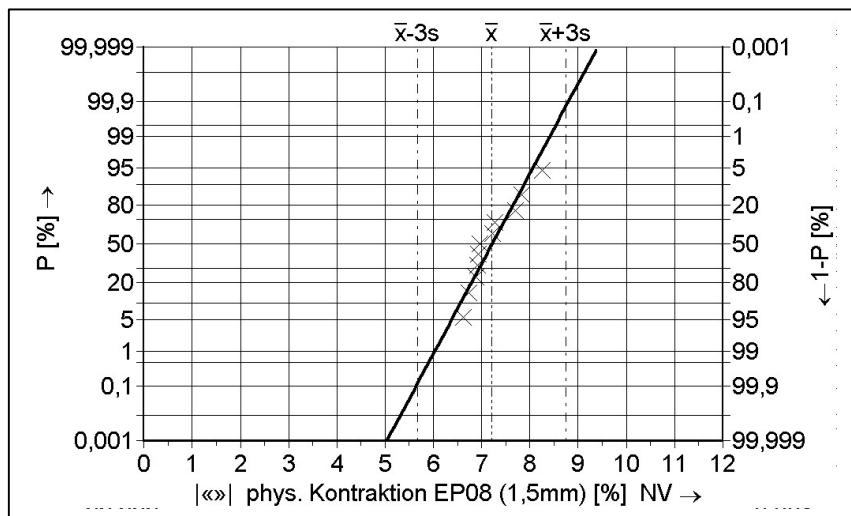
Bild 16-9.6: Statistische Auswertung - Spaltweitenänderung
Betamate 1496, $d_k=1,5\text{mm}$



$\bar{x} = 8,34$
 $s = 0,71$
 $n = 5$



$\bar{x} = 2,55$
 $s = 0,36$
 $n = 11$



$\bar{x} = 7,21$
 $s = 0,51$
 $n = 11$

Bild 16-9.7: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
 XB 5103, $d_k=0,5\text{mm}$

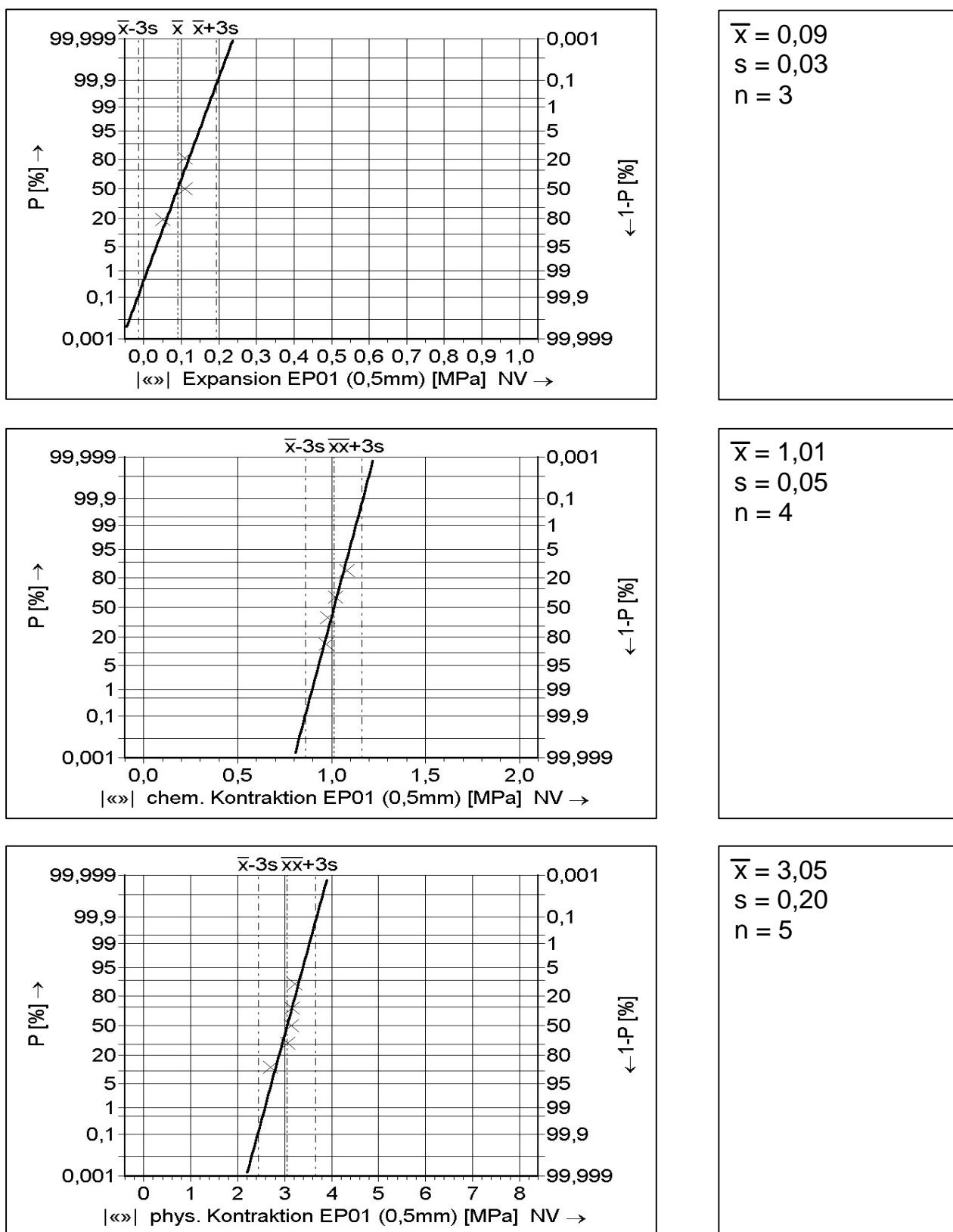
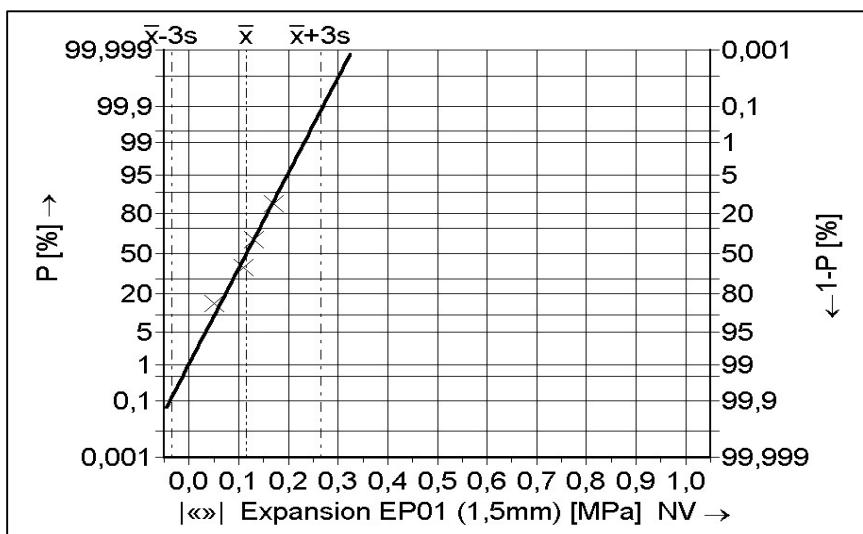
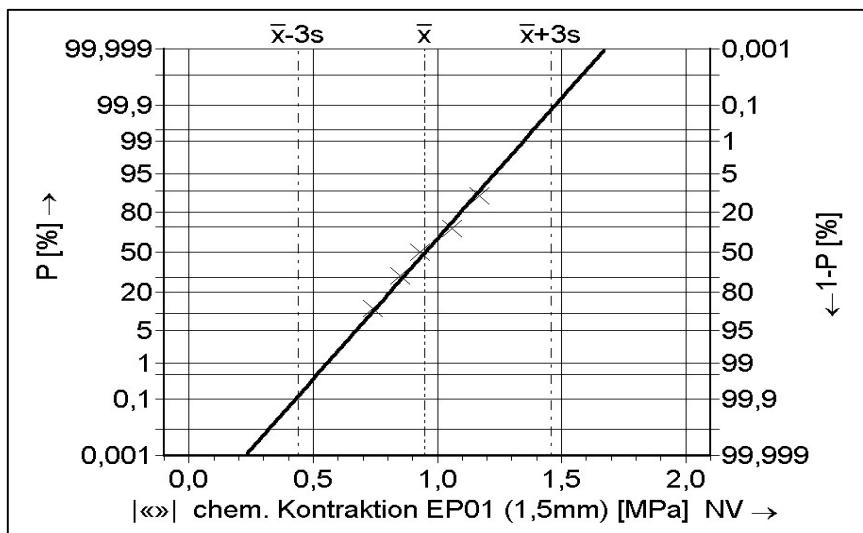


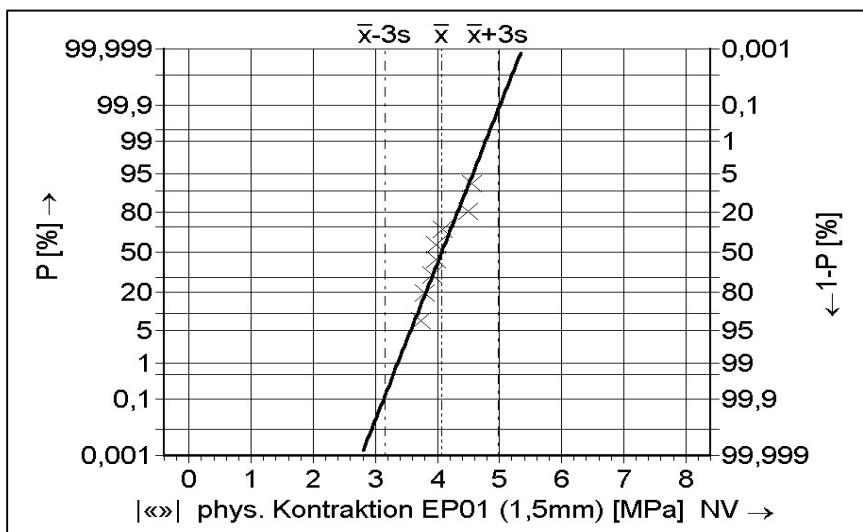
Bild 16-9.8: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
 XB 5103, $d_k=1,5\text{mm}$



$\bar{x} = 0,12$
 $s = 0,05$
 $n = 4$

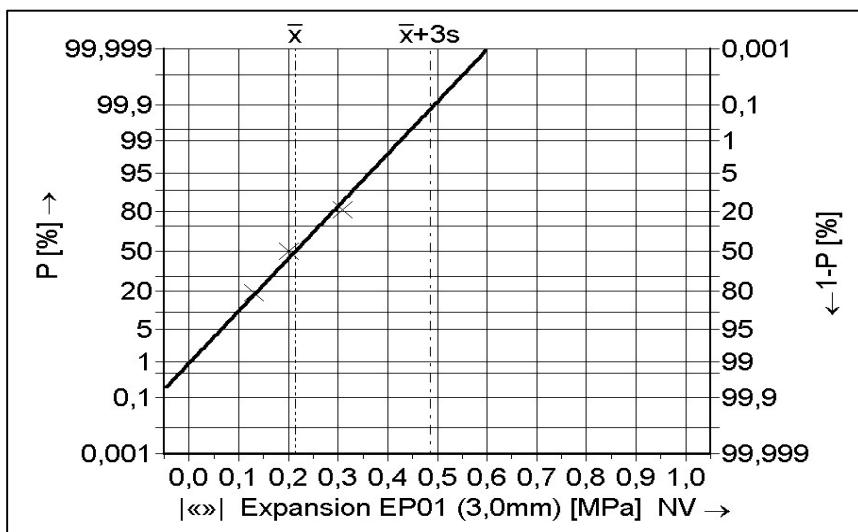


$\bar{x} = 0,95$
 $s = 0,17$
 $n = 5$

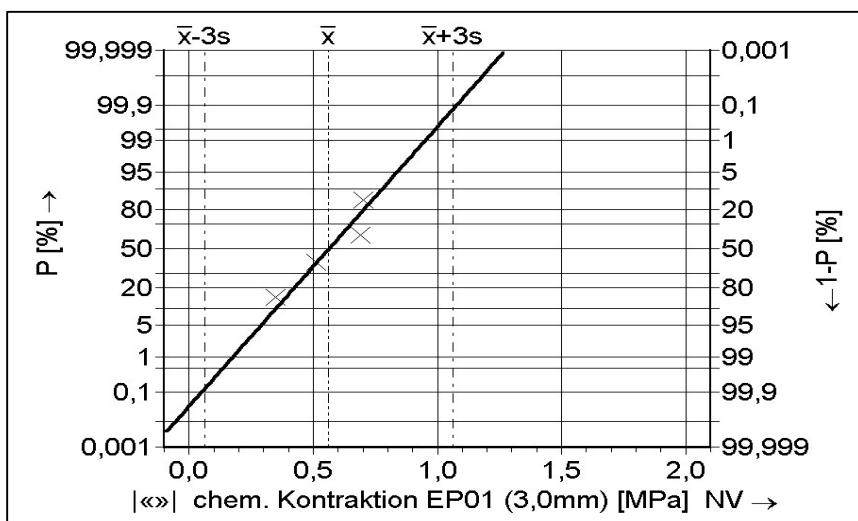


$\bar{x} = 4,07$
 $s = 0,30$
 $n = 8$

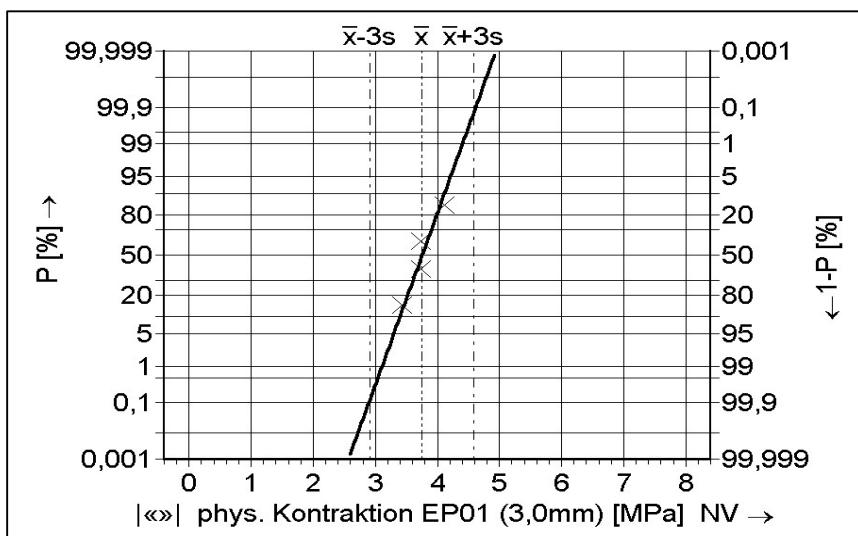
Bild 16-9.9: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
XB 5103, $d_k=3,0\text{mm}$



$\bar{x} = 0,21$
 $s = 0,09$
 $n = 3$

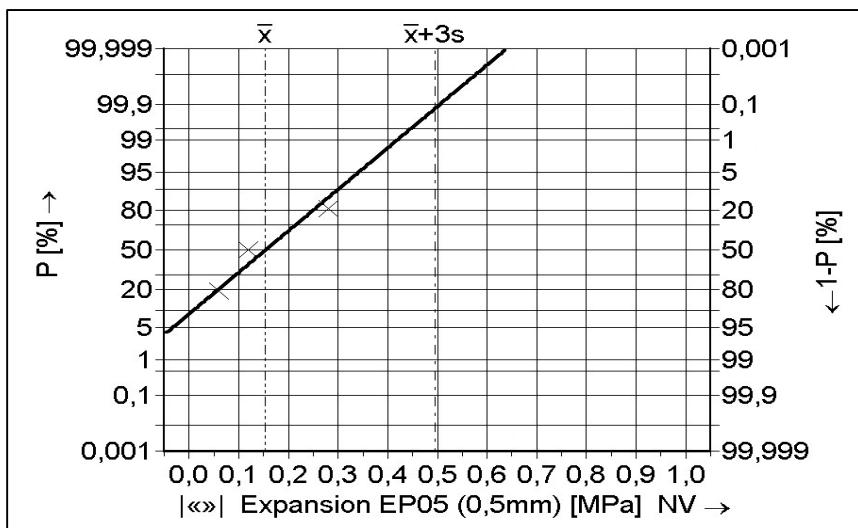


$\bar{x} = 0,56$
 $s = 0,17$
 $n = 4$

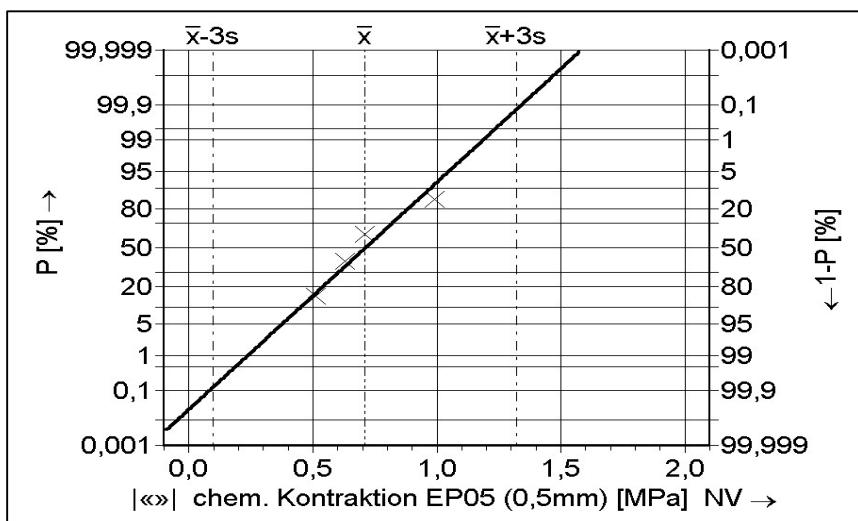


$\bar{x} = 3,75$
 $s = 0,28$
 $n = 4$

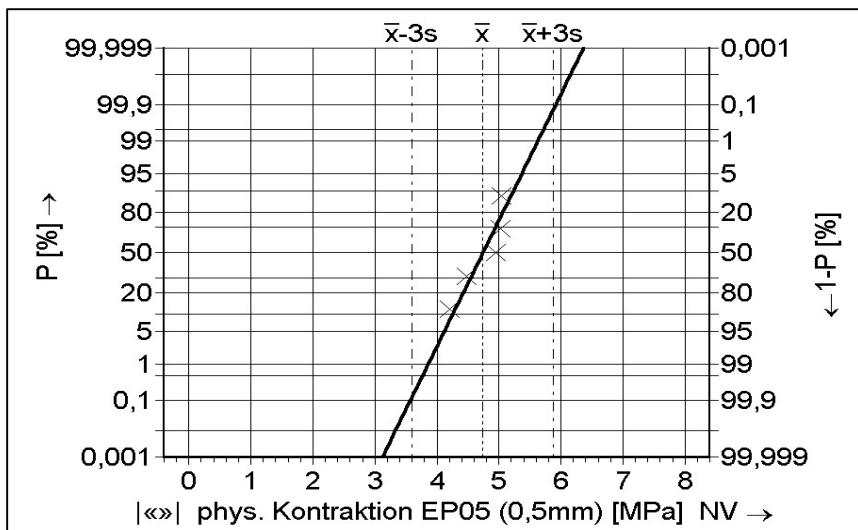
Bild 16-9.10: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
XD 4600, $d_k=0,5\text{mm}$



$\bar{x} = 0,15$
 $s = 0,11$
 $n = 3$

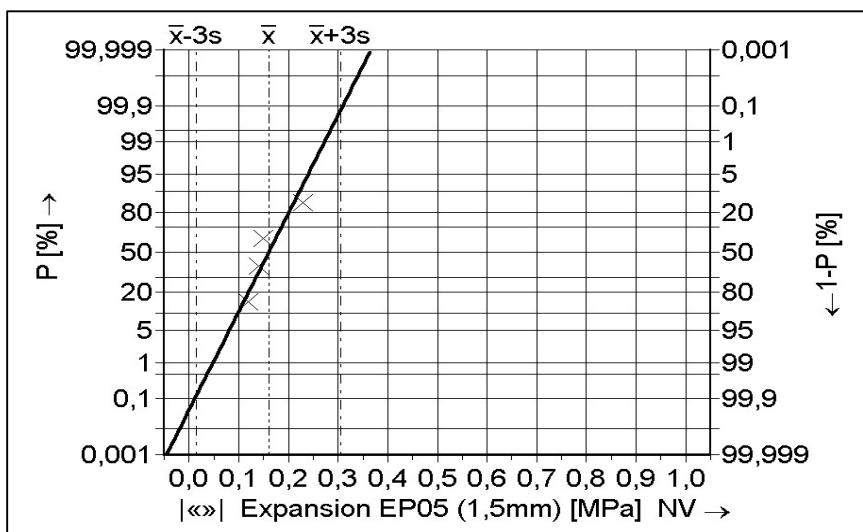


$\bar{x} = 0,71$
 $s = 0,20$
 $n = 4$

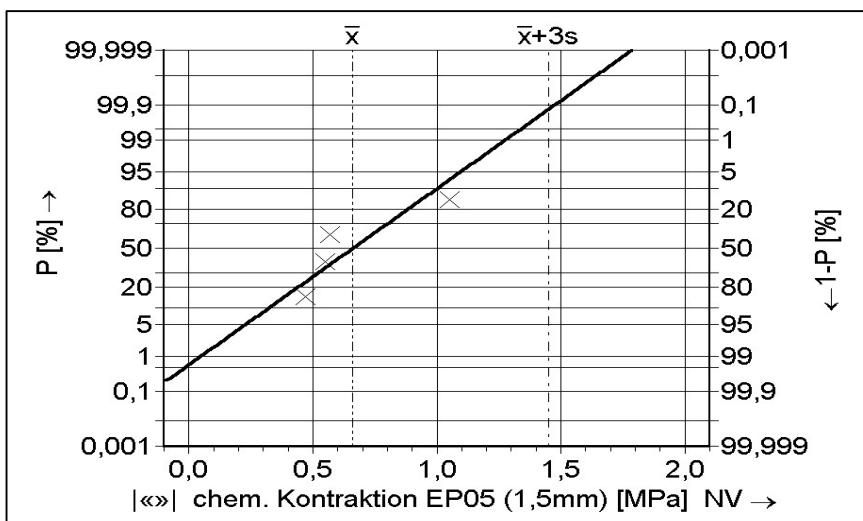


$\bar{x} = 4,74$
 $s = 0,38$
 $n = 5$

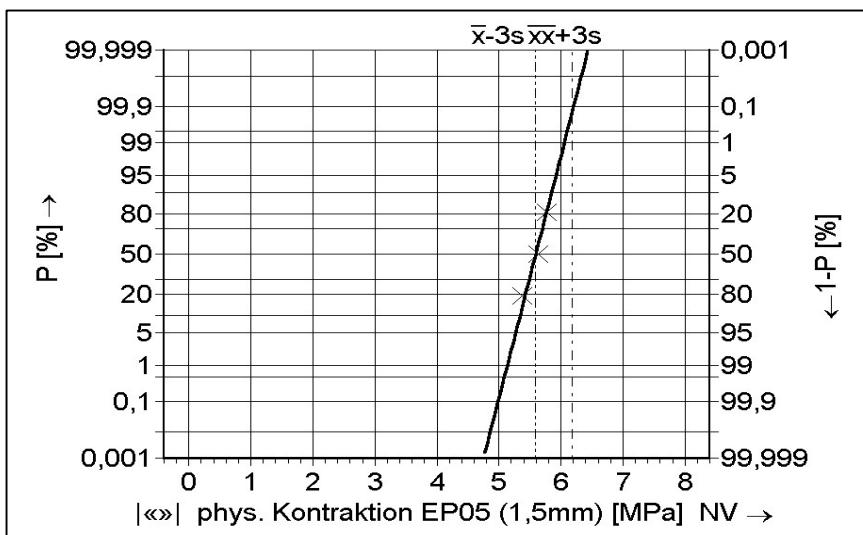
Bild 16-9.11: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
 XD 4600, $d_k=1,5\text{mm}$



$\bar{x} = 0,16$
 $s = 0,05$
 $n = 4$



$\bar{x} = 0,66$
 $s = 0,26$
 $n = 4$



$\bar{x} = 5,59$
 $s = 0,20$
 $n = 3$

Bild 16-9.12: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
XD 4600, $d_k=3,0\text{mm}$

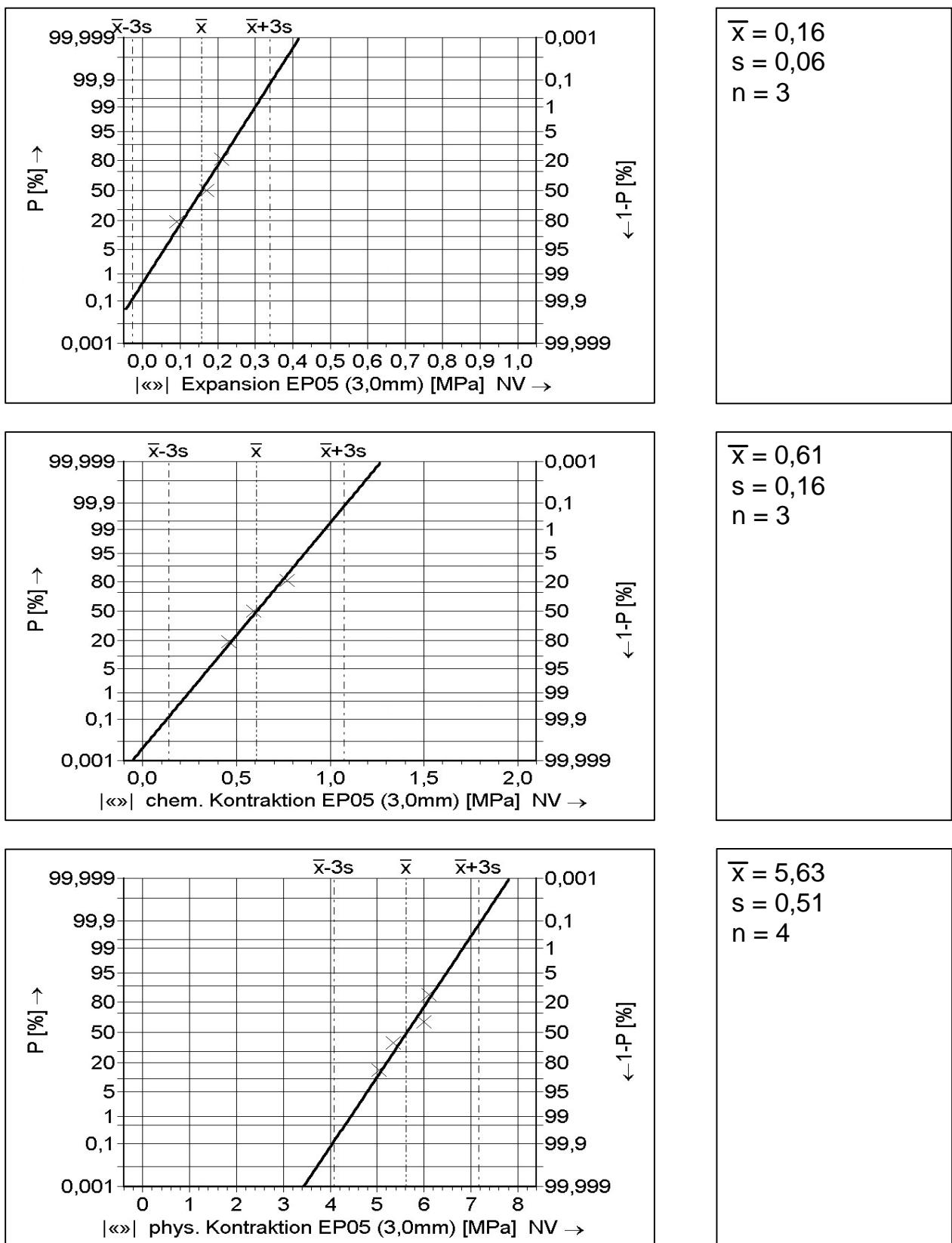


Bild 16-9.13: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
 Betamate 1496, $d_k=0,5\text{mm}$

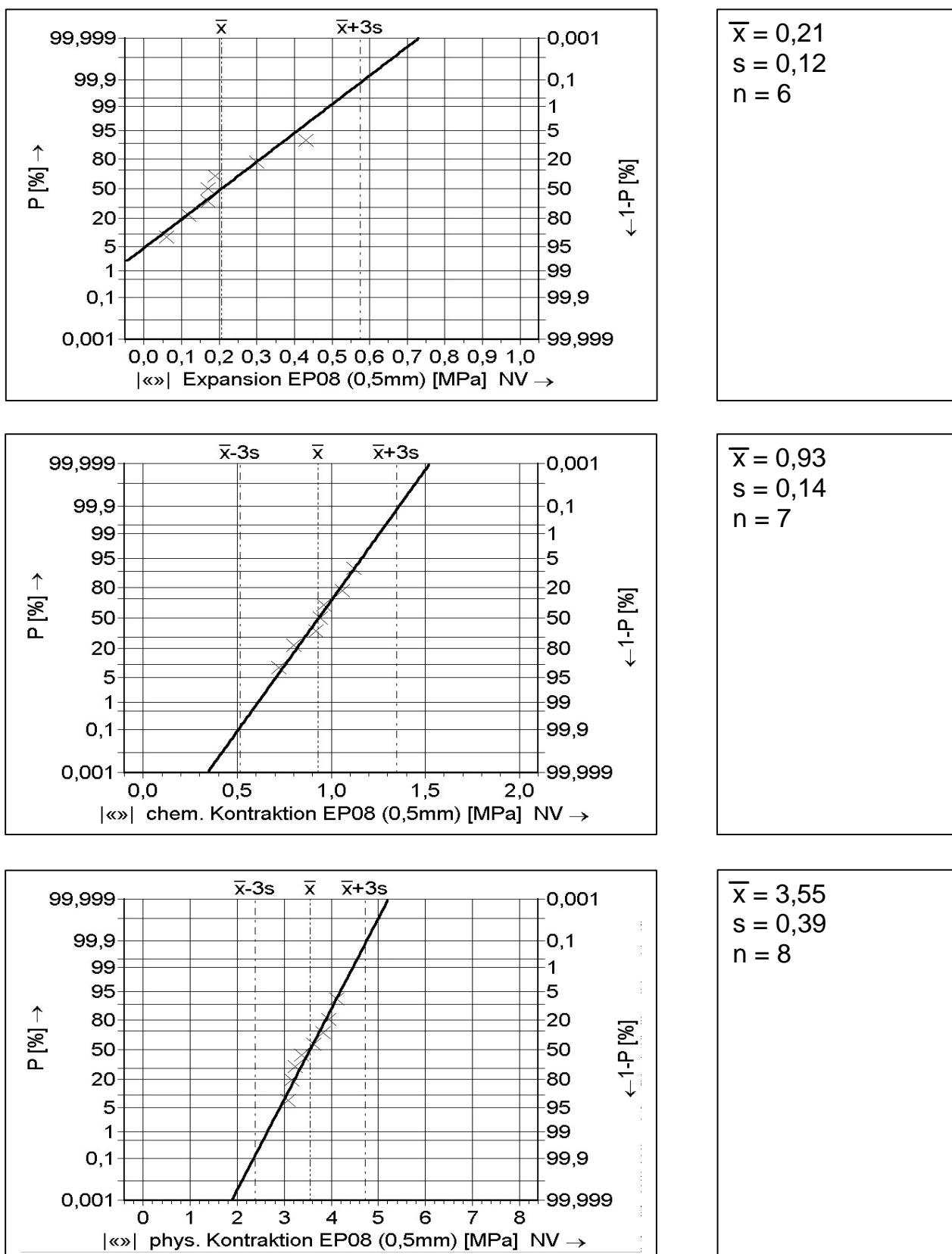
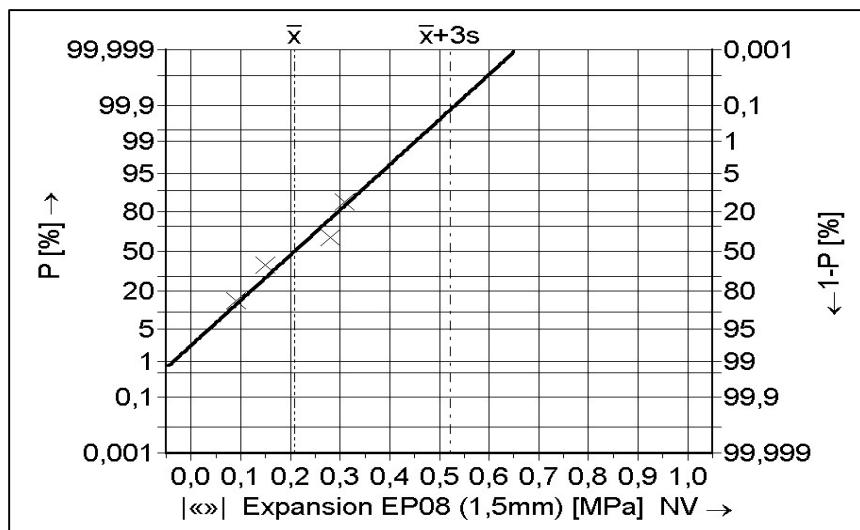
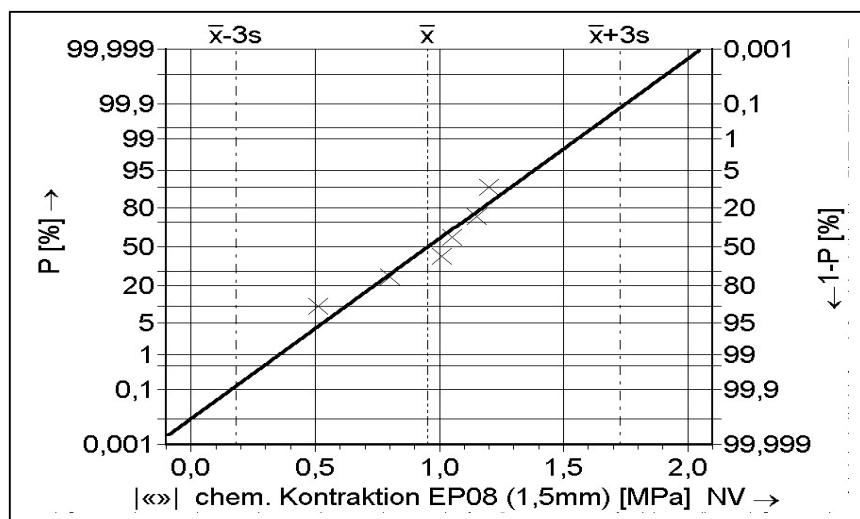


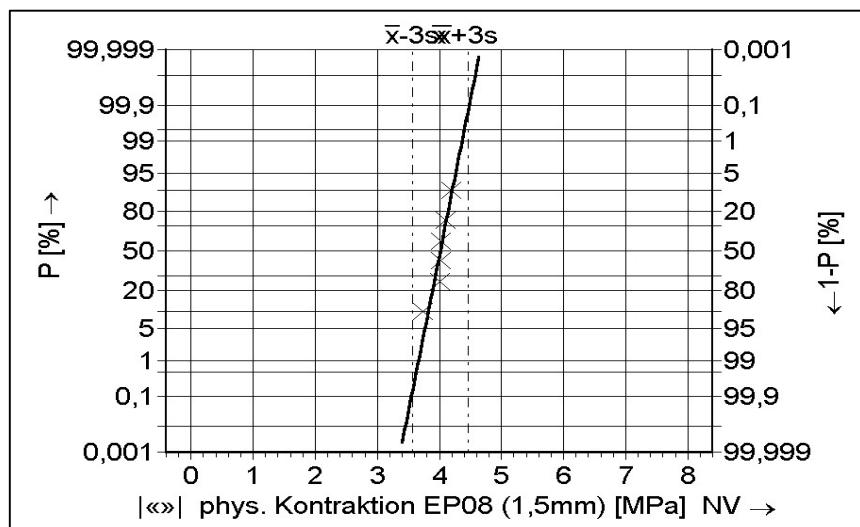
Bild 16-9.14: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
 Betamate 1496, $d_k=1,5\text{mm}$



$\bar{x} = 0,21$
 $s = 0,10$
 $n = 4$



$\bar{x} = 0,88$
 $s = 0,30$
 $n = 5$



$\bar{x} = 4,01$
 $s = 0,15$
 $n = 6$

Bild 16-9.15: Statistische Auswertung - Spannungsmessung
 Betamate 1496, $d_k=3,0\text{mm}$

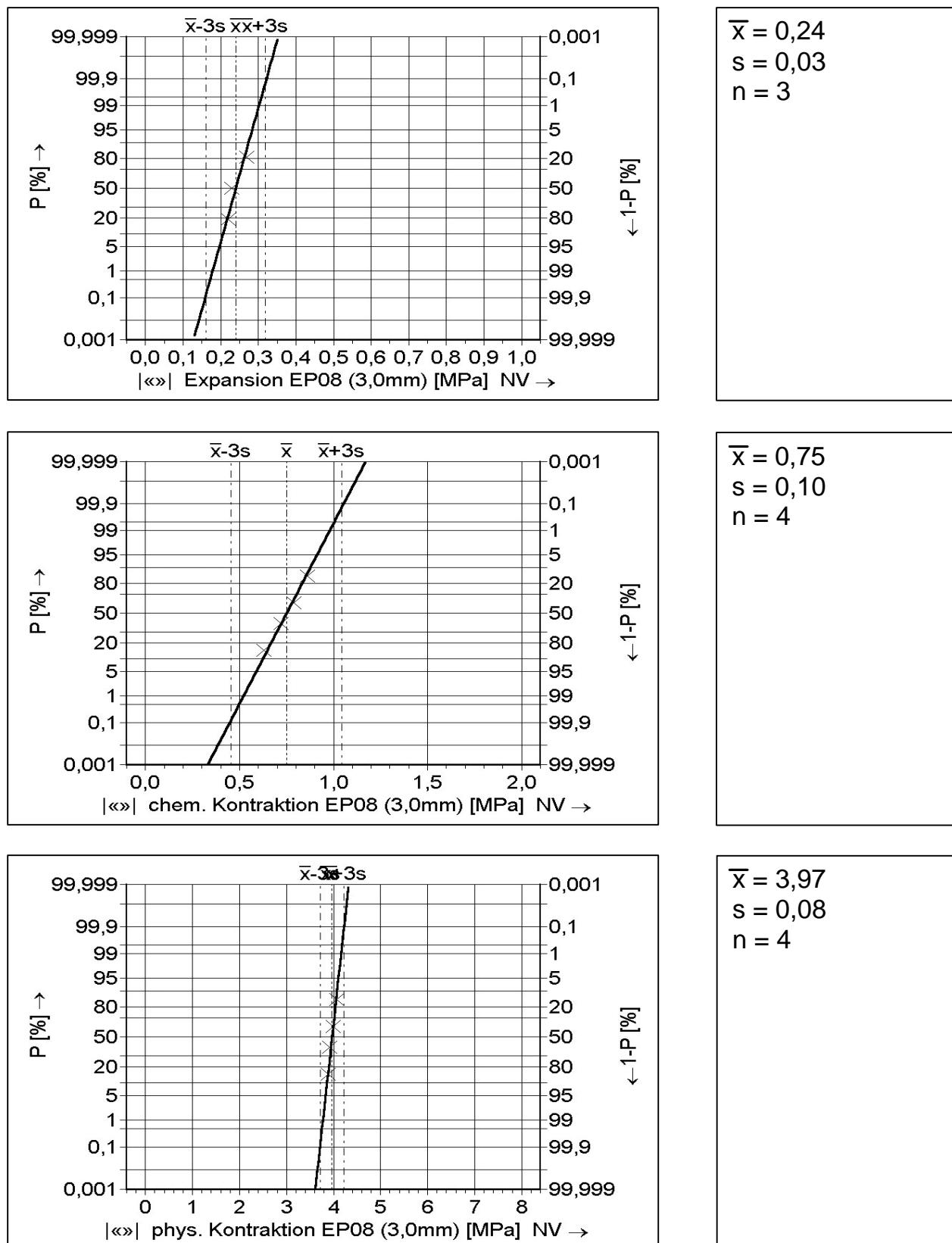


Bild 16-12.1: Feuchteaufnahme Betamate 1496 unbeh ($d_k = 0,75\text{mm}$)
AA 6016 – alkalisch gereinigt

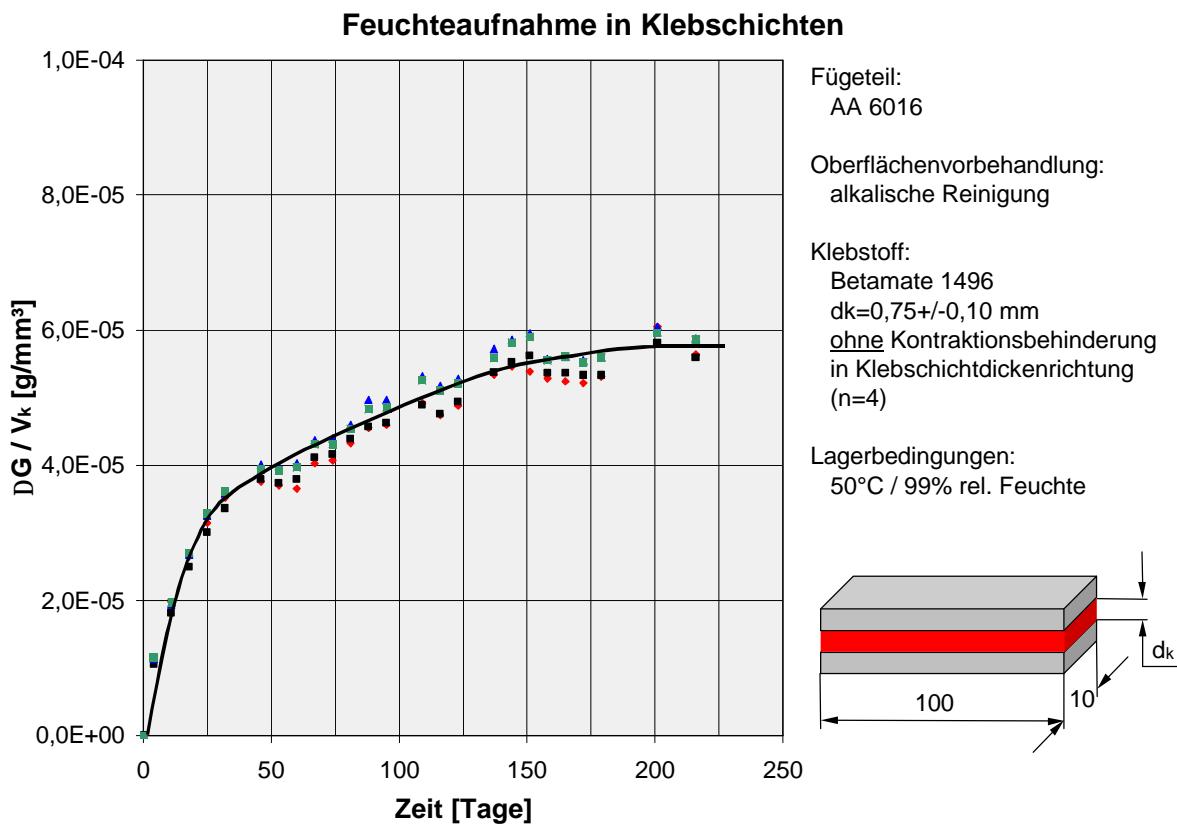


Bild 16-12.2: Feuchteaufnahme Betamate unbeh ($d_k = 2,05\text{mm}$)
AA 6016 – alkalisch gereinigt

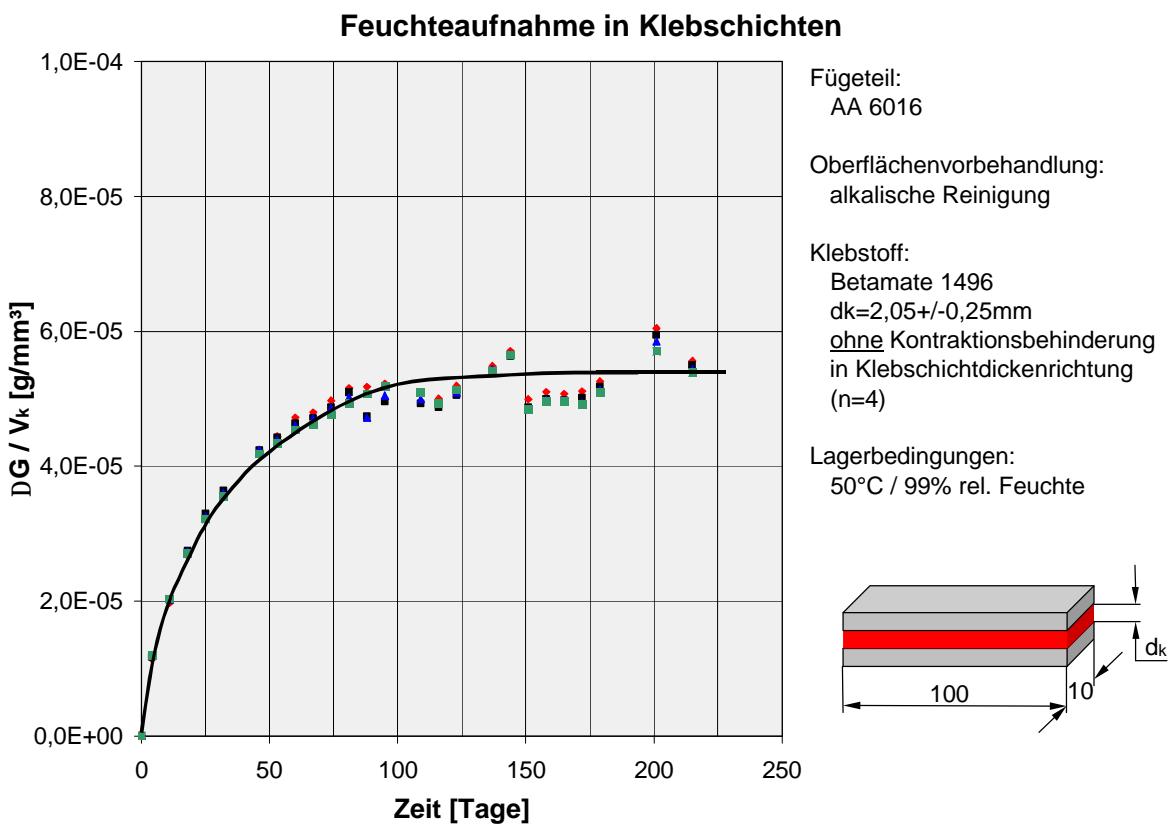


Bild 16-12.3: Feuchteaufnahme Betamate 1496 unbeh ($d_k = 2,8\text{mm}$)
AA 6016 – alkalisch gereinigt

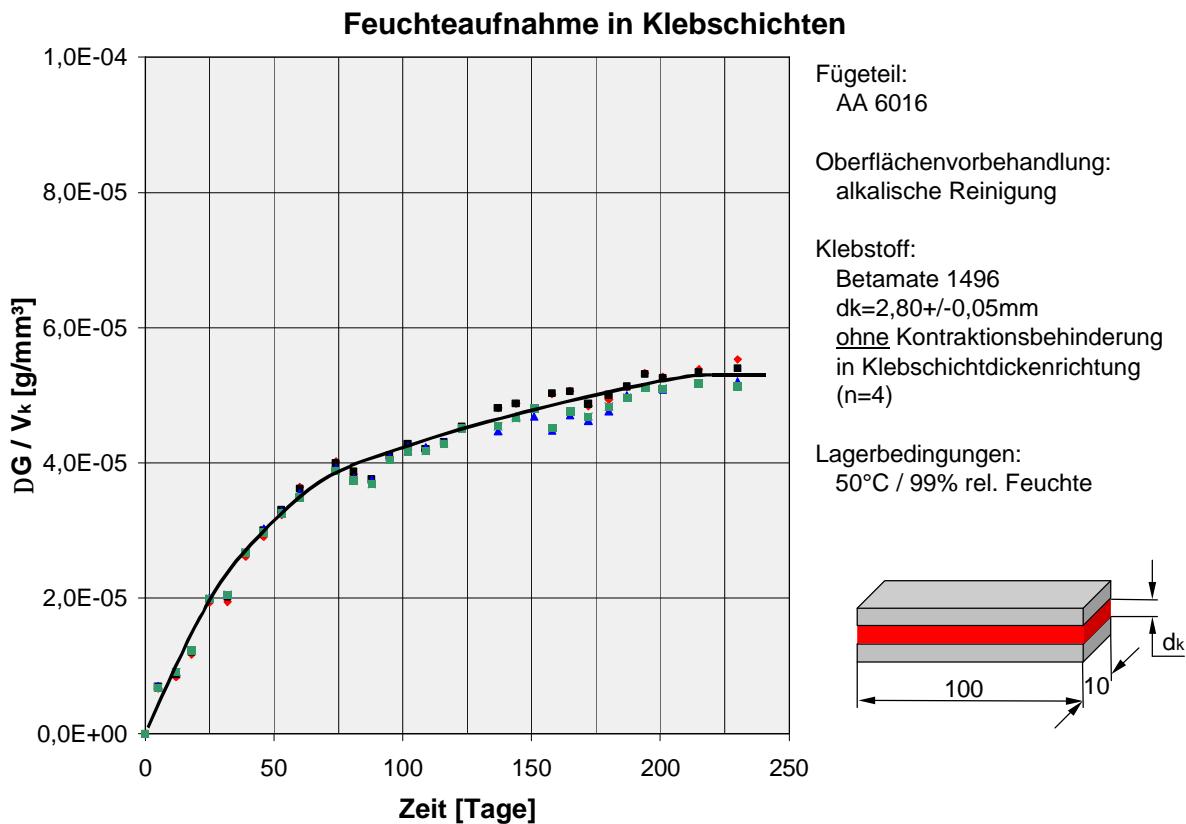


Bild 16-12.4: Feuchteaufnahme Betamate 1496 unbeh ($d_k = 3,1\text{mm}$)
AA 6016 – alkalisch gereinigt

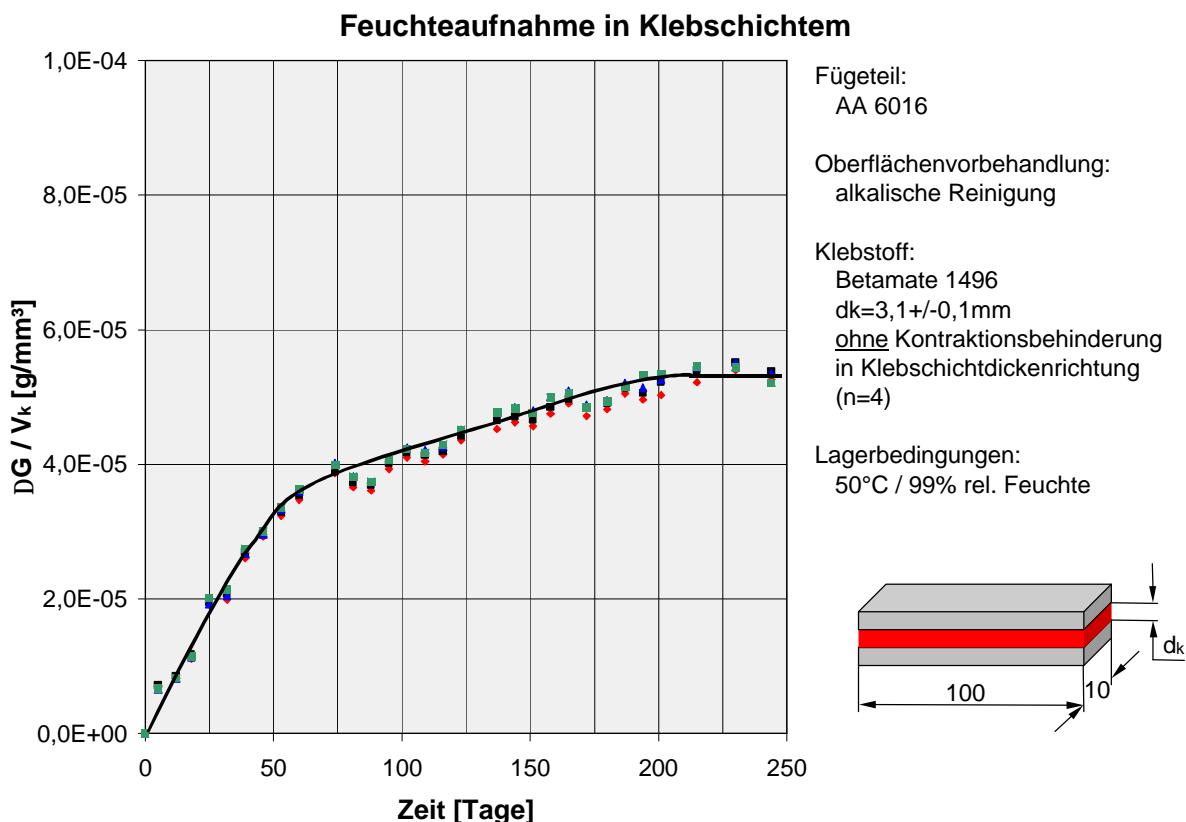


Bild 16-12.5: Feuchteaufnahme Betamate 1496 beh ($d_k = 0,2\text{mm}$)
AA 6016 – alkalisch gereinigt

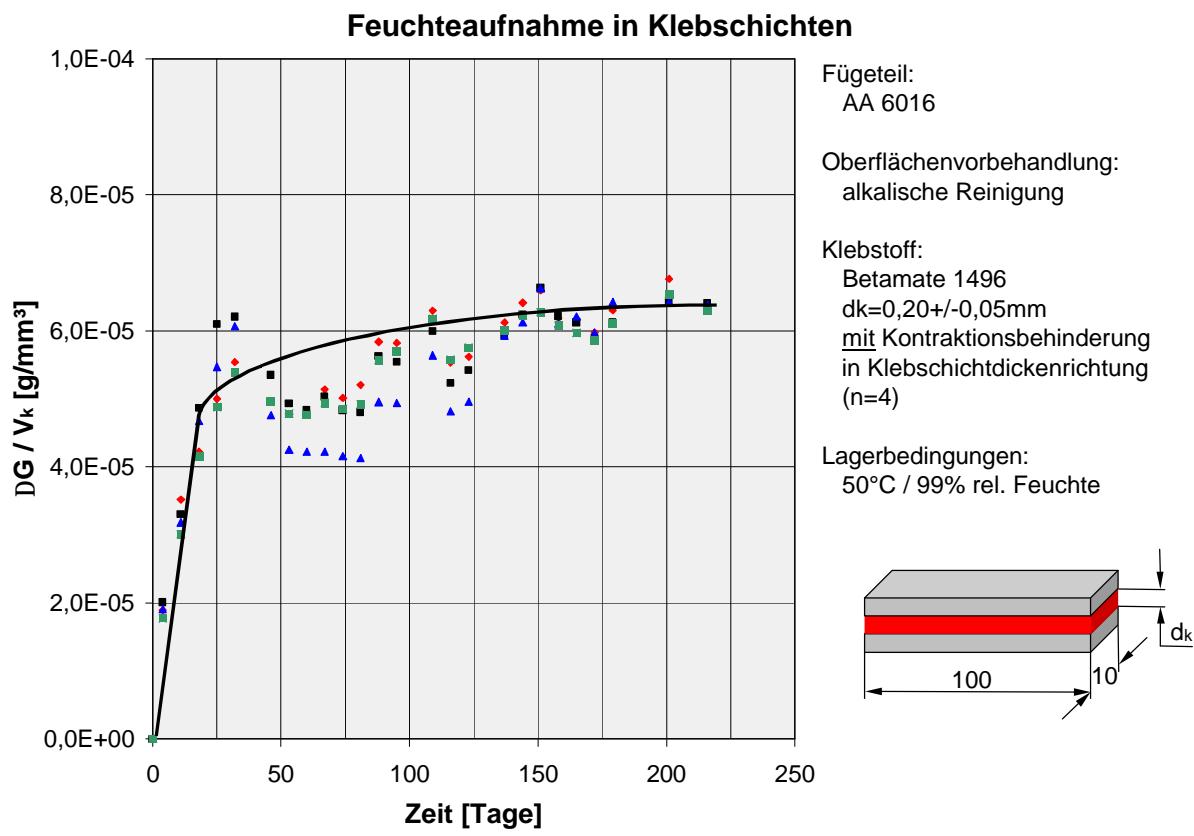


Bild 16-12.6: Feuchteaufnahme Betamate 1496 beh ($d_k = 2,05\text{mm}$)
AA 6016 – alkalisch gereinigt

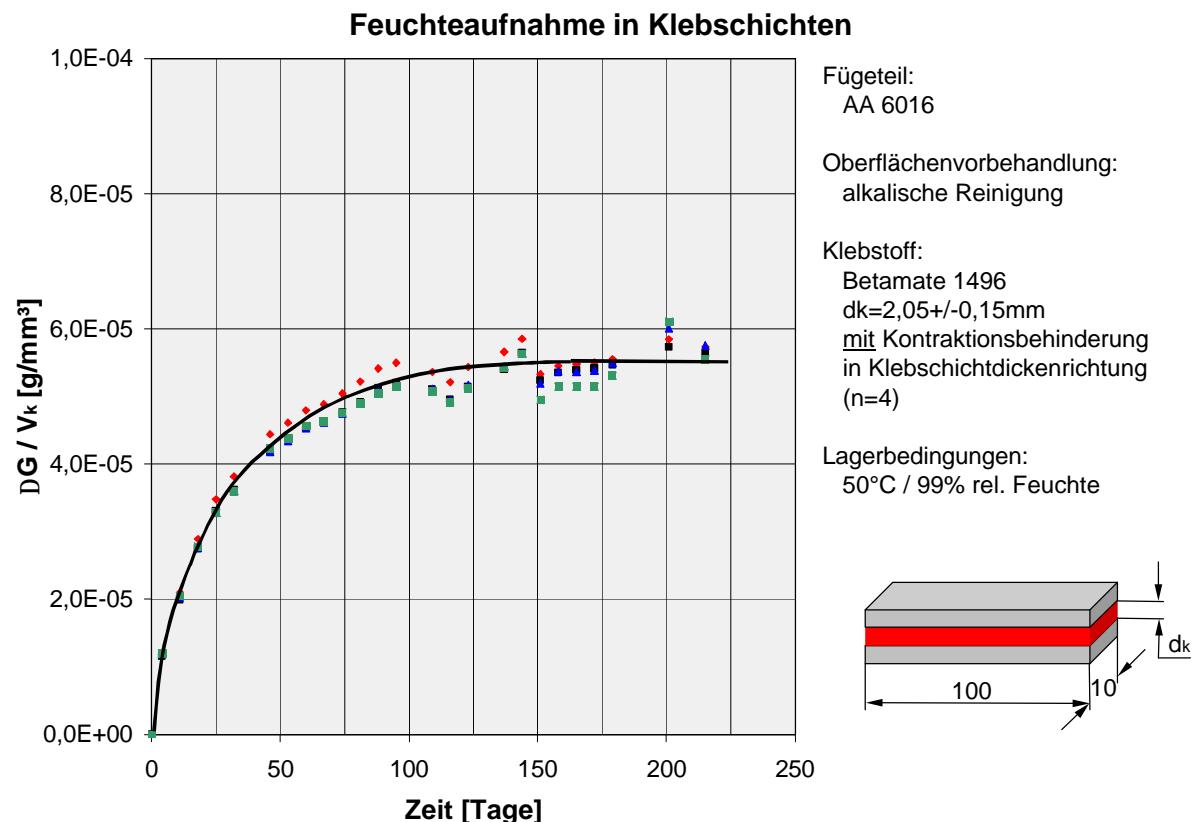


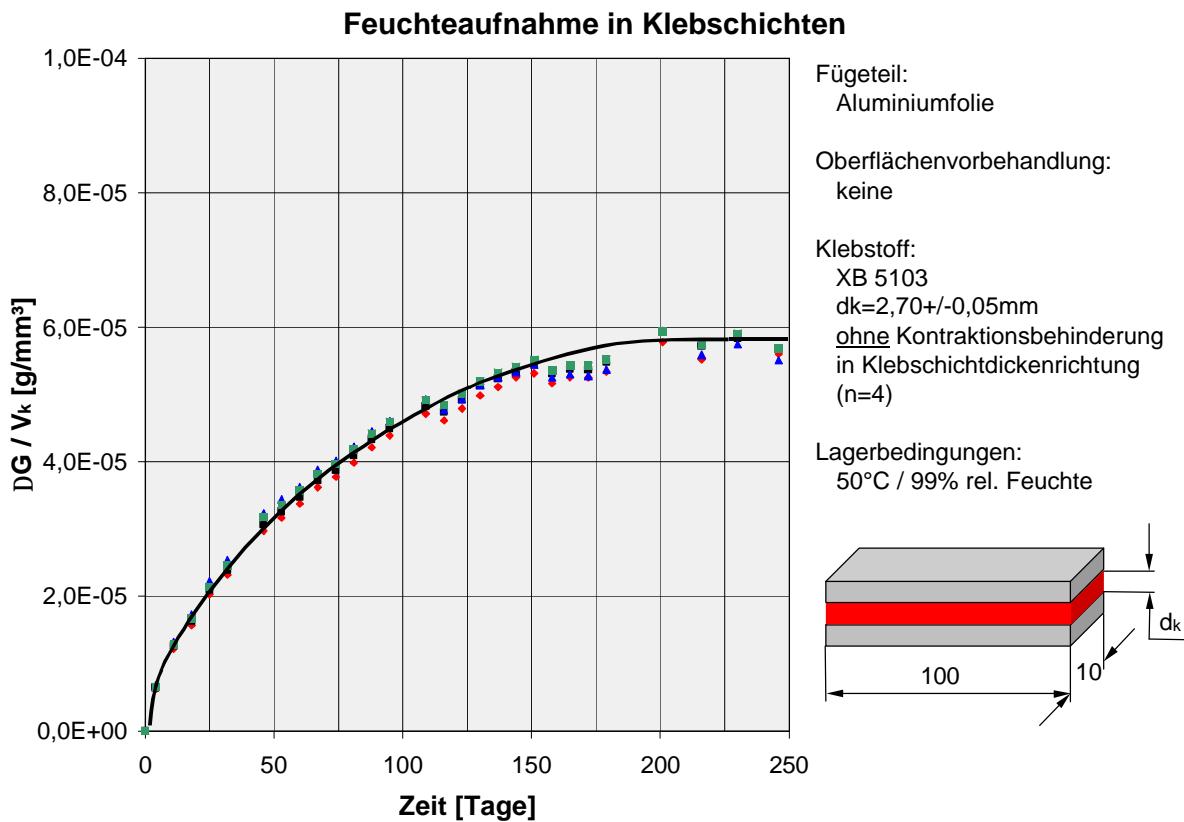
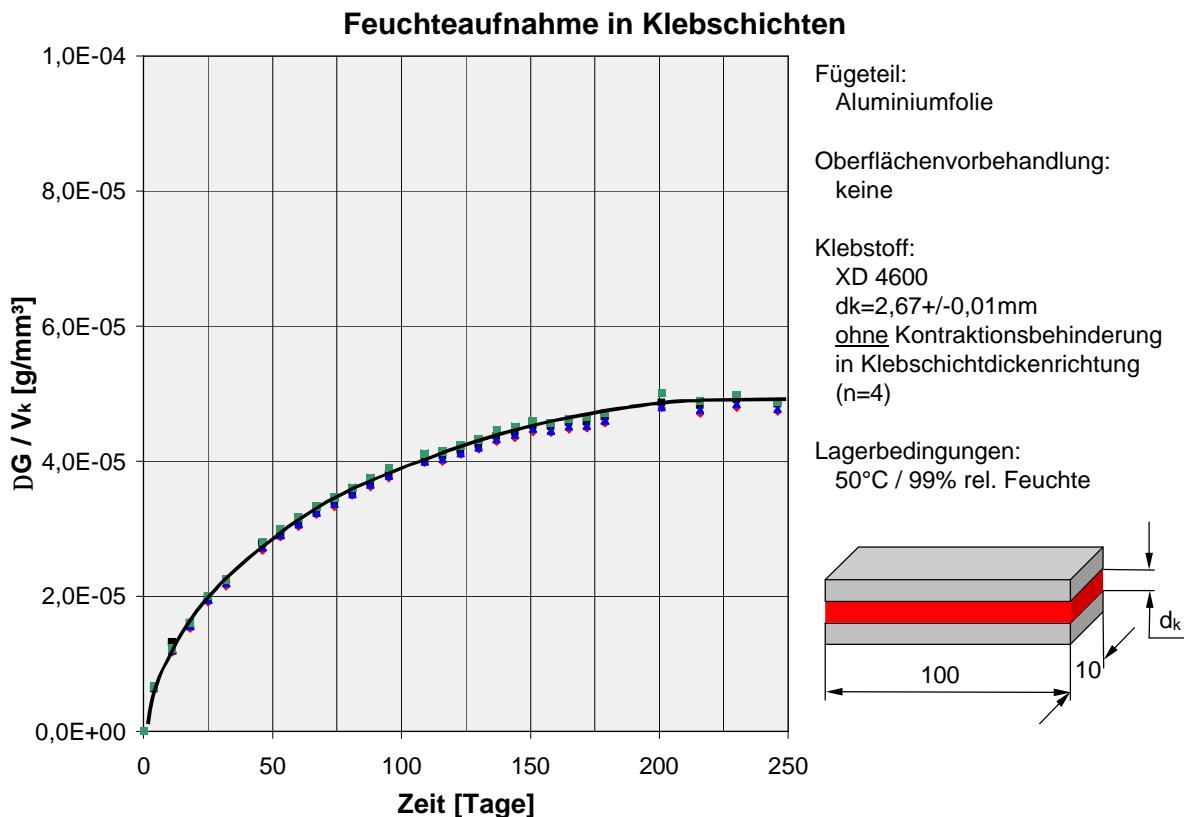
Bild 16-12.7: Feuchteaufnahme XB 5103 (Aluminiumfolie)**Bild 16-12.8: Feuchteaufnahme XD 4600 (Aluminiumfolie)**

Bild 16-12.9: Feuchteaufnahme Betamate 1496 (Aluminiumfolie)