Transparente Epoxidharzklebstoffe für Glas-Metall-Verbindungen

Band 1

Transparent Epoxy Resin Adhesives
for Use in Glass-to-Metal Joints

Volume 1

An der Fakultät Bauingenieurwesen
der Technischen Universität Dresden
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.) genehmigte

Dissertation

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Jan Wünsch
geboren am 29.01.1975 in Dresden

Erster Gutachter	Prof. Dr.-Ing. Bernhard Weller Technische Universität Dresden
Zweiter Gutachter	Prof. Dr.-Ing. Prof. h.c. Stefan Böhm Universität Kassel
Dritter Gutachter	Prof. Dr.-Ing. Stefan Reich Hochschule Anhalt
Tag der Verteidigung	13.06.2017

Bibliografische Information der Deutschen Bibliothek
Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.ddb.de abrufbar.

Jan Wünsch
Transparente Epoxidharzklebstoffe für Glas-Metall-Verbindungen. Band 1.

Dissertation. Dresden: Technische Universität, 2017

© 2017 Jan Wünsch

Technische Universität Dresden
Fakultät Bauingenieurwesen
Institut für Baukonstruktion
D-01062 Dresden

Telefon +49 351 463 34845
Telefax +49 351 463 35039

www.bauko.bau.tu-dresden.de

Daniela, meinen Kindern und meinen Eltern

Vorwort

Diese Arbeit ist während meiner Tätigkeit am Institut für Baukonstruktion der Technischen Universität Dresden entstanden. Die umfangreichen Untersuchungen wurden durch eine Förderung des Bundesministeriums für Bildung und Forschung, vertreten durch den Projektträger Jülich, innerhalb der InnoProfile-Initiative GLASKONNEX ermöglicht.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Professor Bernhard Weller für die Begleitung dieser Arbeit, für den fachlichen Beistand und für die konstruktiven Diskussionen.

Ebenso danke ich Herrn Professor Stefan Böhm und Herrn Professor Stefan Reich für die fachliche Unterstützung und ihre Bereitschaft als Gutachter zu fungieren.

Weiterhin möchte ich all meinen Kollegen danken, die mir während der Erstellung dieser Arbeit stets ein kollegiales und freundschaftliches Arbeitsklima boten.

Dresden, Dezember 2017

Jan Wünsch

Kurzfassung

Lastabtragende Klebverbindungen stellen im Konstruktiven Glasbau einen wesentlichen Forschungsgegenstand der vergangenen Jahre dar. Getrieben von gestalterischen Gesichtspunkten sind dabei die transparenten Klebstoffe von besonderem wissenschaftlichem und wirtschaftlichem Interesse. Die vorliegende Arbeit widmet sich ausschließlich der Klebstoffgruppe der zweikomponentigen Epoxidharze, da diese im Konstruktiven Glasbau bisher kaum Beachtung finden. Detaillierte Informationen zu den Eigenschaften und zum Verhalten fehlen fast vollständig und werden innerhalb der vorliegenden Arbeit geschaffen.

Die durchgeführten Untersuchungen gliedern sich in die Untersuchungen zur Wahl eines geeigneten Epoxidharzes, in die Untersuchungen der Verarbeitungsbedingungen und in die Charakterisierung der optimierten Klebverbindung. Ferner wurden auch konstruktive Maßnahmen zum Schutz der Klebschicht in die Untersuchungen eingebunden. Innerhalb des Untersuchungsprogramms wurde großer Wert auf eine ausgewogene Gewichtung unterschiedlicher Kriterien gelegt.

In die engere Auswahl kamen acht Epoxidharzklebstoffe, die grundlegend untersucht und analysiert wurden. Im Ergebnis konnte ein vielversprechender Klebstoff ausgewählt werden. Die weiterführenden Untersuchungen zu den Verarbeitungsbedingungen hatten die Optimierung des Eigenschaftsprofils zum Ziel. Sowohl die thermische Stabilität des Klebstoffs als auch das Anfangs- und das Restbruchverhalten der Glas-Metall-Verbindungen konnten nennenswert verbessert werden. Ebenso wurde die Wirksamkeit der konstruktiven Schutzmaßnahmen erfolgreich nachgewiesen. Aus den Ergebnissen und deren Wertung konnten abschließend Handlungsempfehlungen für den Einsatz transparenter Epoxidharze in Glastragwerken abgeleitet werden. Die sich nach den eigenen Untersuchungen ergebenden, weiteren offenen wissenschaftlichen Fragestellungen und deren zugehöriger Forschungsbedarf werden am Ende ebenfalls erörtert.

Die vorliegende Arbeit liefert erstmals umfangreiche Daten über die Eigenschaften und das Verhalten der transparenten Epoxidharzklebstoffe. Die nachgewiesenermaßen hohe Leistungsfähigkeit lässt auf eine vermehrte Anwendung im Konstruktiven Glasbau in der näheren Zukunft hoffen.

Summary

The use of load-bearing adhesive joints in the glass structures have been in the focus of research throughout the last years. Due to design aspects, the transparent adhesives are of particular scientific and economic interest. This thesis is exclusively devoted to the group of the two-component epoxy resin adhesives, since these have hardly been taken into account in the glass technology sector up to now. Detailed information on their characteristics and their behavior were not known so far, but are now generated within this thesis.

The executed investigations are divided into the investigations to find a suitable epoxy resin adhesive, the studies of its processing conditions, and the characterization of the optimized adhesive joint. Part of the investigations are also protective measures for the adhesive layer. Within the investigation program, great emphasis was placed on a balanced weighting of different criteria.

Eight epoxy resin adhesives were short-listed, and thoroughly investigated and analyzed. As result, one promising adhesive could be selected. Further investigations of the processing conditions aimed at the optimization of the property profile. Both the thermal stability of the adhesive as well as the initial strength and the residual strength after artificial aging of the glass-to-metal joints could be improved significantly. The effectiveness of the constructional protective measures has also been successfully proved. Based on the investigation results and their evaluation, concluding recommendations for the use of transparent epoxy resin adhesives in glass structures are given. Further open scientific questions and their associated domains for further research, which were derived from the thesis, are discussed in the end, as well.

This thesis provides extensive data on the characteristics and the behavior of transparent epoxy resins for the first time. Their proven high capability paves the way for an increased use within innovative glass structures in the near future.

Inhalt

1	**Einleitung**	**1**
2	**Struktur und Verhalten von Polymeren**	**13**
2.1	Molekulare Struktur	13
2.1.1	Grundlagen	13
2.1.2	Einordnung der molekularen Struktur	16
2.2	Thermomechanische Eigenschaften	18
2.2.1	Zustandsbereiche und Zustandsänderungen	18
2.2.2	Verhalten elastomerer Dicht- und Klebstoffe	24
2.2.3	Verhalten thermoplastischer Materialien	25
2.2.4	Verhalten duroplastischer Klebstoffe	27
2.3	Verformungsverhalten	30
2.3.1	Grundlagen des Verformungsverhaltens	30
2.3.2	Zeit- und Temperaturabhängigkeit	33
2.3.3	Verhalten elastomerer Dicht- und Klebstoffe	34
2.3.4	Verhalten thermoplastischer Materialien	36
2.3.5	Verhalten duroplastischer Klebstoffe	38
2.3.6	Besonderheiten gefüllter Dicht- und Klebstoffe	41
3	**Untersuchungsprogramm**	**44**
3.1	Allgemeines	44
3.2	Untersuchte Epoxidharzklebstoffe	44
3.2.1	Grundlagen	44
3.2.2	Zweikomponentige Epoxidharzklebstoffe	46
3.2.3	Versuchsklebstoffe und Aushärtebedingungen	48
3.3	Kalk-Natronsilikatglas	50
3.3.1	Grundlegende Eigenschaften	50
3.3.2	Zusammensetzung und Struktur	51
3.3.3	Herstellung von Flachglas	54
3.3.4	Prozess der thermischen Vorspannung	56
3.3.5	Besonderheiten der Versuchsgläser	58
3.4	Nichtrostende austenitische Stähle	62
3.4.1	Grundlagen	62
3.4.2	Zusammensetzung	62
3.4.3	Grundlegende Eigenschaften	63
3.4.4	Verarbeitbarkeit	64
3.4.5	Werkstoffauswahl	65
3.5	Anforderungsprofil	66
3.5.1	Anwendungsszenario	66
3.5.2	Ableitung von Anforderungen	73
3.5.3	Beständigkeit gegen Umwelteinflüsse	77
3.6	Übersicht der experimentellen Arbeiten	79
3.6.1	Vorgehen	79

3.6.2 Untersuchungsprogramm zur Klebstoffauswahl 80
3.6.3 Optimierung der Verarbeitungsbedingungen 80
3.6.4 Charakterisierung der Klebverbindung 82

4 Analyse- und Untersuchungsmethoden 84
4.1 Einführung 84
4.2 Thermische Analysemethoden 84
4.2.1 Dynamisch-mechanische Analyse 84
4.2.2 Dynamische Differenzkalorimetrie 89
4.3 Mechanische Prüfungen 96
4.3.1 Bestimmung von Zugeigenschaften 96
4.3.2 Bestimmung von Druckeigenschaften 104
4.3.3 Untersuchung an in-situ-Prüfkörpern 106
4.4 UV-Vis-Spektrometrie 113
4.5 Visuelle Beurteilung 116
4.6 Kontaktwinkelmessung 120
4.7 Methoden der Umweltsimulation 125
4.7.1 Einleitung 125
4.7.2 Kondenswasser-Konstantklima (FEU) 126
4.7.3 Gemäßigte Reinigungsmittelbeanspruchung (GEM) 127
4.7.4 Klimawechselbeanspruchung (KLI) 128
4.7.5 Korrosionsprüfung (KOR) 130
4.7.6 Reinigungsmittelbeanspruchung (REI) 130
4.7.7 Kondenswasser-Wechselklimaprüfung mit Schwefeldioxid enthaltender Atmosphäre (SO2) 131
4.7.8 SUNTEST (SUN) 132
4.7.9 Beanspruchung mit hoher Temperatur (TEM) 133
4.7.10 Beanspruchung mit künstlichem Licht (UV) 133
4.7.11 Beanspruchung mit Wasser (WAS) 135

5 Klebstoffauswahl 136
5.1 Einleitung 136
5.2 Bewertungsverfahren 136
5.2.1 Vorgehen 136
5.2.2 Themenfelder und Qualitätsmerkmale 137
5.2.3 Berechnungsgrundlagen 140
5.2.4 Gewichtung der Qualitätsmerkmale 142
5.3 Klebstoffuntersuchungen 144
5.3.1 Dynamisch-mechanische Analyse der Klebstoffe 144
5.3.2 Zugeigenschaften der Klebstoffe 150
5.4 Untersuchung an In-Situ-Prüfkörpern 158
5.4.1 Stumpf geklebte Zylinderzugproben 158
5.4.2 Lichttechnische Eigenschaften und visuelle Beurteilung des Erscheinungsbilds 168

5.5 Bewertung und Klebstoffauswahl 173

6 Verarbeitungsbedingungen 176
6.1 Klebstoffhärtung 176
6.1.1 Reaktionsabläufe 176
6.1.2 Härtungstemperatur und Reaktionsdauer 178
6.1.3 Experimentelle Untersuchungen 180
6.1.4 Festlegung der Verarbeitungsbedingungen 191
6.2 Oberflächenbehandlung 194
6.2.1 Verwendete Verfahren 194
6.2.2 Oberflächenbehandlung des nichtrostenden Stahls 205
6.2.3 Oberflächenbehandlung des Glases 210

7 Charakterisierung der Klebverbindung 215
7.1 Einsatztemperaturbereich 215
7.2 Klebstoffkennwerte 218
7.2.1 Zugeigenschaften 218
7.2.2 Druckeigenschaften 222
7.3 Stumpf geklebte Zylinderzugproben 225
7.4 Konstruktive Schutzmaßnahmen 232
7.4.1 Einsatz von Dichtelementen 232
7.4.2 Einsatz von UV- und UV-Vis-Filtern 237
7.5 Bewertung der Optimierung und der konstruktiven Maßnahmen 246

8 Wertung und Handlungsempfehlungen 250

9 Zusammenfassung 259

10 Literatur 264
10.1 Monographien und Aufsätze 264
10.2 Normen und Richtlinien 274
10.3 Datenblätter und Zulassungen 280

11 Abbildungsnachweis 283

12 Bezeichnungen 285
12.1 Formelzeichen 285
12.2 Abkürzungen 287

1 Einleitung

Hüllende, ausfachende oder tragende Glasscheiben mit punktuellem Lastabtrag finden sich heute in großer Vielfalt in der Fassadentechnik und im Konstruktiven Glasbau. Im Laufe der Zeit haben sich verschiedene Konstruktionsvarianten für punktuelle Haltekonstruktionen herausgebildet. Als Stand der Technik gelten Reib- und Lochleibungsverbindungen. Eine Systematisierung kann nach verschiedenen Gesichtspunkten – nach der Beweglichkeit[1], nach durchdringend oder nicht durchdringend[2], nach der Form des Bohrlochs[3] oder nach dem Wirkprinzip[4] der Verbindung – erfolgen. Schematisch zeigt Bild 1.1 einige punktuelle Haltekonstruktionen für monolithisches Glas, Verbund-Sicherheitsglas und Mehrscheibenisolierglas.[5]

Die punktuelle Lagerung reduziert die Präsenz der Haltekonstruktion auf ein Minimum und fördert hierdurch die Transparenz der Konstruktion als solches. Mit dieser aus architektonischer Sicht zu begrüßenden Reduktion geht aus statischer Sicht eine Konzentration der einwirkenden Kräfte auf wenige punktuelle Auflager einher. Damit verbunden ist die im Vergleich mit einer linienförmig gelagerten Verglasungen inho-

1 Punkthalter können starr, beweglich-elastisch oder beweglich-gelenkig ausgebildet werden. Bei beweglich-elastische Punkthalter sorgen Elastomereinlagen für die Beweglichkeit. Eine Gelenkwirkung wird mithilfe eines Kugelgelenks, eines Kardangelenks oder einer Hammerkopfschraube erzeugt.

2 Zu den durchdringenden Punkthaltern zählen etwa die Tellerhalter und die Senkhalter. Die Eck- und Randklemmhalter durchdringen wie auch die geklebten Punkthalter die Glasebene nicht.

3 Je nach Konstruktion des Punkthalters treten unterschiedliche Formen des Bohrlochs auf. Das Bohrloch kann entweder zylindrisch (Tellerhalter) oder zylindrokonisch (Senkhalter) sein. Für Hinterschnittanker ist auch die Sonderform des zylindrokonisch hinterschnittenen Bohrlochs anzutreffen.

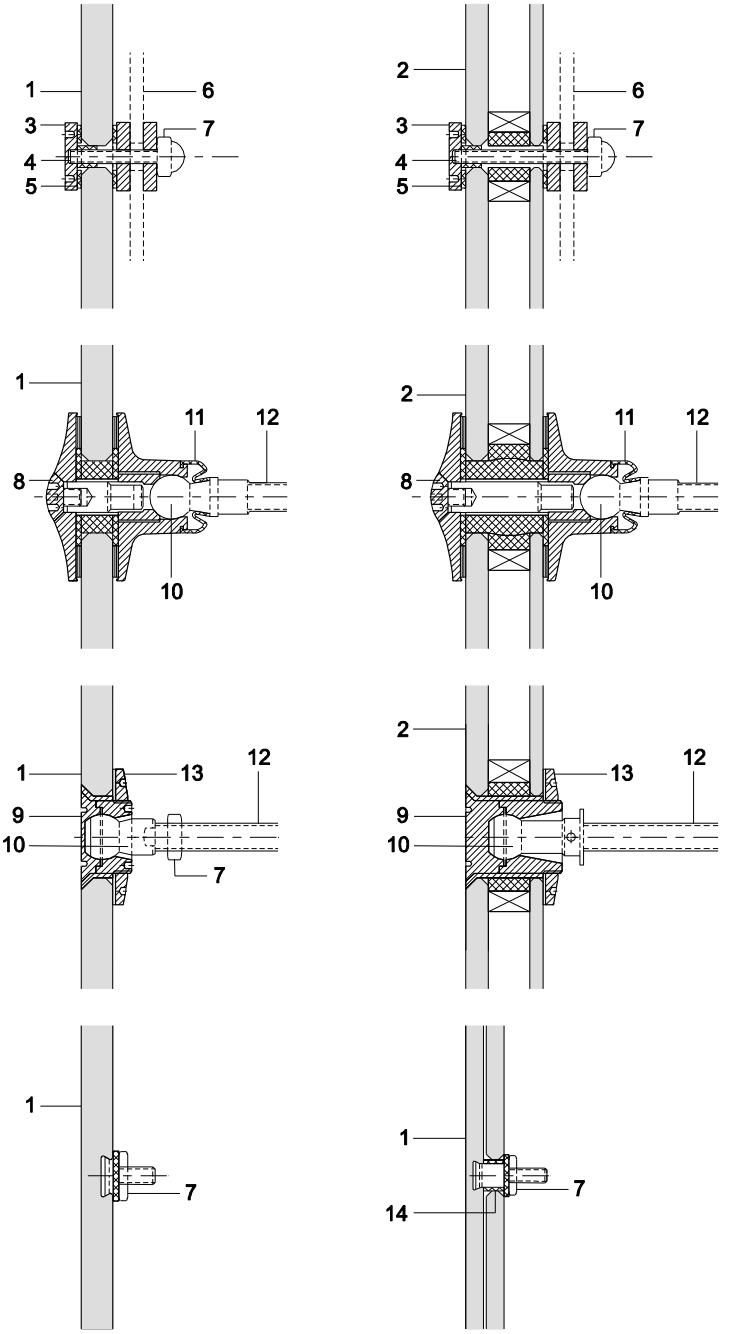
4 Eine Unterteilung erfolgt in formschlüssige, kraftschlüssige und stoffschlüssige Verbindungen. Zu den formschlüssigen Verbindungen gehören beispielsweise die Falzverbindung und die Nut-Feder-Verbindung. In die Gruppe der kraftschlüssigen Verbindungen fallen beispielsweise Schraub- und Klemmverbindungen. Zu den stoffschlüssigen Verbindungen zählen beispielsweise Schweiß- und Klebverbindungen. Neben diesen elementaren Verbindungen gibt es auch kombiniert wirkende Varianten. Vergleiche weiterführend Moro 2009, Band 3, Seite 2 ff., Roth 1996, Band 3, Seite 1 ff., Richtlinie VDI 2232.

5 Für weiterführenden Informationen zu punktuellen Reib- und Lochleibungsverbindungen vergleiche Albrecht 2004, Baitinger 2010, Beyer 2007, Schittich 2006, Schneider 2001, Scheider 2016, B. Siebert 2003, G. Siebert 2012, Techen 1997, Weller 2008, Weller 2013a und Wörner 2001 sowie die Normenreihe DIN 18008.

mogene Spannungsverteilung. Für die Lochleibungsverbindung ist ein Bohrloch unumgänglich. Gerade hier kommt es häufig zu den maßgebenden Spannungskonzentrationen.

Bild 1.1
Punkthalter mit Durchdringung der Glasebene. Dargestellt sind starre Halter (erste Zeile), beweglich-gelenkige Tellerhalter (zweite Zeile), beweglich-gelenkige Senkhalter (dritte Zeile), starre Hinterschnittanker (vierte Zeile). Vergleiche Weller 2008, Seite 68.

1 monolithischen Glas bzw. VSG
2 Mehrscheibenisolierglas
3 Anpressscheibe
4 Gewindebolzen
5 Zwischenlage
6 Unterkonstruktion
7 Mutter
8 Schraube
9 Senkkopf
10 Kugelgelenk
11 Dichtmanschette
12 Gewinde
13 Gewindescheibe
14 Kunstharzinjektion



Geklebte Punkthaltersysteme stellen eine Alternative zu den bisher üblichen Reib- und Lochleibungsverbindungen dar. Eine stoffschlüssige Klebverbindung verzichtet auf die Durchdringung der Glasebene. Neben dem Wegfall der Bohrung kommt es hierdurch zu konstruktiven Erleichterungen. Bei beanspruchungsgerechter Auslegung der Klebverbindung und geeigneter Klebstoffauswahl kann auch die versagensfördernde Spannungskonzentration reduziert werden.



Bild 1.2
Fassadendemonstrator mit starrer Unterkonstruktion. Mittelknoten mit vier geklebten Punkthaltern. Vergleiche C. Kothe 2016.

Punktuell lastabtragende Klebverbindungen wurden bisher nur bei einigen wenigen Bauvorhaben mit Modellcharakter umgesetzt. Als Beispiele sind die Fassaden- und Dachkonstruktion der Römerpassage[6] in Mainz, die Fassaden- und

[6] Die Römerpassage in Mainz ist ein eher unscheinbarer Zweckbau, der ein Einkaufzentrum beherbergt. Die Ladenstraße besitzt eine 68 m lange und 6,3 m breite Überdachung, die stirnseitig durch Fassaden abgeschlossen wird. Das Mehrscheibenisolierglas wird durch geklebte Punkthalter gehalten. Als Klebstoff kommt Silikon zum Einsatz. Die Überkopfverglasung wird an den Enden der Römerpassage zusätzlich zur Klebung durch mechanische Befestigungen gesichert. Darüber hinaus wird das Eigengewicht der Vertikalverglasung durch Klotzung und Glashalter auf die Tragstruktur übertragen. Vergleiche Butzmann 2005, Seite 85 ff., Schadow 2006, Seite 59 ff.

Dachkonstruktion des Museo Würth[7] in Agoncillo (Spanien) oder die Fassade am europäischen Vertriebszentrum der Firma Dow Corning[8] in Feluy (Belgien) zu nennen. Hinzu kommen verschiedene Konzeptstudien und Demonstrationsobjekte zu punktuell geklebten Beschlägen. In erster Linie ist hier der Lehrstuhl für Tragwerklehre[9] an der RWTH Aachen zu nennen, der schon früh den Einsatz von punktuell geklebten Verglasungen erprobte.

Folgt man ausschließlich dem vorab benannten Ziel der homogenen Spannungsverteilung in der Klebschicht und im Glas, dann kommen am ehesten elastische Klebstoffe mit geringer und mittlerer Steifigkeit in die nähere Auswahl. Ein im Glasbau bekanntes Beispiel stellen lastabtragende Silikone, die so genannten Structural Sealants[10], dar. Allerdings kommen die Silikone für einen konzentrierten punktuellen Lastabtrag aufgrund ihrer geringen Festigkeit kaum in Betracht. Flexible Polyurethanklebstoffe[11] sind aus dem Bereich der Automobilverglasung bekannt. Diese Klebstoffe weisen gegenüber den Silikonen eine höhere Steifigkeit und eine höhere Festigkeit auf. Allerdings benötigen sie in der Regel eine beidseitig abgedeckte Klebschicht, da ihnen die

7 Das Museo Würth in Agoncillo beherbergt neben dem Hauptsitz der spanischen Tochtergesellschaft auch die Kunstdependance der Landesgesellschaft. Die Dachverglasung des Atriums wird über geklebte Punkthalter gehalten. Besonderes Augenmerk wurde auf die konstruktive Ausbildung der Punkthalter und deren Anbindung an die Unterkonstruktion gelegt. Als Klebstoff kam der schwarze, zweikomponentige Epoxidharzklebstoff Scotch-Weld DP 490 der Firma 3M zum Einsatz. Vergleiche Weller 2011a.

8 In Feluy steht das europäische Vertriebszentrum der Firma Dow Cor ning. Mit dem Neubau wurde die Möglichkeit ergriffen, einen Bereich der Fassade als punktuell geklebte Vorhangfassade auszubilden. Die adhäsive Verbindung zwischen Punkthalter und Verglasung wurde durch den auf Silikon basierenden „Transparent Silicone Structural Adhesive“ (TSSA) realisiert. Vergleiche Vandereecken 2014.

9 Am Lehrstuhl für Tragwerkslehre wurden verschiedene geklebte Halterkonzepte entwickelt und erprobt. Beim Bau der Demonstratoren kamen auch transparente Klebstoffe zur Anwendung. Vergleiche Knaack 2000, Knaack 2001, Wurm 2007.

10 Unter dem Begriff Structural Sealant Glazing (SSG) versteht man eine Verglasungsart, bei der Teile des Lastabtrags von hierfür zugelassenen Silikondichtstoffen übernommen werden. Vergleiche ETAG 002-1 und Hagl 2005.

11 Polyurethanklebstoffe weisen je nach chemischer Formulierung und eingesetzter Füllstoffe einen großen Bereich an physikalisch möglichen Eigenschaften und damit ein weites Anwendungsspektrum auf. Die fehlende Licht- und UV-Stabilität kann durch den Einsatz aromatischer Isocyanate, schwarzer Füllstoffe oder Additive gemindert werden. Vergleiche Müller 2009, Stepanski 2016.

Licht- und UV-Stabilität fehlt. Beide genannten Klebstoffgruppen sind darüber hinaus infolge der beigemischten Füllstoffe schwarz.

Aus gestalterischen Gesichtspunkten ist in Verbindung mit dem Werkstoff Glas eher der Einsatz von transparenten Klebstoffen erstrebenswert, aber auch herausfordernd. Transparente Strukturklebstoffe sind in den Klebstoffgruppen der Acrylate, der Methylmethacrylate, der Epoxidharze und der thermoplastischen Polyurethane anzutreffen. Zur besseren Einordnung der einzelnen Materialien zeigt das nachfolgende Diagramm näherungsweise das mechanische Werkstoffverhalten. Die Besonderheit der Strukturklebstoffe besteht in der Möglichkeit, einwirkende Kräfte über vergleichsweise geringe Klebflächen zu übertragen. Eine Orientierung auf punktuell geklebte Glas-Metall-Verbindungen erscheint unter diesen Bedingungen folgerichtig.[12]

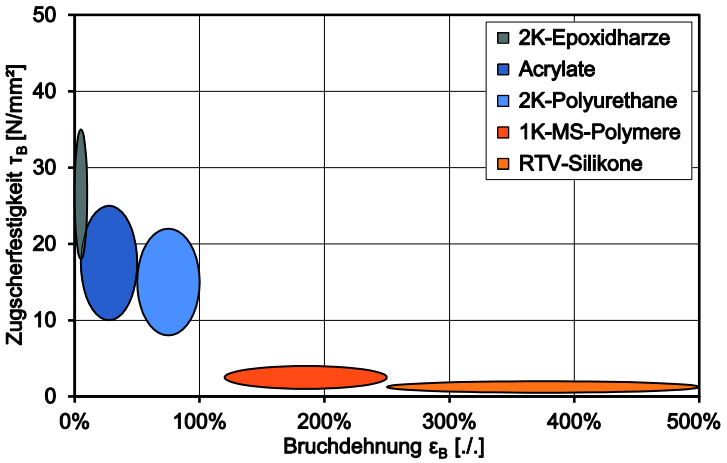


Bild 1.3
Vergleich der mechanischen Eigenschaften von verschiedenen für den Konstruktiven Glasbau geeigneten Klebstoffen. Vergleiche Weller 2011a.

Die im Konstruktiven Glasbau häufig zum Einsatz kommenden Acrylate sind einkomponentige, strahlungshärtende[13] Klebstoffe und bestechen durch ihr klares, hochtransparentes Erscheinungsbild. Verschiedene Forschungsarbeiten

12 Vergleiche Habenicht 2009, Schadow 2006, Weller 2011a.

13 Durch hochenergetische Strahlung, in der Regel ultraviolette Strahlung, werden die im Klebstoff enthaltenen Photoinitiatoren gespalten. Sie zerfallen in freie Radikale und starten damit die Polymerisation. Diese Härtungsreaktion ist binnen Sekunden, in einigen Fällen auch binnen weniger Minuten abgeschlossen. Da bei Verbund-Sicherheitsglas mit PVB-Folien die ultraviolette Strahlung vollständig absorbiert wird, ist bei rein mit ultravioletter Strahlung härtenden Klebstoffen keine Aushärtung möglich. Vergleiche beispielsweise DELO 2007.

widmeten sich daher in den vergangenen Jahren dem lastabtragenden Einsatz von Acrylatklebstoffen in Glas-Metall- und Glas-Glas-Verbindungen. Das Verformungsverhalten der Acrylate ist meist stark temperatur- und zeitabhängig. Das Haftvermögen auf den Fügepartnern und die Dauerhaftigkeit der Klebverbindung sind sehr substrat- und klebstoffabhängig, so dass keine allgemeingültige Aussage möglich ist.[14]

Eine weitere Art der punktuellen Lasteinleitung über die stoffschlüssige Verbindung zwischen Metall und Glas findet den Ursprung in der Publikation O'Callaghan 2005. Darin wird die adhäsive Verbindung der metallischen Bauteile mit dem Verbundglas einer Treppenstufe beziehungsweise mit dem Verbundglas einer Treppenwange beschrieben. Die metallischen Bauteile wurden mithilfe des Ionomers[15] SentryGlas® einlaminiert. Das dabei zugrunde liegende Konstruktionsprinzip wurde in den letzten Jahren stetig weiterentwickelt, wissenschaftlich unterlegt und findet mittlerweile vielfach baupraktische Anwendung. Bisherige Anwendungen beschränken sich hauptsächlich auf den Innenbereich.[16,17]

In der jüngsten Vergangenheit wurde ein weiteres Material für den stoffschlüssigen Verbund von Metall und Glas auf den Markt gebracht. Die Rede ist von „Transparent Silicone Structural Adhesive" (TSSA)[18]. Das Material ist farblos und

14 Vergleiche beispielsweise Prautzsch 2015, Puller 2008, Tasche 2007, Vogt 2009, Wagner 2009.

15 Ionomere sind Polymere, die durch Anbindung ionischer Gruppen an das Polymerrückgrat entstehen. Zwischen den einzelnen Polymerketten besteht keine chemische Vernetzung im eigentlichen Sinne. Daher lässt sich das Ionomer bei hoher Temperatur schmelzen und kann wie ein Thermoplast verformt werden. Beim Erstarren führen die im Polymer enthaltenen Metallionen zu einer physikalischen Vernetzung und heben damit sowohl die Steifigkeit als auch die Festigkeit deutlich an. Die Ionomere zeichnen sich durch ihre sehr hohe Transparenz aus. Die Verarbeitung als Zwischenschicht in Verbund-Sicherheitsglas erfolgt ähnlich den PVB-Folien im Autoklavenprozess. Vergleiche beispielsweise M. Kothe 2013, Seite 33.

16 Die Ganzglastreppe auf der Messe glasstec 2006 demonstrierte eindrucksvoll die Möglichkeit von lastabtragenden Glas-Metall-Verbindungen über die Zwischenschicht SentryGlas. Vergleiche Peters 2007.

17 Vergleiche beispielsweise Cruz 2010, Cruz 2014, M. Kothe 2013, O'Callaghan 2005, O'Callaghan 2012, Puller 2012, Santarsiero 2015.

18 Das Verformungsverhalten von TSSA und SSG Silikonen ist vergleichbar. Das Verhalten ist geprägt von hohem Dehnvermögen, wenngleich das erreichte Spannungsniveau bei TSSA deutlich höher ausfällt. Bei zyklischer Belastung tritt der so genannte Mullins-Effekt auf. Vergleiche hierzu Kapitel 2.3.6 und Sitte 2012.

transparent. Die Herstellung der adhäsiven Verbindung erfolgt im Laminierprozess. Die Steifigkeit und die Festigkeit liegen bei Raumtemperatur unter denen von SentryGlas®. Nach den vorliegenden Versuchsergebnissen zu urteilen, tritt die bei Polymeren häufig zu beobachtende Temperaturabhängigkeit des Werkstoffverhaltens nicht ein. Das Haftvermögen auf den Substraten und die Dauerhaftigkeit der Verbindung sind, wie auch bei mit anderen Silikonen, sehr gut. Wie bereits beim Ionomer SentryGlas® wird auch für die Weiterverarbeitung von TSSA ein Autoklav benötigt.[19]

Wenig Beachtung im Konstruktiven Glasbau finden bisher die transparenten Epoxidharzklebstoffe. Aus Sicht des Autors unberechtigter Weise. Als augenscheinliche Vorteile gegenüber Alternativlösungen sind die physikalischen Eigenschaften, die vergleichsweise einfache Dosierung und Klebstoffhärtung ohne beträchtlichen gerätetechnische Aufwand sowie nicht zuletzt die Klebstoffkosten zu nennen. Was einem verstärkten Einsatz transparenter Epoxidharze im Konstruktiven Glasbau bisher entgegensteht ist die fehlende Datenbasis zu den mechanischen und optischen Eigenschaften der Klebstoffe sowie zur Festigkeit und zur Dauerhaftigkeit der Klebverbindungen. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit sollen den Weg zum vermehrten Einsatz transparenter Epoxidharze im Konstruktiven Glasbau bereiten.

Zum Einstieg in die Thematik werden im nachfolgenden Kapitel, soweit erforderlich, die Grundlagen des Klebstoffverhaltens besprochen, da wesentliche Unterschiede zum Verhalten anderer Konstruktionswerkstoffe im Bauwesen bestehen. So ist etwa das Verformungsverhalten von Klebstoffen infolge ihrer chemischen Struktur und ihrer Morphologie durch unterschiedlich ausgeprägte Nichtlinearitäten bestimmt. Hinzu kommen auch Temperatur- und Zeitabhängigkeiten der Klebstoffeigenschaften, die in die Überlegungen mit einbezogen werden müssen.

Die Qualität der geklebten Verbindung wird infolge der Transparenz nicht mehr ausschließlich über die physikalisch-chemischen Eigenschaften und deren Dauerhaftigkeit bestimmt. Die visuellen Eindrücke – beispielsweise Blasenfreiheit oder Transparenz – werden zu wesentlichen Indika-

[19] Vergleiche weiterführend Sitte 2012, Hagl 2012, Santarsiero 2015.

toren innerhalb des Untersuchungsprogramms. In der vorliegenden Arbeit wird daher ein besonderes Augenmerk auf eine ausgewogene Berücksichtigung von mechanischen und optischen Gesichtspunkten gelegt. Das Untersuchungsprogramm wird in Kapitel 3 detailliert vorgestellt. Ebenso wird auf den Untersuchungsgegenstand, das heißt auf die acht eingebundenen Epoxidharzklebstoffe sowie auf die Substratmaterialien, eingegangen.

Eine eingehende Beschreibung der einzelnen Analyse- und Untersuchungsmethoden findet in Kapitel 4 statt. Diese basieren auf normativ beschriebenen Prüfverfahren und Prüfbedingungen oder lehnen sich zumindest stark daran an. Innerhalb der vorliegenden Arbeit werden zusätzliche Vorschläge für die Beurteilung des visuellen Erscheinungsbildes erarbeitet. Dazu werden maßgebende Fehlerarten bestimmt. Anschließend werden drei Fehlerklassen eingeführt und ihre Akzeptanzgrenzen festgelegt.

Um eine Klebverbindung sicher über die Nutzungsdauer zu gestalten, ist es von Bedeutung, die Dauerhaftigkeit und Beständigkeit gegenüber Umwelteinflüssen zu kennen. Die durchgeführten Umweltsimulationen sind zeitraffende Laboruntersuchungen, welche aber keinen Ersatz für ein schädigungsäquivalentes Nachweiskonzept darstellen. Aus der Vielzahl an normativ beschriebenen Umweltsimulationen werden zehn Methoden zur künstlichen Alterung der Klebeverbindung ausgewählt und ebenfalls in Kapitel 4 beschrieben. Sie beanspruchen die Prüfkörper mit den Einwirkungen Temperatur, Feuchte, künstlicher Strahlung und Schadmedien beziehungsweise mit einer Kombination aus diesen Einwirkungen. Die einzelnen Parameter unterliegen einer Intensitätserhöhung, um chemisch-physikalische Alterungsprozesse zu beschleunigen. Dieser Ansatz einer überkritischen Beanspruchung erschwert allerdings Schlussfolgerungen zum Verhalten bei realen Umwelteinflüssen.[20]

Zu Beginn von Kapitel 5 werden die Anforderungen an die Klebstoffe und an die Klebverbindungen in mehrere überprüfbare, meist experimentell bestimmbare Qualitätsmerkmale überführt. Danach werden für die Qualitätsmerkmale Grenz- und Zielwerte vereinbart. Da nicht alle Qualitätsmerk-

[20] Vergleiche weiterführend Brockmann 2005 und Ehrenstein 2007.

male für die Auswahl eines geeigneten Klebstoffs gleichbedeutend sind beziehungsweise manchmal mehrere Qualitätsmerkmale gleichzeitig ein und dieselbe Anforderung betreffen, wird eine Gewichtung eingeführt. Im weiteren Verlauf werden die Untersuchungsergebnisse an den Epoxidharzklebstoffen dargestellt. Hierzu zählen die thermomechanischen und mechanischen Klebstoffeigenschaften und die Festigkeiten der Glas-Metall-Proben vor und nach den Umweltsimulationen. Abschließend wird das Alterungsverhalten an Glas-Glas-Proben analysiert und die Auswirkung der Umweltsimulationen auf das Erscheinungsbild dokumentiert. Aufgrund der erzielten Ergebnisse wird dasjenige Epoxidharz mit dem höchsten Nutzwert für weiterführende Untersuchungen ausgewählt.

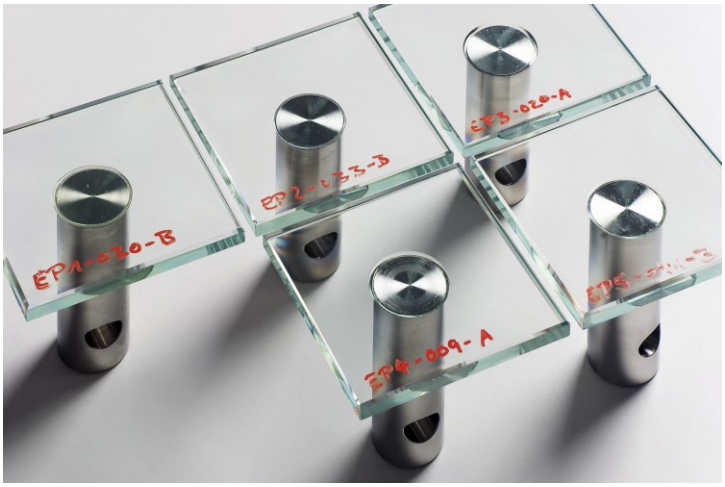


Bild 1.4
Glas-Metall-Proben aus den Versuchsserien zur Klebstoffauswahl.

Die sich an die Klebstoffauswahl anschließenden Untersuchungen des Kapitels 6 haben zum Ziel, die Eigenschaften des Klebstoffs und seiner Klebschicht zu verbessern. Zum einen besteht die Zielstellung in der Erhöhung der Anfangstemperatur des Glasübergangs und damit verbunden in der Erweiterung des Einsatztemperaturbereichs. Den Ansatzpunkt liefert das Aushärteverhalten, welches sich durch eine geeignete Wahl der Reaktionsbedingungen verändern lässt. Zum anderen sollen die Zugfestigkeit der Klebverbindung sowie deren Beständigkeit gegenüber Umwelteinflüssen erhöht werden. Wesentliche Verbesserungen der Klebverbindung lassen sich durch gezielte Reinigung sowie durch Vor- und Nachbehandlung der Substratoberflächen erreichen. Die Bedeutung einer klebstoffangepassten Modifikation der

Substrate konnte in wissenschaftlichen Arbeiten[21] nachgewiesen werden und wird mit der vorliegenden Arbeit ebenfalls verfolgt. Für die Zielerreichung werden die bekannten Methoden auf das gewählte Epoxidharz und die verwendeten Substrate angepasst. Die Ergebnisse der durchgeführten Optimierungen werden vorgestellt und für die abschließenden Untersuchungen in Kapitel 7 entsprechend berücksichtigt.

Die abschließenden Untersuchungen dienen der Charakterisierung der optimierten Klebverbindung und sollen deren Leistungsfähigkeit ermitteln. Die experimentellen Arbeiten bezüglich des Klebstoffs umfassen die Bestimmung der veränderten thermomechanischen Eigenschaften und des temperatur- und geschwindigkeitsabhängigen Verformungsverhaltens. Für die Klebverbindung werden Festigkeiten vor und nach verschiedenen Umweltsimulationen ermittelt.

Eine Ergänzung zur weiteren Verbesserung der Dauerhaftigkeit verspricht der konstruktive Schutz der Verklebung. Die Wirksamkeit eines solchen konstruktiven Schutzes vor Umwelteinwirkungen[22] wurde bisher nur theoretisch betrachtet. Daher besteht hier das Ziel, die Wirksamkeit und die Wirkungsweise experimentell nachzuweisen. Die beiden in Kapitel 7 erläuterten Maßnahmen betreffen den Einsatz verschiedener Glasarten als Filter zum Schutz vor solarer Einstrahlung sowie den Schutz der Klebschicht vor Feuchte und Schadmedien mithilfe von Dichtelementen. Zum Ende der experimentellen Untersuchungen werden die Optimierungsschritte und die konstruktiven Schutzmaßnahmen mithilfe der Nutzwertanalyse bewertet.

Im Kapitel 8 werden die wesentlichen Ergebnisse und Gesichtspunkte der Arbeit herausgegriffen, gewertet und in Handlungsempfehlungen überführt. Das Kapitel 9 fasst den Inhalt der Arbeit nochmals zusammen und weist auf offene wissenschaftlich-technische Fragestellungen hin.

Für die vorliegende Arbeit sind einige Einschränkungen und Abgrenzungen notwendig, um eine zielorientierte Durchführung der wissenschaftlichen Untersuchungen zu gewährleisten. Auf diese wird nachfolgend kurz eingegangen.

[21] Vergleiche Wagner 2009, C. Kothe 2013.
[22] Vergleiche Schadow 2006.

Die Auswahl der Versuchsklebstoffe beschränkt sich auf klare, transparente, im ausgehärteten Zustand hochfeste und hochmodulige, zweikomponentige Epoxidharze, die über einen herkömmlichen Dosier- und Aushärteprozess verarbeitet werden. In das Untersuchungsprogramm werden insgesamt acht kommerziell erhältliche Industrieklebstoffe eingebunden. Keiner dieser Klebstoffe wurde im Hinblick auf die spezifischen Anforderungen des Bauwesens entwickelt oder modifiziert. Die Gruppe der kationisch härtenden Epoxidharzklebstoffe wurden bei Voruntersuchungen[23] ausgeschlossen, da eine reproduzierbare, strahlungsinduzierte Aushärtung über die notwendige Klebschichtdicke nicht gewährleistet war. Einkomponentige Epoxidharzklebstoffe, welche zur Klebstoffhärtung eine Temperatur von über +125 °C benötigen, wurden ebenfalls ausgeschlossen, weil sich dies mit gängigen Arbeitsabläufen nur schwer verbinden ließe.

Die Viskosität der untersuchten Klebstoffe wurde nicht eingegrenzt. Daraus ergab sich die Notwendigkeit, die Mindestdicke der Klebschicht auf 1 mm festzulegen. Mit dieser Rahmenbedingung gelingt die Klebstoffapplikation für alle untersuchten Klebstoffe fehlerfrei, weshalb diese Nenndicke für alle Klebstoffe vereinbart wurde.

In der Arbeit kommen thermisch vorgespanntes Kalk-Natronsilikatglas sowie farbneutrales Kalk-Natronsilikatglas zur Anwendung. Verfahrensbedingt besitzen die im Floatverfahren hergestellten Flachgläser so genannte Zinnbad- und Atmosphärenseiten. Innerhalb des Untersuchungsprogramms wird die Klebung ausschließlich auf der Atmosphärenseite durchgeführt.

Als Metall wird der nichtrostende Stahl mit der Legierung X5CrNi18-10 (Werkstoffnummer 1.4301) genutzt. Er besitzt eine bauaufsichtliche Zulassung.[24] Weitere Fügeteilwerkstoffe werden nicht eingebunden.

Für die Arbeit wird davon ausgegangen, dass die Klebverbindung vorwiegend durch quasi-statische Zug- und Druck-

[23] Vergleiche weiterführend Weller 2011b.

[24] Vergleiche allgemeine bauaufsichtliche Zulassung Z-30.3-6.

kräfte belastet wird. Eine potentielle Materialermüdung infolge anhaltender dynamischer Beanspruchung[25] wird ebenso nicht untersucht wie ein dauerhafter Lastabtrag etwa für das Eigengewicht der Verglasung. Dieses Beanspruchungsbild entspricht näherungsweise einer punktuell gelagerten Vorhangfassade mit getrenntem Eigengewichtsabtrag. Die Verschiebungs- und Verdrehungsfreiheitsgrade des Beschlages sind so zu definieren, dass ein Toleranzausgleich gelingt und keine Zwangsbeanspruchungen auftreten.

Der Einsatztemperaturbereich der Klebstoffe reicht vorzugsweise von -20 °C bis +80 °C. Bei Verfehlen der Grenztemperaturen werden der Temperaturbereich und damit eventuell auch verbunden das Anwendungsgebiet der untersuchten Klebstoffe beschränkt.

Die Arbeit verfolgt nicht das Ziel, eine Vorhersage über die Lebensdauer der Klebverbindung zu geben. Die Eigenschaften der durch Umweltsimulation künstlich gealterten Probekörper dienen als Indikatoren für die grundlegende Beständigkeit der einzelnen Klebstoffe. Des Weiteren werden mithilfe der Umweltsimulationen die Wirksamkeit der Oberflächenbehandlung und die Wirksamkeit der konstruktiven Maßnahmen zum Schutz der Klebschicht überprüft.

Als Verfahren für die Behandlung der Substratoberflächen kommen nur Reinigungs- und Vorbehandlungsverfahren in Betracht, die keine Auswirkung auf das optische Erscheinungsbild nehmen und die sich grundlegend in einen werksseitigen Fertigungsprozess integrieren lassen. Darüber hinaus werden Methoden, die auf ätzenden, hochgiftigen oder umweltschädlichen Substanzen beruhen, nicht berücksichtigt. Im Einzelnen sind dies die Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse und das Atmosphärendruckplasma. Ergänzend wird die Wirkung eines Haftvermittlers, der auf die Klebstoffgruppe der Epoxidharze abgestimmt ist, überprüft. Die Prozessparameter werden aus bekannten Forschungsergebnissen[26] übernommen.

[25] Für die dynamischen Lasten wurden in den bautechnischen Normen statische Ersatzlasten eingeführt, da übliche Bauteile sehr massiv ausgeführt sind und kein Resonanzverhalten zu erwarten ist. Für besondere Anwendungsfälle, insbesondere Brüstungselemente und Sonnenschutzlamellen, ist diese Annahme zu überprüfen.

[26] Vergleiche C. Kothe 2013, Weller 2014a.

2 Struktur und Verhalten von Polymeren

2.1 Molekulare Struktur

2.1.1 Grundlagen

Die technisch und wirtschaftlich relevanten Dicht- und Klebstoffe sind hinsichtlich ihres chemischen Aufbaus und der bei der Ausbildung ablaufenden chemischen Reaktionen den Polymerverbindungen zuzuordnen. Diese organischen und anorganischen Polymere sind vollsynthetisch hergestellte Stoffe. Grundlage für die Synthese organischer Polymere ist die Bindungsfähigkeit des Kohlenstoffs (C) mit sich selbst oder anderen Elementen. In Sonderfällen werden auch anorganische Polymere eingesetzt. Hierzu zählt etwa der Dichtstoff Silikon, dessen molekulares Rückgrat auf Silizium (Si) basiert. Über die so genannten Polyreaktionen Polymerisation[27], Polykondensation[28] und Polyaddition[29] bilden sich die Molekülstrukturen aus, die die Eigenschaften der Klebschicht wesentlich beeinflussen. Die wichtigsten Einflussgrößen auf die resultierenden Eigenschaften sind der chemische Aufbau der Monomere, die ablaufenden Reaktionen zur Bildung der Polymere und die sich ausbildende molekulare Struktur.[30,31]

[27] Die Polymerisation ist eine chemische Reaktion, die sich durch ein Kettenwachstum ohne Austritt von Spaltprodukten auszeichnet. Die Molekülkette verbleibt nach der Initiierung in einem aktiven Reaktionszustand. Dabei findet sich das reaktive Zentrum immer am Kettenende und die Reaktivität des Kettenendes ist unabhängig von der Kettenlänge. Ein Monomer, das am Kettenende angelagert werden soll, muss als strukturelle Voraussetzung eine Mehrfachbindung oder eine Ringbindung aufweisen. Vergleiche Latscha 2016, Seite 522 ff.

[28] Die Polykondensation ist eine chemische Reaktion, bei der sich niedermolekulare Stoffe durch Abspaltung von Kondensationsprodukten (beispielsweise Wasser) miteinander verbinden. Vergleiche Latscha 2016, Seite 524 f.

[29] Die Polyaddition ist eine chemische Reaktion, bei der sich niedermolekulare Stoffe durch Additionsreaktion zu so genannten hochmolekularen Polyaddukten verknüpfen. Bei der Additionsreaktion werden Moleküle an eine funktionelle Gruppe, vorzugsweise eine einfach oder mehrfach funktionelle Endgruppe, angelagert. Daher sind für Folgereaktionen insbesondere die funktionalen Endgruppen der Polyaddukte von Bedeutung. Vergleiche Latscha 2016, Seite 525.

[30] Vergleiche beispielsweise Dominghaus 2005, Habenicht 2009 und Lechner 2014.

[31] Ausschnitte des Kapitels 2 wurden in Weller 2011a vorveröffentlicht.

Der durch Polyreaktion entstehende chemische Aufbau beruht auf Hauptvalenzbindungen, welche sich durch hohe Bindungsenergien auszeichnen. Zur qualitativen Beschreibung werden Hauptvalenzbindungen in eine der drei klassischen Arten homöopolare (auch kovalente Bindung oder Atombindung), heteropolare (auch Ionenbindung) und metallische Bindung eingeordnet. Die Höhe der Bindungsenergie ist von den an der Bindung beteiligten Atomen, von der Anzahl der Bindungen sowie von der Struktur der Moleküle abhängig und hat unmittelbare Auswirkungen auf die Molekülgestalt und die Molekülgröße. Die Bindungsenergien liegen um mehrere Größenordnungen über den Festigkeiten, die technische Polymere erreichen. Einzige Ausnahme sind die hochfesten Polymerfasern, deren Festigkeiten im Bereich der Bindungsenergien liegen.[32]

Zwischen den Molekülen der Polymere wirken zusätzlich zwischenmolekulare Bindungsarten[33]. Diese Wechselwirkungen sind – ausreichend große Moleküle vorausgesetzt – sowohl intramolekular als auch intermolekular zu beobachten. Eine Unterscheidung (Bild 2.1) erfolgt in die drei Arten der van-der-Waals-Kräfte und in die Wasserstoffbrückenbindungen[34].

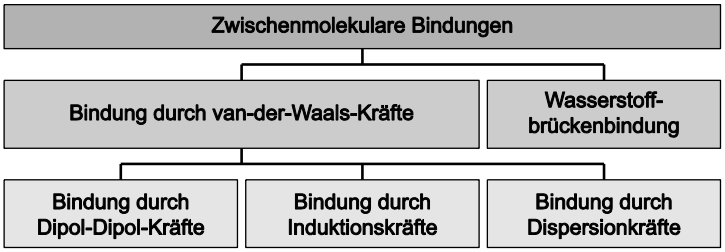


Bild 2.1
Arten der zwischenmolekularen Bindungen. Vergleiche Habenicht 2009.

[32] Weitere Ausführungen zu den Bindungsmechanismen der Hauptvalenzbindung finden sich beispielsweise in Atkins 2006, Seite 432 ff. und Großmann 1986, Seite 142 ff.

[33] Die zwischenmolekularen Bindungen sind auch unter dem Begriff der Nebenvalenzbindungen eingeführt.

[34] Die Wasserstoffbrückenbindung beruht auf der Zusammenlagerung von negativ polarisierten Atomen durch positiv polarisierte Wasserstoffatome. Die Wechselwirkung entsteht in der Form A-H···B wobei A und B elektronegative Atome sind und B ein freies Elektronenpaar besitzt. Insbesondere Verbindungen zwischen einem Wasserstoffatom und den Atomen Stickstoff, Sauerstoff oder Fluor begünstigen die Ausbildung. Vergleiche beispielsweise Atkins 2006, Seite 726 f.

Zu den Arten der van-der-Waals-Kräfte zählen die Dipol-Dipol-Kräfte[35], die Induktionskräfte[36] und die Dispersionskräfte[37]. Die zwischenmolekularen Bindungen sind Ursache für wesentliche Teile des Werkstoffverhaltens. Die erreichbare Wechselwirkung hängt stark vom Abstand zwischen den Molekülen ab. So verdanken Thermoplaste mit teilkristallinen Bereichen ihre durchaus beachtlichen mechanischen Festigkeiten der hohen Anordnungsdichte und den vorhandenen Wechselwirkungen. Doch selbst bei polymeren Festkörpern mit Molekülstrukturen in engster, erstarrter Lage sind die Bindungskräfte der zwischenmolekularen Bindungen deutlich niedriger als diejenigen der Hauptvalenzbindungen.[38]

Tritt durch innere oder äußere Einflüsse eine Temperaturerhöhung ein, so kommt es zur verstärkten mikrobrownschen Bewegung[39] der Molekülketten oder anders ausgedrückt zu einer Verstärkung der unregelmäßigen Eigenbewegungen der Teilchen. Dies führt zu einer Vergrößerung der Abstände

35 Als Dipol wird das Vorhandensein von zwei Ladungen bezeichnet, die in einem Abstand zueinander angeordnet sind. Ein permanentes Dipolmoment entsteht infolge unterschiedlicher Elektronegativität der Bindungspartner in einem Molekül. Die schwach positiv geladenen Teile beziehungsweise schwach negativ geladenen Teile eines Moleküls bilden mit den jeweils anders geladenen Teilen des Nachbarmoleküls intermolekulare Dipol-Dipol-Kräfte aus. Dabei versuchen sich die Moleküle so auszurichten, dass sich die positiv geladenen Teile eines Moleküls den negativ geladenen Teilen des benachbarten Moleküls zuwenden und umgekehrt. Die Dipolmomente wirken somit auf die Moleküle sowohl richtend als auch anziehend. Vergleiche beispielsweise Atkins 2006, Seite 710 ff. und Großmann 1986, Seite 129.

36 Eine Bindung durch Induktionskräfte entsteht, wenn ein polares Molekül und ein unpolares, polarisierbares Molekül in Wechselwirkung treten. Dabei wird durch das polare Molekül ein Dipol im unpolaren Molekül induziert. Die Orientierung des induzierten Dipols folgt dabei der Orientierung des induzierenden Dipols. Vergleiche beispielsweise Atkins 2006, Seite 725 f. und Großmann 1986, Seite 132 ff.

37 Dispersionskräfte wirken infolge der inneren Elektronenbewegung auch zwischen unpolaren Molekülen. Die Wechselwirkung entsteht durch ein momentanes, kurzzeitiges Dipolmoment in einem Molekül. Dieses fluktuierende Dipolmoment erzeugt in einem anderen Molekül ein induziertes Dipolmoment, wodurch eine anziehende Wechselwirkung entsteht. Vergleiche beispielsweise Atkins 2006, Seite 726 f.

38 Vergleiche weiterführend Atkins 2006 und Großmann 1986.

39 Die Brownsche Bewegung ist nach dem schottischen Botaniker Robert Brown (1773-1858) benannt.

zwischen wechselwirkenden Molekülen und einer zunehmenden Unordnung der engen Strukturen. Im Zusammenhang mit der starken Abhängigkeit der zwischenmolekularen Bindungen vom Abstand der wechselwirkenden Moleküle lässt sich die große Temperaturabhängigkeit der mechanischen Werkstoffeigenschaften erklären.[40]

2.1.2 Einordnung der molekularen Struktur

Durch die Synthese entstehen Polymere mit kettenförmigen oder netzartigen, mit unverzweigten oder verzweigten molekularen Strukturen (Bild 2.2). Danach lassen sich übergeordnet die Gruppen Thermoplaste, thermoplastische Elastomere, Elastomere und Duroplaste unterscheiden.

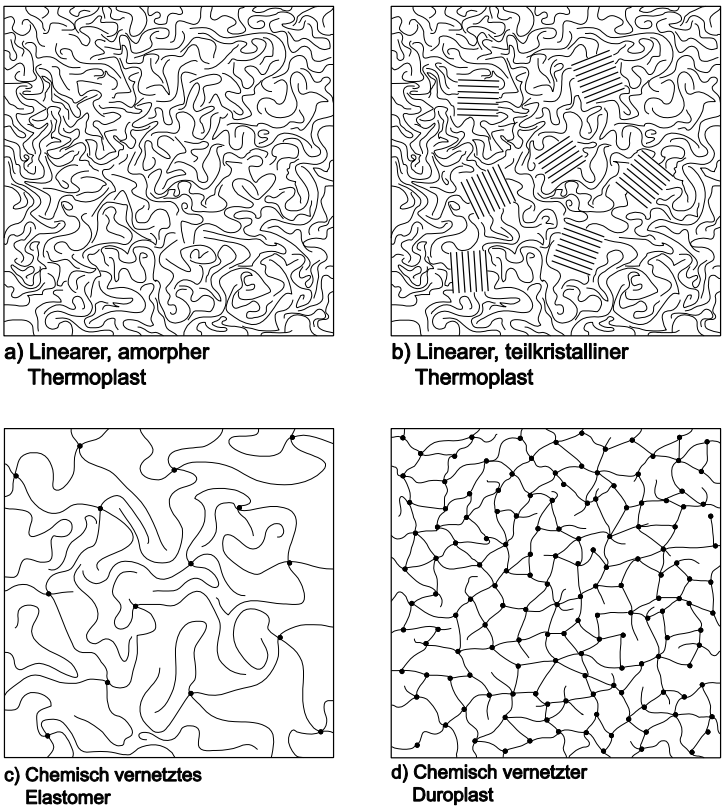


Bild 2.2
Schematische Darstellung der Polymerstrukturen. Vergleiche Kaiser 2011, Seite 38.

Als Thermoplaste werden Polymere bezeichnet, die sich in einem bestimmten Temperaturbereich verformen[41] lassen.

[40] Vergleiche Schwarzl 1990, Seite 22 ff.

[41] Die Verformung bei erhöhter Temperatur kann beliebig oft wiederholt werden, solange nicht durch zu hohe Temperaturen die thermische Zersetzung des Materials ausgelöst wird.

Die Thermoplaste sind aus nicht oder nur wenig verzweigten Molekülketten aufgebaut. Unterschieden werden die amorphen und die teilkristallinen Thermoplaste. Innerhalb des amorphen Zustands liegen die Molekülketten ungeordnet und orientierungslos, als eine Art räumlich statistische Knäuelstruktur vor. Bei amorphen Thermoplasten (Bild 2.2a) ist ausschließlich der amorphe Zustand zu beobachten. Können sich die Molekülketten zueinander ausrichten, so entstehen hohe zwischenmolekulare Wechselwirkungen. Dabei bilden sich kristalline Bereiche mit einer regelmäßigen Struktur von parallel aneinander liegenden Molekülketten mit Nah- und Fernordnung. Bei teilkristallinen Thermoplasten (Bild 2.2b) sind die kristallinen Bereiche von einer amorphen Matrix umgeben.

Elastomere sind in ihrer Form beständige, aber unter Zug- und Druckbelastung elastisch verformbare Kunststoffe. Nach der Belastung finden sie wieder in ihre ursprüngliche Form zurück. Leicht verzweigte und untereinander weitmaschig vernetzte Molekülketten bilden die amorphe Struktur (Bild 2.2c). Die Elastizität beruht hauptsächlich auf der Fähigkeit der Knäuelstruktur, auf eine Zugbeanspruchung mit einer Entflechtung der Ketten zu reagieren. Wirkt keine Zugbeanspruchung mehr auf das Material, relaxieren die Ketten wieder in den energetisch bevorzugten Zustand des Knäuels, was durch eine lockere Quervernetzung der Polymere noch begünstigt wird. Im Gegensatz zu Thermoplasten sind Elastomere nicht thermisch verformbar und nicht schmelzbar.[42]

Duroplaste sind im Gegensatz zu den Elastomeren Polymere, die nach der ablaufenden Polyreaktion nicht mehr verformbar sind. Eine Formgebung zu Bauteilen muss bei dieser Gruppe von Polymeren vor der Reaktion erfolgt sein. Duroplaste sind harte, glasartige Werkstoffe, welche über chemische Bindungen engmaschig, dreidimensional vernetzt vorliegen und dadurch eine stabile Struktur ausbilden (Bild 2.2d). Sie sind nicht schmelzbar und bis zu ihrer Zer-

[42] Die Eigenschaften und das Verhalten gefüllter Elastomere unterscheiden sich teils deutlich von dem ungefüllter Elastomere. Vergleiche auch Kapitel 2.3.6 .

setzung fest. Die Duroplaste zeigen im Gebrauchstemperaturbereich weitestgehend glasartiges Materialverhalten[43], geprägt durch elastisches Verformungsverhalten und sprödes Materialversagen.

2.2 Thermomechanische Eigenschaften

2.2.1 Zustandsbereiche und Zustandsänderungen

Die Charakteristik eines Polymers wird geprägt von dessen chemischer Zusammensetzung und dessen molekularer Struktur. Die resultierenden thermomechanischen Eigenschaften werden bei unvernetzten Polymeren wesentlich vom Ordnungsgrad – etwa durch die teilweise Kristallinität – bestimmt. Die zu beobachtende Temperaturabhängigkeit der Werkstoffeigenschaften beruht auf den vorab beschriebenen temperaturabhängigen Vorgängen zwischen den wechselwirkenden Molekülen sowie der zunehmenden Unordnung der engen Strukturen. Bei vernetzten Polymeren sind letztlich der Vernetzungsgrad[44] und die Vernetzungsdichte[45] für die thermomechanischen Eigenschaften verantwortlich. Mit abnehmender Länge der Kettensegmente zwischen den Vernetzungsstellen nimmt die Formbeständigkeit bei sich erhöhender Temperatur zu. In Abhängigkeit von der Temperatur liegen die Dicht- und Klebstoffe in verschiedenen Zuständen vor. Von Bedeutung sind der energieelastische Bereich, der entropieelastische Bereich und in eingeschränktem

[43] Duroplaste können in gewissem Umfang zähelastisch eingestellt werden. Die Modifikation kann durch Zusatz von Füllstoffen oder durch die Verwendung von angepassten Präpolymere erfolgen. Je nach Umfang der Modifikation ändert sich auch das thermomechanische und mechanische Verhalten. Die Duroplaste erhalten eine teilweise Thermoplastizität und so kann – abweichend von der Klassifikation der Norm DIN 7724 – ein Glasübergangsbereich beobachtet werden. Des Weiteren ist unter mechanischer Belastung teils duktiles Verhalten erkennbar.

[44] Der Vernetzungsgrad ist eine Kenngröße zur Beschreibung des makromolekularen Netzwerks und gibt das Verhältnis der vernetzten Anteile zur Gesamtmasse an. Er kann als Masse- oder Molbruch definiert werden. Für die Charakterisierung wird die Löslichkeit der nicht vernetzten Anteile genutzt, indem diese mithilfe von kochendem Lösungsmittel extrahiert werden.

[45] Die Vernetzungsdichte – gelegentlich auch mit dem Synonym Vernetzungsgrad belegt – ist eine Kenngröße zu Beschreibung des makromolekularen Netzwerks, die mithilfe der Segmentlänge zwischen zwei Vernetzungspunkten Auskunft über die Dichte des Netzwerkes gibt. Charakterisiert wird die Vernetzungsdichte durch das mittlere Molekulargewicht der Kettensegmente mithilfe der Bestimmung der Quelldehnung.

Maße auch der Fließbereich. Der Gebrauchstemperaturbereich wird vom dominierenden Zustandsbereich sowie von der Ausprägung und der Lage der Zustandsänderung eingegrenzt. Der in der Norm DIN 7724[46] angegebene Kälterichtwert[47] hat hingegen keine technische Bedeutung.[48]

Als Energieelastizität (Bereich I in Bild 2.3 bis Bild 2.6) wird das idealelastische Verhalten von Festkörpern verstanden. Eine idealelastische Verformung ist mit einer Änderung der inneren Energie[49] bei gleichzeitig konstanter Entropie[50] verbunden. Unter Krafteinwirkung – stets unter der Annahme geringer Deformationen – führen die im Inneren der Werk-

[46] Die Gruppierung von Polymeren aufgrund ihres thermomechanischen Verhaltens erfolgt nach DIN 7724. Neben der Benennung von Hauptmerkmalen werden auch die Eigenschaften und deren Temperaturabhängigkeit schematisch festgelegt.

[47] Der Kälterichtwert ist als Wendepunkt des Speichermoduls im Steilabfall des Glasübergangsbereichs definiert. Vergleiche Norm DIN 7724.

[48] Vergleiche weiterführend Dominghaus 2005, Seite 78 ff., Ehrenstein 2003, Seite 255 ff. und Hellerich 2010, Seite 34 ff. Hinsichtlich der Klassifikation der Polymere vergleiche Norm DIN 7724.

[49] Im thermomechanischen Sinn handelt es sich bei Festkörpern um ein geschlossenes System. Eine elementare Zustandsgröße ist die Energie dieses Systems. Bei mechanischen Betrachtungen hängt die Energiebilanz ausschließlich von mechanischen und thermischen Anteilen ab. Die Leistung der inneren Energie setzt sich aus der Summe der inneren Spannungsleistung und der Leistung der zugeführten Wärme zusammen. Weiterführende Erläuterungen zum ersten Hauptsatz der Thermodynamik sind beispielsweise in Altenbach 2015, Seite 197 ff. und Stein 1996, Seite 253 f. zu finden.

[50] Die Entropie ist eine Zustandsgröße der Thermodynamik, die in Zusammenhang mit dem zweiten Hauptsatz postuliert wird. Demnach haben thermodynamische Prozesse eine natürliche Verlaufsrichtung. So kann beispielsweise die Wärme eines Systems mit niedrigerer Temperatur nie auf ein System mit höherer Temperatur übergehen. Die Entropie ist eine extensive Größe, die sich auf die Masse bezogen als spezifische Entropiedichte definieren lässt. Die Entropiebilanz für ein geschlossenes System mit ausschließlich mechanischen und thermischen Anteilen wird üblicherweise mit der Clausius-Duhem-Ungleichung betrachtet. Diese formuliert die spezifische Entropiedichte als Summe des Entropieflusses, der Entropiezufuhr und einer nicht negativen Entropieproduktion. Für reale, irreversible thermodynamische Vorgänge nimmt die Entropieproduktion einen positiven Wert an. Für ideale, reversible Vorgänge – ein natürlich nicht vorkommender Gleichgewichtszustand – nimmt die Entropieproduktion den Wert null an. Weiterführende Erläuterungen zum zweiten Hauptsatz der Thermodynamik und zur Clausius-Duhem-Ungleichung sind beispielsweise in Altenbach 2015, Seite 201 ff. und Stein 1996, Seite 254 ff. zu finden.

stoffe wirkenden Haupt- und Nebenvalenzbindungen zu ausschließlich reversiblen Änderungen der Atomabstände und der Valenzwinkel. Die geleistete äußere Kraftanstrengung steht einer inneren Spannungsleistung entgegen und führt zu einer Zunahme der inneren Energie. Die infolge der Belastung auftretende Verformung wird nach der Entlastung ohne zeitliche Verzögerung vollständig rückverformt. Bei Klebstoffen lässt sich ein energieelastischer Zustand bei hinreichend niedrigen Temperaturen beobachten. Bei einigen hochfesten und hochmoduligen Klebstoffen mit stark ausgeprägter Vernetzung dominiert der energieelastische Zustand innerhalb des Einsatztemperaturbereichs.[51]

Als Entropieelastizität (Bereich III in Bild 2.3 und Bild 2.4) wird das idealelastische Verhalten von Kautschuk und Gummi verstanden. Eine Verformung ist mit einer Änderung der Entropie bei gleichzeitig konstanter innerer Energie verbunden. Der entropieelastische Zustand bestimmt den Gebrauchstemperaturbereich für schwach vernetzte Dicht- und Klebstoffe. Das entropieelastische Verhalten ist auf die erhöhte Molekülbeweglichkeit der unvernetzten Kettenabschnitte[52] zurückzuführen. Diese Kettenabschnitte streben dabei einen Zustand maximaler Entropie, in idealisierter Weise die Form eines räumlichen statistischen Knäuels, an. Die Einwirkung einer äußeren Kraft führt unter Abnahme der Entropie zu einem höheren Ordnungszustand. Dabei resultieren große Deformationen aus verhältnismäßig geringen Belastungen. Die elastischen Dicht- und Klebstoffe weisen Dehnbarkeiten von 100 % bis 1.000 % auf. Nach der Entlastung streben die Molekülketten nach der angesprochenen Entropiemaximierung. Diese ist im Zusammenspiel mit der

[51] Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 255 ff. und Norm DIN 7724.

[52] Um die Achse einer einfachen Hauptvalenzbindung besteht eine weitgehend freie Drehbarkeit. Darüber hinaus sind kettenförmig aufgebaute Moleküle entgegen der vereinfachten Schreibweise nicht linear strukturiert. Beispielsweise entsteht zwischen den Hauptvalenzbindungen von kettenförmig angeordneten Kohlenstoffatomen ein Knick mit einem Valenzwinkel von (109 ± 2)°. Die Teilstücke der Ketten sind bei ausreichender Systemtemperatur zu ständigen Translations- und Rotationsbewegungen befähigt. Unter der Annahme sterisch ungehinderter Beweglichkeit und unter Vernachlässigung ordnender Einflüsse ist das ungeordnete Knäuel die statistisch wahrscheinlichste Struktur von Kettenmolekülen.

Quervernetzung der Elastomere für das gute Rückverformungsverhalten verantwortlich. Diese Rückverformung geschieht mit einer zeitlichen Verzögerung.[53]

Ein Fließbereich (Bereich IV in Bild 2.4 und Bereich III in Bild 2.5) kann bei thermoplastischen Elastomeren sowie bei Thermoplasten beobachtet werden. Werkstoffe dieser Gruppen verlieren bei hinreichend hohen Temperaturen aufgrund der thermisch bedingten Molekularbewegung fast alle zwischenmolekularen Wechselwirkungen, wobei benachbarte Moleküle einander durchdringen. Die Molekülketten sind in diesem schmelzflüssigen Zustand frei beweglich und können voneinander abgleiten. Die inter- und intramolekularen Verhakungen und Verschlaufungen lösen sich ständig auf und entstehen wieder neu. Sie sind maßgeblich für die verbleibenden mechanischen Eigenschaften verantwortlich. Wird ein Klebstoff im Fließbereich einer äußeren Beanspruchung ausgesetzt, tritt ein viskoses Fließen infolge irreversibler Verschiebungen der Molekülketten auf. Klebstoffe aus der Gruppe der Thermoplaste und, in eingeschränktem Umfang, auch aus der Gruppe der thermoplastischen Elastomere sind im Fließbereich verformbar.[54]

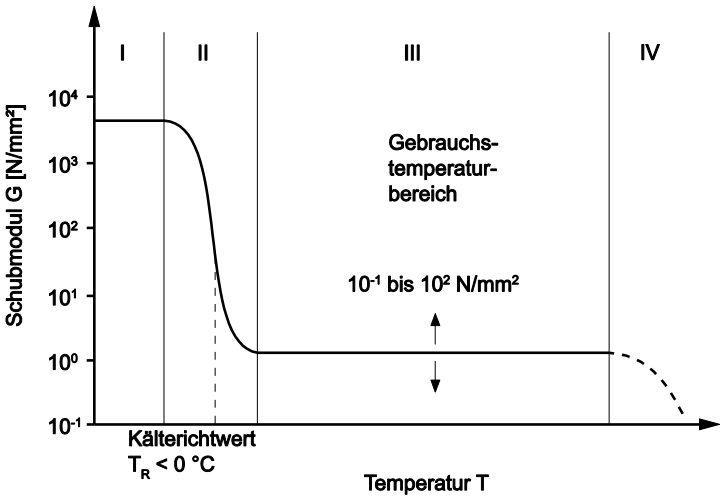


Bild 2.3
Schematisches Thermogramm von Elastomeren nach DIN 7724. Energieelastisches Verhalten (I), Glasübergangsbereich (II), Entropieelastisches Verhalten (III), Zersetzung (IV).

53 Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 255 ff. und Norm DIN 7724.

54 Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 11 ff. und Seite 255 ff. sowie Norm DIN 7724.

Bild 2.4
Schematisches Thermogramm von thermoplastischen Elastomeren nach DIN 7724. Energieelastisches Verhalten (I), Glasübergangsbereich (II), Entropieelastisches Verhalten (III), Fließbereich (IV).

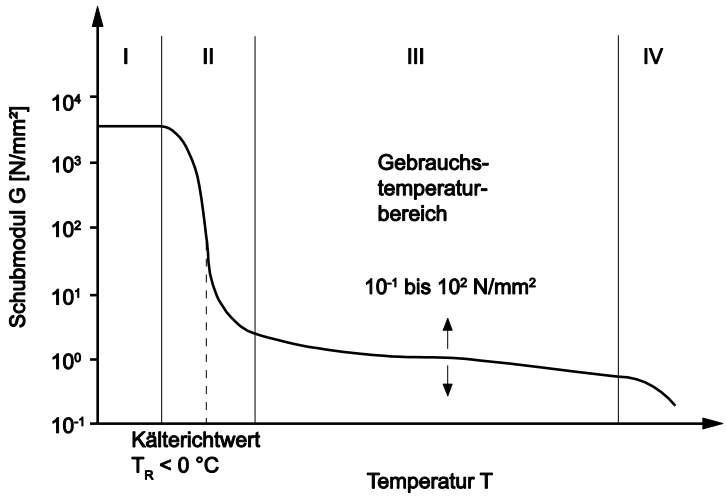


Bild 2.5
Schematisches Thermogramm von Thermoplasten nach DIN 7724. Energieelastisches Verhalten (I), Glasübergangsbereich bei amorphen Thermoplasten (IIa) beziehungsweise Schmelzbereich bei teilkristallinen Thermoplasten (IIb), Fließbereich (III).

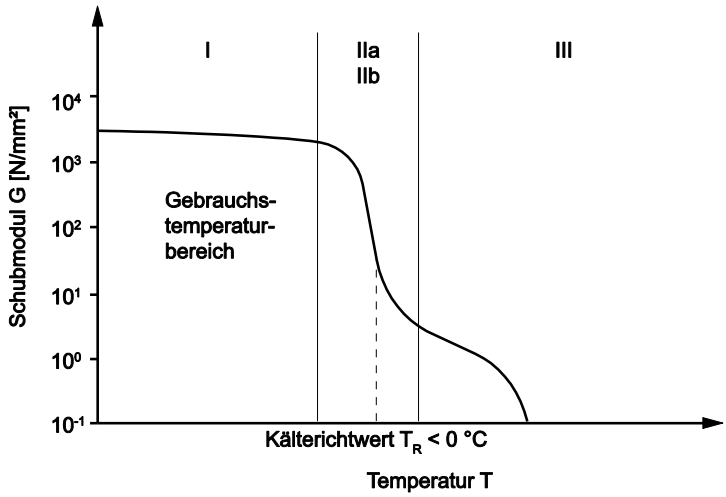
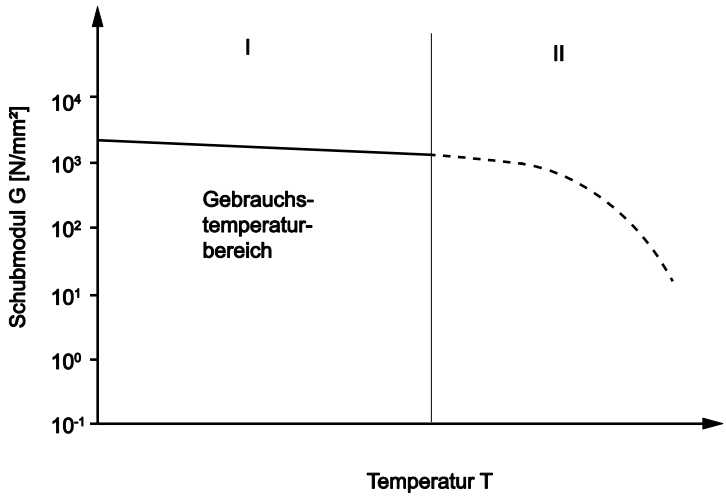


Bild 2.6
Schematisches Thermogramm von Duroplasten nach DIN 7724. Energieelastisches Verhalten (I), Zersetzung (II).



Eine thermische Zersetzung ist vor allem für elastische Dicht- und Klebstoffe (Bereich IV in Bild 2.3) sowie für duroplastische Klebstoffe (Bereich II in Bild 2.6) von Bedeutung. Bei lang anhaltendem Überschreiten der Zersetzungstemperatur kommt es zur Zerstörung von Hauptvalenzbindungen und zum Abbau der Molekularstruktur. Die Zersetzungsvorgänge gehen mit dem Verlust der Materialeigenschaften einher.[55]

Eine für Polymere wesentliche Zustandsänderung ist der so genannte Glasübergang (Bereich II beziehungsweise IIa in Bild 2.3 bis Bild 2.5), da er wesentlich die Grenzen des Gebrauchstemperaturbereichs bestimmt. Der Werkstoff geht dabei mit steigender Temperatur von einem Zustand mit niedriger Kettenbeweglichkeit in einen Zustand mit hoher Kettenbeweglichkeit über. Von Bedeutung ist er insbesondere für Werkstoffe, die in die Gruppen der amorphen Thermoplaste, der thermoplastischen Elastomere oder der Elastomere eingeordnet werden und somit in großem Umfang amorphe Phasen aufweisen. Bei thermoplastischen Elastomeren und Elastomeren trennt diese Zustandsänderung den unterhalb liegenden Bereich energieelastischen Verhaltens vom oberhalb liegenden Bereich entropieelastischen Verhaltens. Bei amorphen Thermoplasten findet ein direkter Übergang in den oberhalb liegenden Fließbereich statt. Innerhalb des Glasübergangsbereichs kann mit zunehmender Temperatur eine wesentliche Zunahme der Verformungsfähigkeit beobachtet werden. Anders als bei niedermolekularen Stoffen ist dieser Übergang nicht sprunghaft. Die Zustandsänderung erfolgt vielmehr über einen weiten Temperaturbereich.[56]

Bei den teilkristallinen Thermoplasten ist die bestimmende Zustandsänderung der Schmelzbereich (Bereich IIb in Bild 2.5). Einem Glasübergangsbereich schließt sich ein, von zunehmend höherer Kettenbeweglichkeit gekennzeichneter, thermoelastisch-kristalliner Zustand an. Dieser Zustand – in dem der Werkstoff sowohl bereits erweichte amorphe Bestandteile als auch kristalline Bestandteile aufweist – wird mit steigender Temperatur durch die Schmelze der

[55] Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 150 ff. und Seite 255 ff. sowie Norm DIN 7724.

[56] Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 255 ff. sowie Norm DIN 7724.

Kristallite nach oben begrenzt. Oberhalb der Schmelztemperatur liegt der Fließbereich des Werkstoffs.[57]

Für die experimentelle Untersuchung kommen thermische und thermomechanische Analyseverfahren zum Einsatz. So erlaubt die dynamisch-mechanische Analyse (DMA)[58] eine grundsätzliche Betrachtung des thermomechanischen Materialverhaltens. In Abhängigkeit von einem definierten Temperaturverlauf können Veränderungen der elastischen und viskosen Verformungsanteile detektiert werden. Mithilfe von Mehrfrequenzmessungen sind in gewissem Umfang Rückschlüsse auf das Langzeitverhalten[59] möglich. Besonders Zustandsänderungen wie der Glasübergang oder die Schmelze der Kristallite können gut bestimmt werden. Bei Polymeren sind diese Zustandsänderungen mit einer Veränderung der physikalischen Moduln verbunden und zeichnen sich in der Messung durch deutliche Modulstufen aus.[60]

2.2.2 Verhalten elastomerer Dicht- und Klebstoffe

Die Gruppe der Elastomere weist molekular eine weitmaschige Netzwerkstruktur auf. Die Kettensegmente zwischen den chemischen Netzwerkbindungen sind amorpher Natur. Für den praktischen Einsatz ist ausschließlich der entropieelastische Zustand von Relevanz, da der Glasübergang deutlich unterhalb des baupraktisch relevanten Temperaturbereichs von -20 °C bis +80 °C liegt.[61]

Von besonderem Interesse im Konstruktiven Glasbau sind lastabtragende Dichtstoffe auf Silikonbasis. Diese Materialien werden zur Anpassung der mechanischen Eigenschaften und zur Volumenvergrößerung mit Füllstoffen versetzt. Die so entstehenden gefüllten Elastomere weisen thermomechanisch betrachtet das Verhalten von Elastomeren auf.

57 Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 255 ff. sowie Norm DIN 7724.

58 Die dynamisch-mechanische Analyse ist ein thermomechanisches Analyseverfahren, das näher in Kapitel 4.2 beschrieben wird.

59 Hierfür wird die Zeit-Temperatur-Äquivalenz der thermomechanischen Eigenschaften genutzt. Durch Superposition der Ergebnisse einer Mehrfrequenzmessung wird eine Masterkurve gebildet, die das Materialverhalten über ein weites Temperaturspektrum abbildet. Vergleiche Grellmann 2011, Seit 89 f. und Menczel 2009, Seite 403 ff.

60 Vergleiche Ehrenstein 2003, Menczel 2009 und Menard 1999.

61 Vergleiche beispielsweise Hagl 2005.

In Bild 2.7 ist das Thermogramm einer dynamisch-mechanischen Analyse für ein typisches, handelsübliches SSG Silikon dargestellt. Dem Diagramm liegt, wie auch den noch folgenden, eine Stichprobe mit 3 Proben zugrunde, die im Zugmodus mit Frequenzen von 0,1 Hz, 1 Hz und 10 Hz angeregt wurden. Der energieelastische Bereich sowie der Glasübergangsbereich (hier nicht dargestellt) sind deutlich unterhalb von -20 °C angeordnet. Im baupraktisch relevanten Temperaturbereich weist das Material das erwartete entropieelastische Verhalten auf. Der Glasübergangsbereich des Silikons ist mit etwa 95 K vergleichsweise breit und endet erst bei einer Temperatur von +10 °C. Gleichzeitig bleibt das Maximum des Verlustfaktors mit einem Wert von 0,2 (Lage bei -35 °C bis -30 °C) vergleichsweise niedrig. Die analysierten Moduln sind frequenzabhängig, da das Material infolge der Entropieelastizität nur zeitlich verzögert auf die Anregung reagiert.

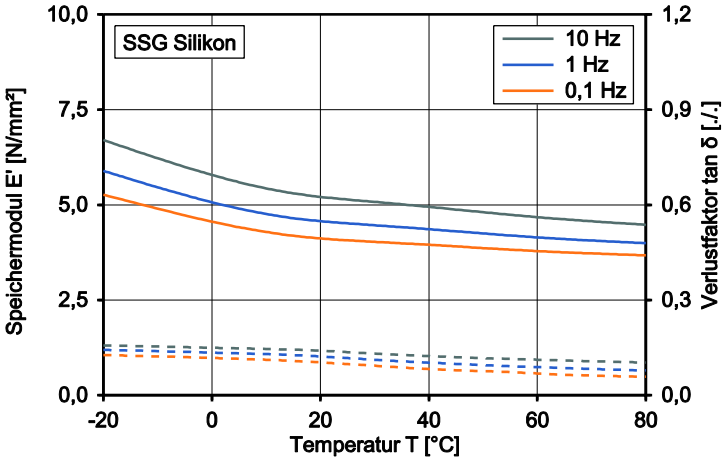


Bild 2.7
Thermogramm für ein zweikomponentiges Silikon. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

2.2.3 Verhalten thermoplastischer Materialien

Amorphe thermoplastische Werkstoffe weisen in ihrer engeren Struktur eine Unordnung auf. Eine Fernordnung besteht nicht. Deutlich unterhalb des Glasübergangsbereichs sind die brownschen Bewegungen soweit beschränkt, dass keine Platzwechselvorgänge zu beobachten sind. Das Materialverhalten ist als spröd und energieelastisch zu bewerten. Mit dem Glasübergang bildet sich eine Modulstufe aus. Die eintretende Erweichung geht mit der Fähigkeit einher, sich unter äußerer Einwirkung dauerhaft umzuformen. Das anschließende Materialverhalten ist in engen Grenzen entro-

pieelastisch. Bei einer andauernden äußeren Beanspruchung kommt es zu einem viskosen Fließen. Normalerweise werden amorphe Thermoplaste im Temperaturbereich unterhalb des Glasübergangs eingesetzt. Zu den amorphen thermoplastischen Werkstoffen zählen verschiedene Zwischenschichtmaterialen für Verbundglas sowie das als Zwischenschicht von Verbund-Sicherheitsglas bedeutende Polyvinylbutyral. Ebenfalls in diese Gruppe fallen einige Klebstoffe, beispielsweise die thermoplastischen Polyurethane.[62]

Sind die thermoplastischen Werkstoffe aufgrund ihrer molekularen Struktur zur parallelen, engen Anordnung ihrer Molekülketten befähigt, so bilden sie unterhalb der Schmelztemperaturen kristalline Bereiche aus. Der Kristallinitätsgrad[63] liegt in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung, der molekularen Struktur und den Verarbeitungsbedingungen zwischen 10 % und 80 %. Er beeinflusst etwa die mechanischen Größen Steifigkeit und Festigkeit und hat überdies Auswirkungen auf die Lage und Ausprägung des Glasübergangs- und des Schmelzbereichs. Der Einsatztemperaturbereich typischer teilkristalliner Thermoplaste erstreckt sich bis zum Schmelzbereich. In die Gruppe der teilkristallinen Thermoplaste fallen unter anderem die Polyolefine, die als Zwischenschichtmaterial in der Photovoltaikherstellung von Bedeutung sind.[64]

Das Diagramm (Bild 2.8) zeigt das Thermogramm für eine Folie aus Polyvinylbutyral[65]. Das Werkstoffverhalten ist deutlich temperaturabhängig. Der Speichermodul der Folie bildet

62 Vergleiche beispielsweise Hellerich 2010, Seite 34 ff. und Menczel 2009, Seite 424 ff.

63 Der Kristallinitätsgrad – auch Kristallisationsgrad – beschreibt den Anteil der kristallinen Bereiche in einem teilkristallinen Polymer. Er kann als Masse- oder Molbruch definiert werden. Vergleiche beispielsweise Hellerich 2010, Seite 17 ff.

64 Vergleiche beispielsweise Hellerich 2010, Seite 34 ff. und Menczel 2009, Seite 424 ff.

65 Das reine Polyvinylbutyral ist ein über weite Teile des baupraktisch relevanten Temperaturbereichs hochmoduliger und hochfester Thermoplast. Die Anpassung des Eigenschaftsprofils erfolgt durch den Zusatz von Weichmachern, wie Adipinsäure oder Polyethylenglykol. Der Glasübergangsbereich wird durch diese Modifikation zu niedrigeren Temperaturen verschoben. Daher nehmen bei Raumtemperatur die Steifigkeit und die Festigkeit ab, während gleichzeitig die Bruchdehnung und die Adhäsion auf Glas zunehmen.

in der linearen Darstellung unterhalb des Glasübergangsbereichs kein erkennbares Plateau aus. Vielmehr nimmt der Speichermodul im energieelastischen Zustand kontinuierlich ab und ist bereits unterhalb der Anfangstemperatur[66] des Glasübergangsbereichs deutlich frequenzabhängig. Die Anfangstemperatur liegt frequenzabhängig zwischen -5 °C und +8 °C bei. Der Glasübergang ist geprägt durch eine deutliche Materialerweichung. Der Peak des Verlustfaktors ist ebenfalls frequenzabhängig und durch einen deutlichen Versatz gekennzeichnet. Mit zunehmender Frequenz steigt das Maximum des Verlustfaktors.

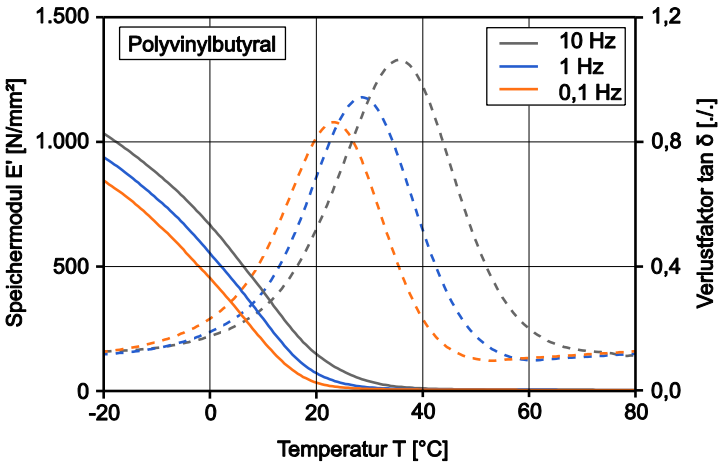


Bild 2.8
Thermogramm einer Folie aus Polyvinylbutyral. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

Nimmt man den üblichen Gebrauchstemperaturbereich von amorphen Thermoplasten zum Maßstab, dann sollte diese Folie nicht oberhalb der Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs eingesetzt werden. Allerdings stehen bei Zwischenschichtmaterialien besonders ihre Zähigkeit und ihre gute Haftung auf Glas im Vordergrund, so dass diese Materialien planmäßig auch oberhalb des Glasübergangs Anwendung finden. Dabei ist aber zu beachten, dass unter äußerer Krafteinwirkung eine dauerhafte Umformung eintreten kann.

2.2.4 Verhalten duroplastischer Klebstoffe

Folgt man der Systematik nach DIN 7724, so ist das thermomechanische Verhalten duroplastischer Werkstoffe ausschließlich energieelastisch geprägt (Bild 2.6). Der Werkstoff

[66] Charakteristische Größen der dynamisch-mechanischen Analyse, wie beispielsweise die Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs, werden in Kapitel 4.2 näher beschrieben.

geht im Anschluss an den energieelastischen Zustand unmittelbar in die Zersetzung über. Aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung und der Vernetzung während der Aushärtung fallen einige der Acrylat- und Epoxidharzklebstoffe in diese Gruppe. Eine Herausforderung bei der Formulierung und Aushärtung der duroplastischen Klebstoffe besteht darin, eine möglichst hohe Vernetzungsdichte zu erzielen, ohne damit eine ungewollt hohe Versprödung herbeizuführen. Im Ergebnis bilden einige, aber nicht alle, dieser Klebstoffe eine für die Gruppe der Duroplaste ungewöhnlich deutliche Modulstufe aus, die nicht im Zusammenhang mit einer Zersetzung steht.[67]

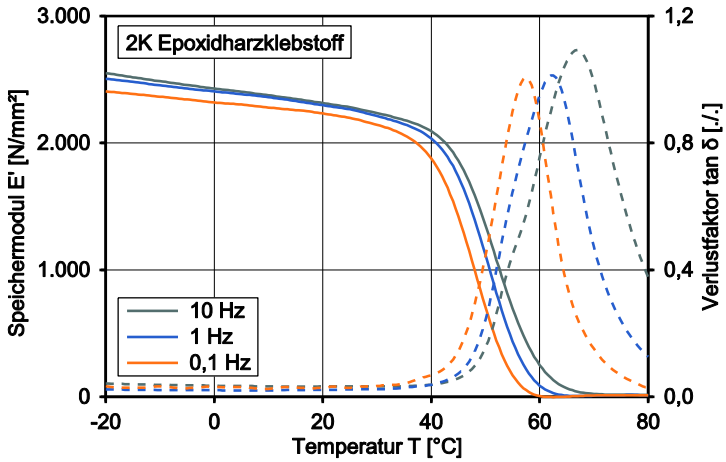


Bild 2.9
Thermogramm für ein zweikomponentiges Epoxidharz. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

Das Diagramm in Bild 2.9 stellt das Ergebnis der dynamisch-mechanischen Analyse eines zweikomponentigen, kalthärtenden Epoxidharzklebstoffs dar. Dieses Epoxidharz ist in seinem Werkstoffverhalten temperaturabhängig. Die Epoxidharze sind aufgrund ihrer Morphologie in die Gruppe der Duroplaste einzuordnen. Ihr Verhalten, hier insbesondere das Vorhandensein eines Glasübergangs, weicht von dem Verhalten klassischer Duroplaste ab. Der Epoxidharzklebstoff befindet sich bei niedrigen Temperaturen im energieelastischen Zustand. Im fortschreitenden Kurvenverlauf zeigt sich eine deutliche, auf einen engen Bereich beschränkte Modulstufe. Diese ist durch einen signifikanten Steifigkeits- und Festigkeitsverlust gekennzeichnet. Hier variiert die Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs frequenzab-

67 Vergleiche beispielsweise Hellerich 2010, Seite 36 und Menczel 2009, Seite 438 ff.

hängig im Bereich von +41 °C bis +45 °C. Die Frequenzabhängigkeit der Eigenschaften kommt besonders im Glasübergangsbereich zum Tragen. Der Verlustfaktor hängt ebenfalls von der Anregungsfrequenz ab.

Im Vergleich hierzu zeigt das nachfolgende Thermogramm in Bild 2.10 das Ergebnis eines UV- und lichthärtenden Acrylatklebstoffs. Der Klebstoff reagiert nur bedingt wie ein Feststoff und abweichend vom unterstellten Verhalten eines Duroplasts. Der Klebstoff ist gekennzeichnet durch einen kontinuierlichen Steifigkeitsabbau im untersuchten Temperaturbereich. Eine Modulstufe ist in der linearen Darstellung nur bedingt erkennbar. Des Weiteren ist eine ausgeprägte Frequenzabhängigkeit der Steifigkeit erkennbar und betrifft den gesamten Messbereich. Die Werte der Verlustfaktoren steigen ab einer Temperatur von etwa +30 °C an und erstrecken sich über einen für Duroplaste untypisch weiten Temperaturbereich. Der Einfluss der Frequenz auf den Verlustfaktor ist durch die Verschiebung gekennzeichnet.

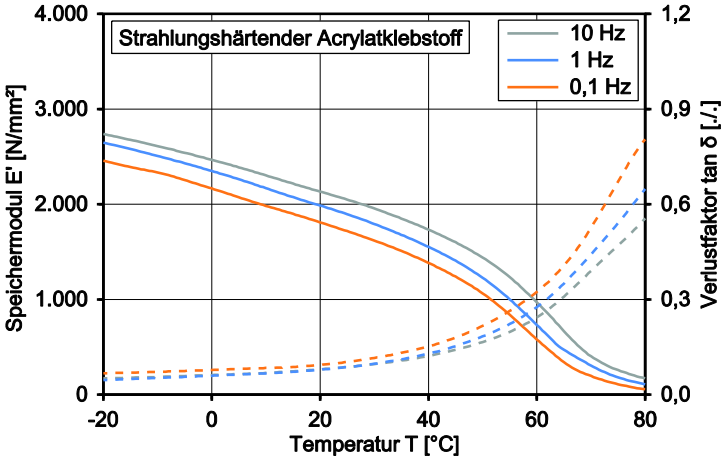


Bild 2.10
Thermogramm für einen strahlungshärtenden Acrylatklebstoff. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

Duroplastische Klebstoffe, welche aus genannten Gründen einen Glasübergang zeigen, sollten nicht oberhalb dessen Anfangstemperatur eingesetzt werden, da dann eine signifikante und schlagartige Erweichung eintritt. Außerdem ist die Temperaturbeständigkeit solcher Klebstoffe begrenzt. Dauerhafte Temperatureinwirkungen oberhalb der Zersetzungstemperatur führen zum Abbau der Molekularstruktur.

2.3 Verformungsverhalten

2.3.1 Grundlagen des Verformungsverhaltens

Da Makromoleküle aus thermodynamischer Sicht auch im erstarrten Zustand nur metastabil[68] sind beziehungsweise im entropieelastischen sowie im Fließbereich quasi ständiger Bewegung unterliegen, ergeben sich je nach Polymerstruktur und vorherrschendem Aggregatzustand mehr oder weniger ausgeprägte Abhängigkeiten von der Belastungszeit, von der Temperatur sowie von der Art und Höhe einer äußeren Belastung. Zur Veranschaulichung des Deformationsverhaltens kommt dem einaxialen Zugversuch[69] eine besondere Eignung zu.

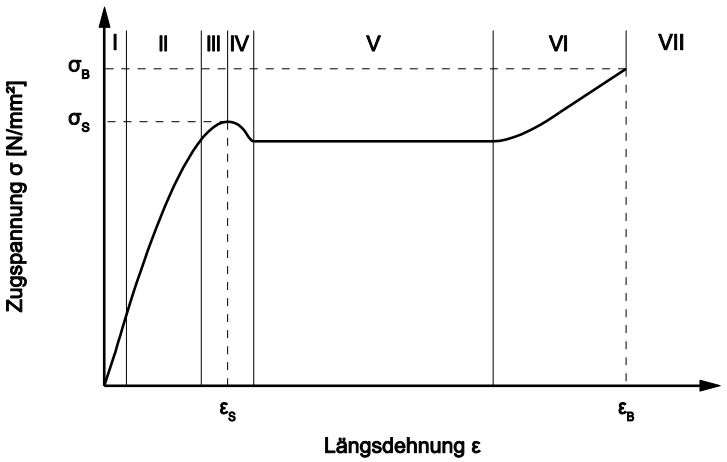


Bild 2.11
Bewertung und Interpretation des einaxialen Zugversuchs. Vergleiche Grellmann 2011, Seite 129.

Bei der Bewertung des Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramms, vergleiche hierzu Bild 2.11, können unterschiedliche Bereiche beobachtet werden. Im Einzelnen sind dies der linear elastische Bereich (I), der linear viskoelastische Bereich (II), der nichtlinear viskoelastische Bereich (III), der Einschnürbereich (IV), der Bereich stationären plastischen Fließens (V), die Verfestigung (VI) und der Bruch (VII). Die Charakteristik des Deformationsverhaltens und des Versagens variiert zwischen den einzelnen polymeren Werkstoffen. Die Gesamtdeformation eines belasteten Klebstoffs

[68] Ein metastabiler (griechisch: meta… = „zwischen…, wechsel…“) Zustand ist ein vorübergehender Zustand begrenzter Lebensdauer in einem labilen System. Durch Auftreten störender Effekte oder geringfügiger Änderungen der Umgebungsbedingungen wird der Zustand instabil.

[69] Vergleiche Kapitel 4.3.

setzt sich aus den unterschiedlich stark ausgeprägten elastischen, viskosen und plastischen Anteilen zusammen.[70]

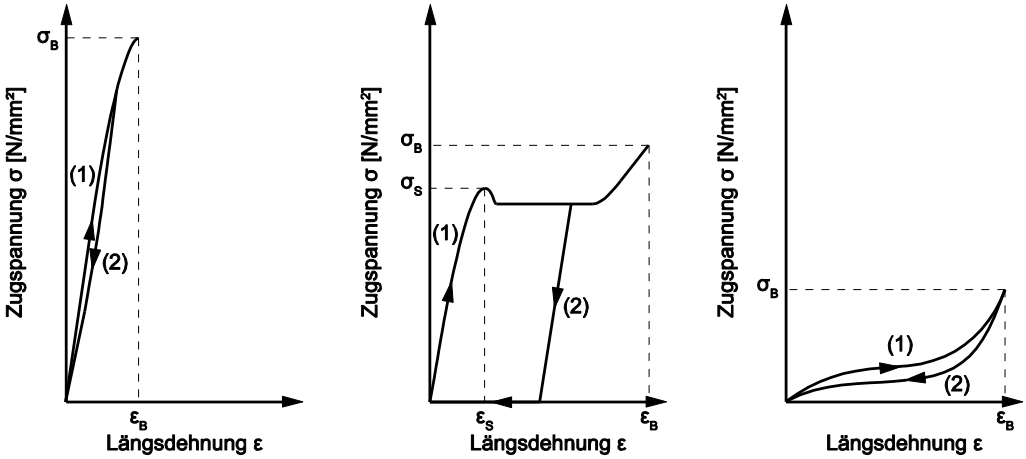


Bild 2.12
Vergleich der Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramme von spröden Klebstoffen, Klebstoffen bei Kaltverstreckung und elastischen Dicht- und Klebstoffen. Vergleiche Grellmann 2011, Seite 125.

Harte und spröde Klebstoffe bei Temperaturen deutlich unterhalb des Glasübergangsbereichs beziehungsweise kristalline Klebstoffe in der harten Phase zeigen zu großen Teilen ein energieelastisches Verhalten. Das Diagramm auf der linken Seite von Bild 2.12 zeigt schematisch das typische Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhalten solcher Materialien. Im Zugversuch verhält sich das Material bis zu kleinen Dehnungen und geringen Spannungen näherungsweise linear. Mit zunehmender Dehnung folgt ein linear viskoelastischer Bereich, in dem reversible molekulare Umlagerungen stattfinden. Soweit das Material noch keine irreversible Veränderung erfahren hat, verformt es sich nach der Entlastung vollständig zurück. Zwischen der Belastungs- (1) und der Entlastungskurve (2) zeigt sich eine geringfügige Differenz. Diese Differenz ist auf eine Entropieänderung zurückzuführen. Unmittelbar vor Erreichen der Bruchspannung kommt

[70] Vergleiche weiterführend Grellmann 2011, Seite 119 ff. und Schwarzl 1990, Seite 124 f.

es zu einer leicht negativen Krümmung, die auf irreversible Strukturänderungen hindeutet. Der Bruch kann als glasartig-spröd beschrieben werden.[71]

Ab einer Temperatur, die etwa 30 K unterhalb der Glasübergangstemperatur liegt, werden einige amorphe und die meisten teilkristallinen Klebstoffe durch zunehmende Molekularbewegungen zur Verstreckung befähigt. Mittig in Bild 2.12 ist ein charakteristischer Kurvenverlauf dargestellt. Unter zunehmender Längsdehnung durchläuft das Material mit ebenfalls zunehmender Zugspannung den linear elastischen, den linear viskoelastischen und den nichtlinear viskoelastischen Bereich, um in einem Maximum die so genannte Streckspannung beziehungsweise Streckgrenze zu erreichen. Bei Erreichen der Streckspannung bildet sich eine Einschnürung aus, die durch eine abfallende nominelle Spannung gekennzeichnet ist. Anschließend folgt eine stetige Ausdehnung der verstreckten Phase (Kaltverstreckung) mit deutlicher Zunahme der Längsdehnung bei vornehmlich gleichbleibender Zugspannung. Erst wenn der gesamte Ausgangsquerschnitt der Zugprobe verstreckt ist, kommt es zu einer Verfestigung mit kurz darauf folgendem Bruch. Mit Beginn des nichtlinear viskoelastischen Bereichs entstehen irreversible Änderungen in der Molekularstruktur. Die eigentliche Kaltverstreckung wird durch plastische Fließvorgänge geprägt. In der amorphen Phase orientieren sich die Molekülketten in Richtung der Zugspannung. In den kristallinen Phasen sind zusätzlich auch Umorientierungen der Kristallite beziehungsweise auch eine Umkristallisation zu beobachten. Wird die Zugprobe im Bereich des stationären plastischen Fließens vorzeitig entlastet (Entlastungskurve (2)), werden nur die elastischen Anteile der Deformation zurückverformt. Ein erheblicher Teil der Deformation, insbesondere in der bereits verstreckten Phase, verbleibt nach Entfernen der Belastung.[72]

Oberhalb der Glasübergangstemperatur liegen amorphe, schwach vernetzte Polymere und eingeschränkt auch amorphe unvernetzte Polymere im entropieelastischen (gummielastischen) Zustand vor. Die rechte Seite von Bild 2.12

[71] Vergleiche weiterführend Grellmann 2011, Seite 119 ff. und Schwarzl 1990, Seite 125 ff.

[72] Vergleiche weiterführend Grellmann 2011, Seite 119 ff. und Schwarzl 1990, Seite 125 ff.

zeigt ein charakteristisches Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm eines Elastomers. Der Kurvenverlauf ist durch große Deformationen bei verhältnismäßig geringen Belastungen gekennzeichnet. Der Kurvenverlauf ist stark nichtlinear und zeigt negative Krümmungen bei kleinen und mittleren Deformationen sowie positive Krümmungen bei großen Deformationen. Zwischen der Belastungs- (1) und der Entlastungskurve (2) zeigt sich eine Differenz, da der dominierende entropieelastische Verformungsanteil mit einer zeitlichen Verzögerung zurückgeht.[73]

2.3.2 Zeit- und Temperaturabhängigkeit

Die Polymere sind nur in engen Grenzen mit anderen Feststoffen vergleichbar. Eine Besonderheit ist das ausgeprägt zeit- und temperaturabhängige mechanische Verhalten. Diese Abhängigkeit beruht auf ablaufenden Relaxations- und Retardationsmechanismen mit denen das Material auf äußere Beanspruchungen oder Temperaturanregungen reagiert. Hintergrund sind molekulare Umlagerungsvorgänge, die abhängig von der Polymerstruktur und vom vorherrschenden Zustandsbereich mehr oder weniger schnell ablaufen können. Bei vernetzten Polymeren orientiert sich die Molekularstruktur entlang der primär wirkenden Belastung verbunden mit einer Überführung der amorphen Kettensegmente in einen höheren Ordnungszustand. Dagegen sind bei unvernetzten Thermoplasten und thermoplastischen Elastomeren die Platzwechselvorgänge in den amorphen und kristallinen Bereichen kennzeichnend. Je nach Beanspruchungsgeschwindigkeit und Temperatur treten die benannten Prozesse unterschiedlich stark in Erscheinung. Sie prägen damit die Art und Gestalt des mechanischen Verhaltens. Die Umlagerungsvorgänge sind bis zu einem bestimmten Maß zum Ausgangszustand rückführbar. Allerdings kommt es ab einem bestimmten Beanspruchungsniveau auch zu irreversiblen Veränderungen.

Das Bild 2.13 zeigt schematisch das Werkstoffverhalten eines Thermoplasts bei Temperaturen oberhalb des Glasübergangs- beziehungsweise Schmelzbereichs. Vereinfachend kann davon ausgegangen werden, dass mit zunehmender

[73] Vergleiche weiterführend Grellmann 2011, Seite 119 ff. und Schwarzl 1990, Seite 125 ff.

Dehnrate beziehungsweise sinkender Temperatur die Steifigkeit und die Festigkeit, bei gleichzeitig sinkender Bruchdehnung, steigen. Das Spektrum des Materialverhaltens reicht von Klebstoffen im energieelastischen Zustand mit glasartig, sprödem Versagen bis hin zu Dichtstoffen, die im entropieelatischen Zustand Längsdehnungen von mehreren hundert Prozent erreichen. Damit einhergehend ändert sich auch die Gestalt der Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehung.[74]

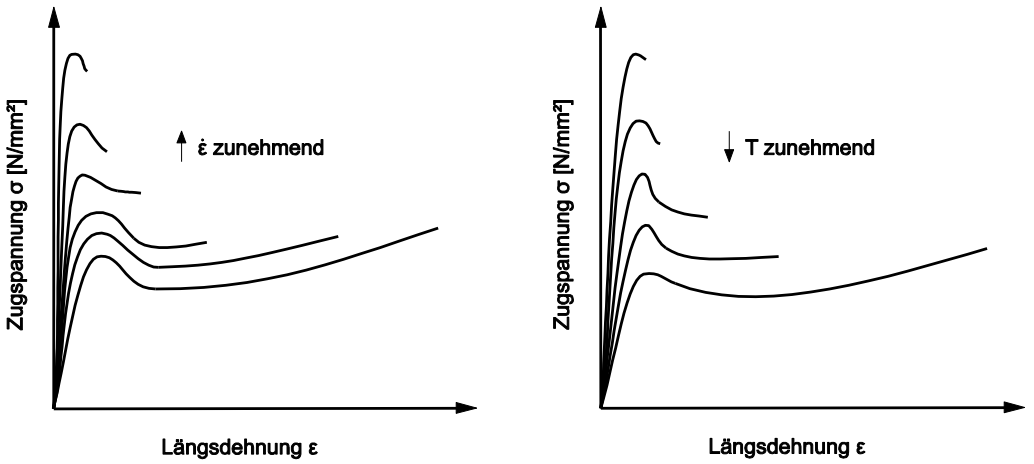


Bild 2.13
Schematische Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramme eines thermoplastischen Polymers in Abhängigkeit von der Dehnrate (linke Seite) und von der Temperatur (rechte Seite). Vergleiche Grellmann 2011, Seite 127.

2.3.3 Verhalten elastomerer Dicht- und Klebstoffe

Elastomere Kleb- und Dichtstoffe sind hochflexibel und zeigen näherungsweise ideal gummielastisches Verhalten. Dies bedeutet, dass das Materialverhalten von geringer Festigkeit bei gleichzeitig hoher Dehnbarkeit gekennzeichnet ist. Dabei ist das Werkstoffverhalten von geometrischen und physikalischen Nichtlinearitäten geprägt. Eine näherungsweise Beschreibung über das Hooksche Gesetz ist nicht

[74] Vergleiche Grellmann 2011, Seite 126 f.

möglich, da weder die Annahme sehr kleiner Zugspannungs- und Längsdehnungswerte gerechtfertigt ist, noch ein linearer Zusammenhang zwischen Spannung und resultierender Dehnung besteht. In der Regel ist für elastomere Kleb- und Dichtstoffe eine weiterführende Beschränkung auf Inkompressibilität und Isotropie zweckmäßig. Bemerkenswert ist auch das gute Rückstellvermögen.[75]

Die nachfolgenden Diagramme (Bild 2.14 bis Bild 2.21) sollen sowohl das grundlegende Verformungsverhalten als auch die Zeit- und Temperaturabhängigkeit demonstrieren. Hierfür wird entweder bei konstanter Temperatur die Prüfgeschwindigkeit variiert oder es wird genau umgekehrt vorgegangen.[76]

Bei Elastomeren, hier am Beispiel eines SSG Silikons (Bild 2.14) dargestellt, ist kaum eine Abhängigkeit von der Prüfgeschwindigkeit zu beobachten. Bei Raumtemperatur ist die freie Beweglichkeit der Kettensegmente gegeben und die das Verhalten prägenden Entropieänderungen verlaufen in vergleichbarem Maße.

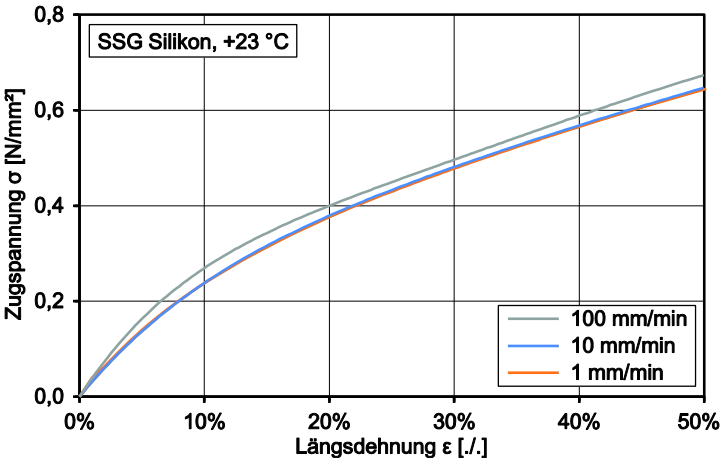


Bild 2.14
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines zweikomponentigen Silikons bei einer Prüftemperatur von +23 °C unter Variation der Prüfgeschwindigkeit.

Bei den in Bild 2.15 dargestellten Versuchen wurde die Prüftemperatur verändert. Abweichend zum vielleicht zu erwartenden Ergebnis versteift sich das Material mit steigender

75 Vergleiche beispielsweise Hagl 2005 und Weller 2009.

76 Das gemittelte Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhalten leitet sich aus fünf Einzelkurven ab. Kommt es bei Proben einer Serie zum Versagen, dann wird die Darstellung der Mittelwertkurve bei der niedrigsten erreichten Längsdehnung unterbrochen. Die obere Auswertegrenze der Längsdehnung liegt bei 50 %.

Temperatur. Die Ursache hierfür besteht in der zunehmenden Temperaturanregung der Kettenbewegung. Die Molekularstruktur ähnelt somit zunehmend der Form eines statistischen Knäuels und der Widerstand gegen äußere Kraftanstrengungen steigt geringfügig.

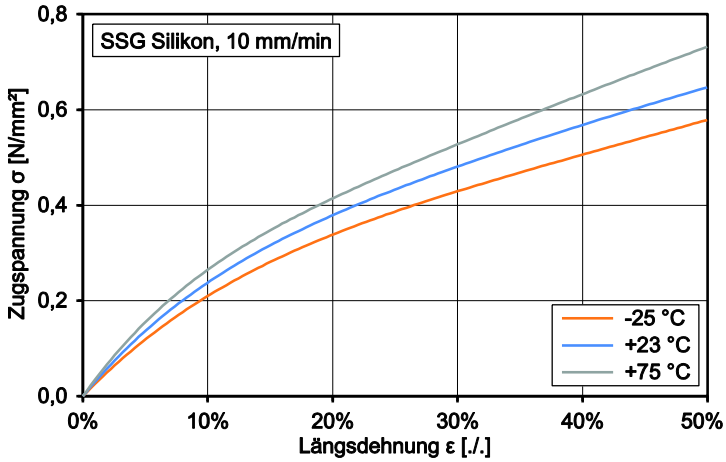


Bild 2.15
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines zweikomponentigen Silikons bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min unter Variation der Prüftemperatur. Vergleiche Weller 2009, Seite 231.

2.3.4 Verhalten thermoplastischer Materialien

Ein Thermoplast ist üblicherweise bei Raumtemperatur ein Feststoff mit viskoelastischen Eigenschaften. Der Einsatztemperaturbereich wird so gewählt, dass sich der Thermoplast ausschließlich im energieelastischen Zustand befindet. Typische Beispiele für den Einsatz von Thermoplasten im Bauwesen sind Platten aus Polymethylmethacrylat (PMMA) und Polycarbonat (PC). Der reversible Teil des Verformungsverhaltens wird durch linear elastische und linear viskoelastische Verformungen bestimmt. Darüber hinaus kann in Abhängigkeit von Prüfgeschwindigkeit und Temperatur das in Bild 2.11 und Bild 2.13 schematisch dargestellte und in den zugehörigen Abschnitten beschriebene viskoelastische Verhalten beobachtet werden.

Abweichend hiervon ist das Verformungsverhalten der thermoplastischen Zwischenschichten auch durch den Glasübergangsbereich und den entropieelastischen Zustand geprägt. In Bild 2.16 sind die geschwindigkeitsabhängigen Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehungen einer Zwischenschicht aus Polyvinylbutyral dargestellt. Die Prüftemperatur von +23 °C liegt an der Grenze zwischen dem Glasübergangsbereich und dem entropieelastischen Zustand. Daher wurde die Achseinteilung der Ordinate im Vergleich

mit dem Diagramm in Bild 2.17 um den Faktor zehn verringert, um die Ergebnisse eindeutig darstellen zu können. Das Verformungsverhalten ist durch große Längsdehnungen bei vergleichsweise geringer äußerer Krafteinwirkung geprägt. Die Bruchdehnung bewegt sich oberhalb von 250 %. Die Zugspannungen steigen mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit. Ein Streckpunkt ist hingegen auch bei hoher Prüfgeschwindigkeit nicht erkennbar. Das Verformungsverhalten ist auf den ersten Blick mit dem eines Elastomers vergleichbar. Allerdings sind nach Entlastung der Prüfkörper große Dehnungsanteile nicht mehr reversibel.

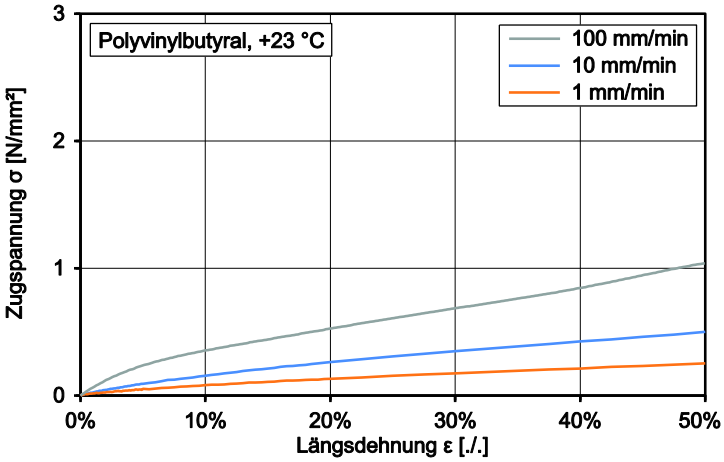


Bild 2.16
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf einer Folie aus Polyvinylbutyral bei einer Prüftemperatur von +23 °C unter Variation der Prüfgeschwindigkeit.

Das nachfolgende Diagramm (Bild 2.17) ermöglicht eine Betrachtung der Temperaturabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften. Bei Temperaturen von -25 °C und +0 °C, welche unterhalb des Glasübergangsbereichs liegen, zeigt die Standardfolie ein duktiles[77] Verhalten mit Ausbildung eines Streckpunktes. Signifikant ist die Steifigkeitsdifferenz zwischen den beiden Kurven. Die Bruchspannungen sind nicht dargestellt, liegen aber deutlich oberhalb der Streckspannungen. Die Bruchdehnung ist jeweils größer als 100 %. Zwischen den untersuchten Temperaturen von +0 °C und +23 °C liegt der Glasübergangsbereich. Die Werkstofferweichung führt neben dem rasanten Steifigkeits- und Festigkeitsverlust zu einer sich ändernden Gestalt der Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehung. Aufgrund der veränderten Achseinteilung kann das Verhalten bei einer Temperatur von +23 °C besser mit Bild 2.16 gezeigt und beschrieben

[77] duktil (lateinisch: ductilis = „zieh-, dehnbar“)

werden. Bei darüber hinaus ansteigender Temperatur erweicht das Material zunehmend. Die Prüfkörper konnten bei einer Temperatur von +75 °C ohne nennenswerte Kraftanstrengung bis zu mehreren hundert Prozent Längsdehnung verformt werden. Die sich einstellenden Deformationen sind nach der Entlastung von überwiegend bleibender Natur.

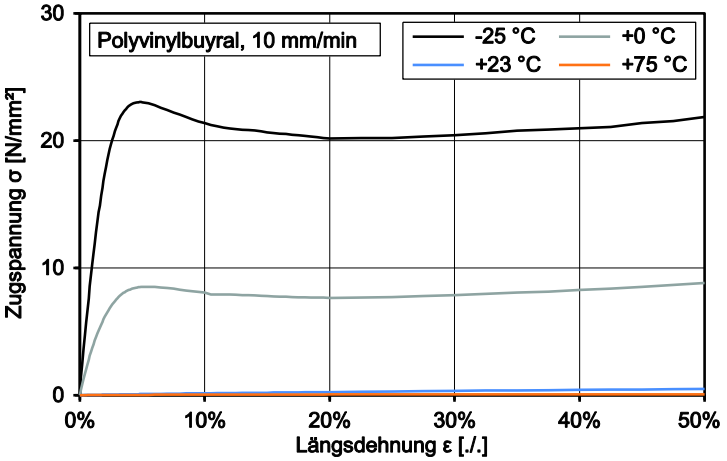


Bild 2.17
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf einer Folie aus Polyvinylbutyral bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min unter Variation der Prüftemperatur.

2.3.5 Verhalten duroplastischer Klebstoffe

Bei harten, amorphen Klebstoffen im energieelastischen Zustand, beispielhaft anhand eines zweikomponentigen Epoxidharzklebstoffs (Bild 2.18) und eines strahlungshärtenden Acrylatklebstoffs (Bild 2.19) bei einer Prüftemperatur von +23 °C gezeigt, steigen der Elastizitätsmodul, die Neigung zum Sprödbruch sowie die Streck- und Bruchspannung mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit. Das Epoxidharz bricht eher glasartig spröd. Nur bei sehr geringen Dehnraten deutet sich ein Streckpunkt an. Das Acrylat verhält sich für die untersuchten Dehnraten duktil. Die Längsdehnungen übersteigen die Auswertegrenze von 50 %. Das plastische Fließen findet bei unterschiedlich hohen Spannungsniveaus statt. Die Abhängigkeit von der Prüfgeschwindigkeit ist beim Epoxidharz weit weniger ausgeprägt als beim Acrylat. Das zeitabhängige Verhalten ist durch die geringe Geschwindigkeit zu erklären, mit der Umlagerungsprozesse im energieelastischen Zustand ablaufen. Die Klebstoffe können also nur bedingt auf die äußere Kraftanstrengung reagieren.

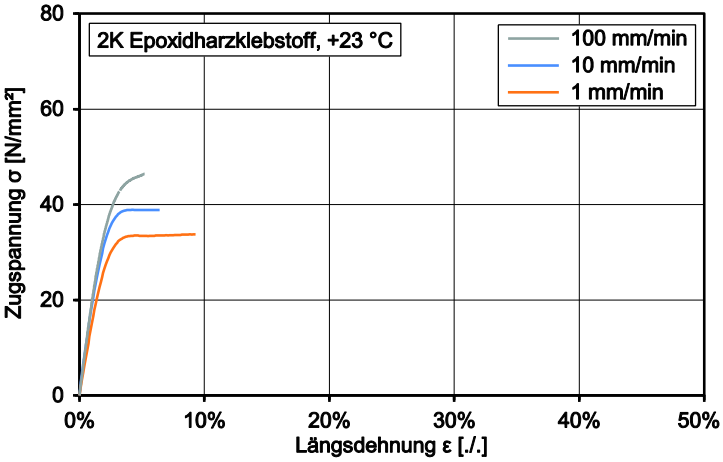


Bild 2.18
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines zweikomponentigen Epoxidharzklebstoffs bei einer Prüftemperatur von +23 °C unter Variation der Prüfgeschwindigkeit.

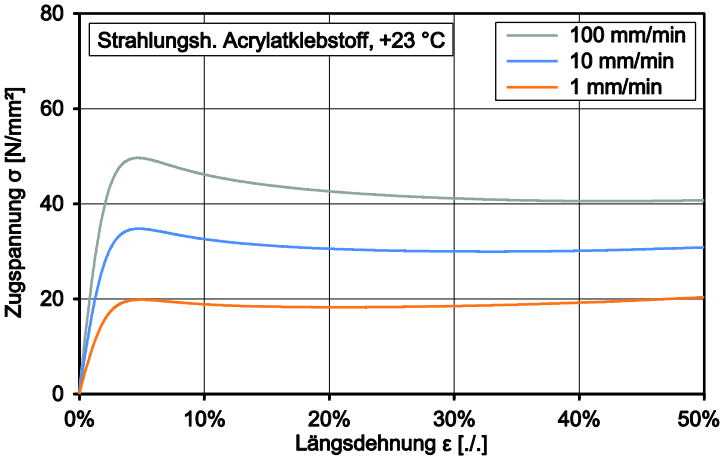


Bild 2.19
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines strahlungshärtenden Acrylatklebstoffs bei einer Prüftemperatur von +23 °C unter Variation der Prüfgeschwindigkeit.

Die nachfolgenden Diagramme zeigen das temperaturabhängige Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhalten des zweikomponentigen Epoxidharzklebstoffs und des strahlungshärtenden Acrylatklebstoffs. Der Epoxidharzklebstoff ist bei steigender Temperatur durch eine Zunahme der Verformbarkeit und einer kontinuierlichen Abnahme des Zugmoduls gekennzeichnet. Der Klebstoff verhält sich bei -25 °C energieelastisch und spröd. Bei einer Temperatur von +23 °C versagen die einzelnen Proben unmittelbar nach der Ausbildung einer Streckgrenze. Nach Überschreiten des Glasübergangs verhält sich der Klebstoff duktil. Bei einer Prüftemperatur von +75 °C ist das Materialverhalten entropieelastisch sowie durch große Nachgiebigkeit und eine Bruchdehnung von etwa 20 % gekennzeichnet.

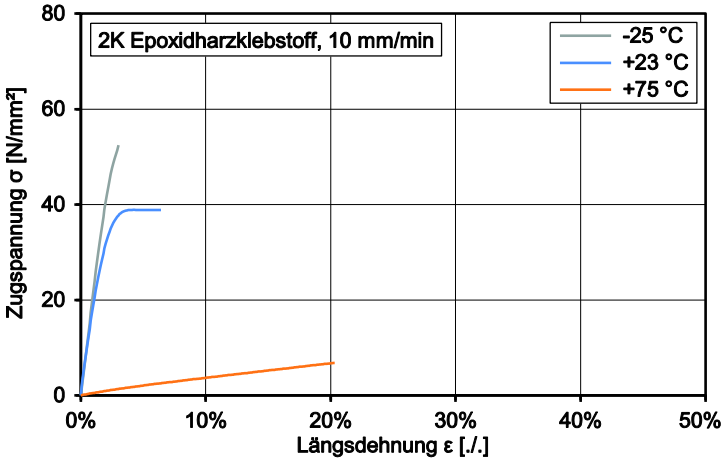


Bild 2.20
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines zweikomponentigen Epoxidharzklebstoffs bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min unter Variation der Prüftemperatur.

Der dargestellte Acrylatklebstoff verhält sich deutlich temperaturabhängig. Der Glasübergangsbereich ist nicht durch eine deutliche Modulstufe gekennzeichnet. Vielmehr nehmen bei steigender Temperatur die Steifigkeit und die Festigkeit stetig ab sowie das Verformungsvermögen kontinuierlich zu. Der Klebstoff zeigt bei einer Temperatur von -25 °C ein weitestgehend energieelastisches Verhalten mit hoher Bruchspannung und geringer Bruchdehnung. Ein Streckpunkt ist angedeutet. Bei einer Temperatur von +23 °C verhält sich das Material anfangs energieelastisch und es bildet sich nach Erreichen der Streckspannung unter zunehmender Längsdehnung eine verstreckte Phase aus. Ein entropieelastisches Verhalten kann abschließend bei einer Temperatur von +75 °C beobachtet werden. Sowohl für +23 °C als auch für +75 °C werden Längsdehnungen von mehr als 50 % erreicht.

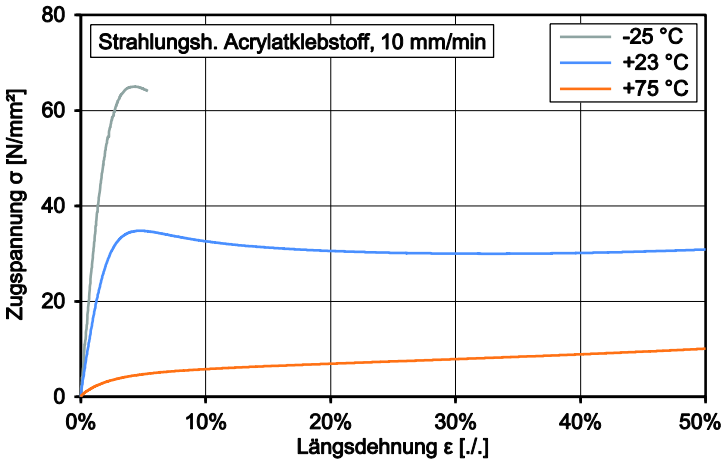


Bild 2.21
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines strahlungshärtenden Acrylatklebstoffs bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min unter Variation der Prüftemperatur.

2.3.6 Besonderheiten gefüllter Dicht- und Klebstoffe

Technische Elastomere, wie die SSG Silikone oder TSSA, sind keine reinen, sondern gefüllte Elastomere. Das heißt, dass ein Gemenge aus Grundpolymer (Matrix) und festen Füllstoffen[78] vorliegt, um unter anderem die mechanischen Eigenschaften den technischen Anforderungen anzupassen.

In jedem gefüllten Elastomer befindet sich eine bestimmte Menge nicht verformbaren Füllstoffs. Äußere Einwirkungen, wie eine mechanische Spannung aber auch Umwelteinflüsse, führen bei ausreichender Größe zu Veränderungen im Matrix-Füllstoff-Gefüge. Dabei besteht ein Zusammenhang zwischen diesen Strukturveränderungen und den zu beobachtenden phänomenologischen Effekten. Die Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehung ungefüllter Elastomere unterscheidet sich stark vom Verhalten gefüllter Elastomere. Ein ungefülltes Elastomer antwortet auf eine quasistatische Belastung nichtlinear, wobei diese Reaktion aber nur in geringem Maße von der Belastungsvorgeschichte abhängt. Das idealisierte Verhalten unterstellt sogar eine eindeutige Beziehung zwischen Spannung und Dehnung (siehe linke Seite von Bild 2.22).[79]

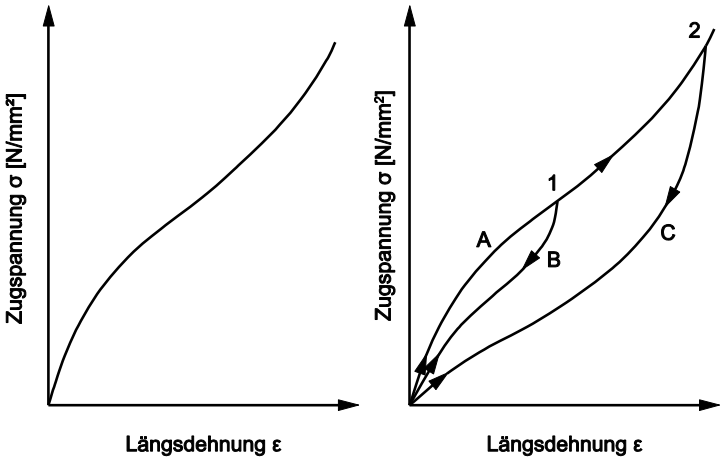


Bild 2.22
Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf unter quasistatischer Belastung. Vergleich zwischen dem nichtlinear elastischen Verhalten eines idealisierten ungefüllten Elastomers (links) und eines idealisierten gefüllten Elastomers (rechts). Vergleiche Bueche 1960, Seite 110.

[78] Die Füllstoffe werden in aktive und inaktive Füllstoffe unterschieden. Aktive Füllstoffe (beispielsweise Siliziumdioxid) haben die Aufgabe, bestimmte mechanische Eigenschaften durch ihre große Oberfläche zu verbessern. Inaktive Füllstoffe (beispielsweise Kreide) werden verwendet, um das Volumen kostengünstig zu vergrößern.

[79] Vergleiche Mullins 1948 und Bueche 1960.

Bei gefüllten Elastomeren spielt die Vorbelastung eine besondere Rolle. Das Materialverhalten hängt stark von der zuvor erreichten Maximalspannung ab. Am einfachsten lässt sich dieser Einfluss mit Hilfe eines einfachen Zugversuchs demonstrieren. Die Zugprobe zeigt nach einer ersten Beanspruchung bei Entlastung und nachfolgender Belastung ein Materialerweichen auch bekannt als Mullins-Effekt[80]. Das rechte Diagramm in Bild 2.22 stellt diesen Effekt für die beiden Stufen (1) und (2) dar. Im Detail wird eine idealisierte Probe im nativen Zustand zunächst entlang des Pfades (A) bis zur Stufe (1) deformiert und anschließend entlang des Pfades (B) entlastet. Die Probe folgt bei der Wiederbelastung dem Pfad (B) bis Stufe (1), um dann dem Pfad (A) bis Stufe (2) zu folgen. Der Mullins-Effekt kann auch in ungefüllten Elastomeren beobachtet werden, allerdings in geringerem Ausmaß.[81]

Von Interesse ist der Einfluss einer Vorschädigung – hervorgerufen durch mehrmalig wiederholte Belastung oder durch Umweltsimulation – auf das Materialverhalten der Silikone. Bild 2.23 demonstriert den Zugspannungs-Längsdehnungs-Verlauf eines quasistatischen Zugversuchs mit mehreren aufeinander folgenden Zyklen und ansteigenden Belastungsstufen. Der Mullins-Effekt ist deutlich erkennbar, wenngleich eine Differenz zwischen den Pfaden der Endlastung und Wiederbelastung (vergleiche theoretische Belastungspfade (B) und (C) in Bild 2.22) vorhanden ist. Bei mehrfacher Wiederholung kommt es zu einer steigenden Materialerweichung und die beiden Pfade nähern sich zunehmend an. Im Diagramm in Bild 2.23 ebenfalls enthalten sind die ersten Belastungspfade einer nativen (obere gestrichelte Kurve) und einer stark vorkonditionierten[82] Probe (untere gestrichelt Kurve).[83]

[80] Nach dem englischen Physiker Dr. Leonard Mullins (1918-1997) benannter Effekt.

[81] Vergleiche Mullins 1948 und Bueche 1960.

[82] Bei der Vorkonditionierung von Proben aus SSG Silikonen wurde festgestellt, dass die Materialerweichung nach etwa 1.000 zyklischen Beanspruchungen und zusätzlich 500 Stunden Klimawechselbeanspruchung einen nahezu konstanten Zustand erreicht.

[83] Vergleiche Weller 2009.

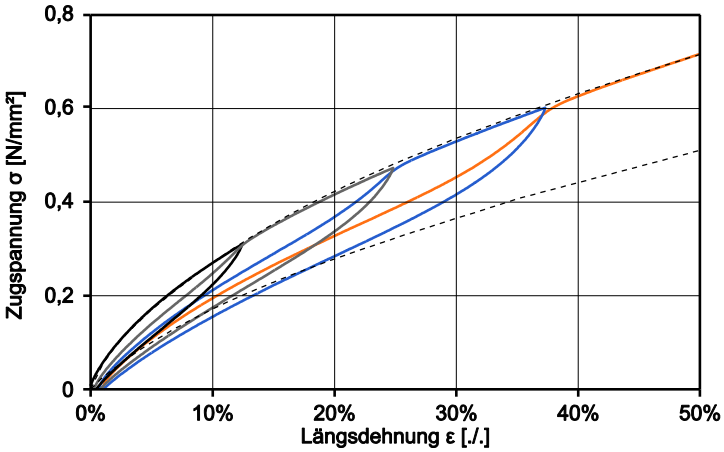


Bild 2.23
Demonstration des Mullins-Effektes mit mehreren Laststufen am Beispiel eines handelsüblichen SSG Silikons. Zusätzlich sind die Zugspannungs-Längsdehnungs-Verläufe des nativen Dichtstoffs (obere gestrichelte Linie) und des stark vorkonditionierten Dichtstoffs (untere gestrichelte Linie) gegeben.

3 Untersuchungsprogramm

3.1 Allgemeines

Dieses Kapitel führt in das Untersuchungsprogramm ein. Dabei widmet es sich zuerst den untersuchten Epoxidharzklebstoffen sowie den Substraten Kalk-Natronsilkatglas und nichtrostender Stahl. Anschließend wird das Anforderungsprofil an den Klebstoff und die Klebverbindung aus den möglichen Einwirkungen und den konstruktiven Rahmenbedingungen einer vertikalen Vorhangfassade abgeleitet. Abschließend wird das Untersuchungsprogramm vorgestellt.

3.2 Untersuchte Epoxidharzklebstoffe

3.2.1 Grundlagen

Das Eigenschaftsprofil von Epoxidharzklebstoffen kann mithilfe der chemischen Zusammensetzung sowie durch die Art und den Grad der Vernetzung variabel gestaltet werden. Die Spanne reicht von engmaschig vernetzten Epoxidharzen aus der Gruppe der Duroplaste bis hin zu weitmaschig vernetzten Epoxidharzen aus der Gruppe der Elastomere.

Insbesondere bei den duroplastischen Epoxidharzen fallen die im Vergleich zu anderen Strukturklebstoffen hohe Festigkeit, hohe Anfangssteifigkeit und eine gewisse Temperaturbeständigkeit auf. In Abhängigkeit vom jeweiligen Klebstoff und den Umgebungsbedingungen kann sich sowohl ein spröd brechendes als auch ein duktiles Versagensbild einstellen. Das Verformungsverhalten reicht von nahezu linear elastisch bis hin zu elastisch-plastisch.[84]

Die Klebstoffgruppe der Epoxidharze wird in Abhängigkeit von der Technologie der Härtung in drei nachfolgend kurz besprochene Kategorien eingeteilt. Dies sind:

- einkomponentige, heißhärtende Klebstoffe,
- einkomponentige, strahlungshärtende Klebstoffe,
- zweikomponentige Klebstoffe.

Einkomponentige, heißhärtende Klebstoffe bestehen aus dem Epoxidharz und einem bei Raumtemperatur inaktiven, latenten Härter. Nach dem Dosieren und Fügen müssen der

[84] Vergleiche Brockmann 2005, Seite 59 ff., Habenicht 2009, Seite 73 ff. und Müller 2009, Seite 144 ff.

Klebstoff sowie die Fügeteile erwärmt werden. Bei hoher Temperatur wird der Härter reaktiv und der Klebstoff härtet durch Polyaddition aus. Die vorgeschlagene Aushärtetemperatur liegt in der Regel zwischen +120 °C und +185 °C. Einkomponentige Klebstoffe sind den zweikomponentigen System hinsichtlich der erzielbaren Festigkeit und hinsichtlich der Temperaturbelastbarkeit überlegen. Allerdings kann die notwendige Reaktionstemperatur bei der Weiterverarbeitung von Glas – etwa dem Kleben von Metallteilen auf Mehrscheibenisolierglas – nicht realisiert werden.[85]

Die strahlungshärtenden Klebstoffe bestehen aus aliphatischen Epoxidharzen, die unter Zuhilfenahme von Photoinitiatoren polymerisieren. Energiereiche Strahlung – hauptsächlich ultraviolette Strahlung – bewirkt den Zerfall des Photoinitiators. Die Spaltprodukte sind reaktive Kationen[86]. Über verschiedene chemische Zwischenreaktionen kommt es zu einer Ringöffnungspolymerisation.[87]

Das Absorptionsspektrum typischer Photoinitiatoren erstreckt sich teilweise oder ganz im Wellenlängenbereich der ultravioletten Strahlung (280 nm bis 380 nm). Mindestens ein Substrat muss in diesem Wellenlängenbereich durchstrahlbar sein, um eine störungsfreie Aushärtung zu erreichen. Ein Kalk-Natronsilikatglas absorbiert in Abhängigkeit vom Eisenoxidanteil und von der Glasdicke gewisse Anteile der ultravioletten Strahlung. Bei Verbundsicherheitsglas (VSG) reduziert sich durch die Absorption in der Zwischenschicht die zur Verfügung stehende Strahlung im ultravioletten Bereich auf annähernd Null. Für die Spaltung der Photoinitiatoren steht dann keine genügend energiereiche Strahlung zur Verfügung, weshalb die strahlungshärtenden Epoxidharze für diese Anwendung ungeeignet sind.[88]

Das Bild 3.1 stellt diesen Effekt für farbneutrale Kalk-Natronsilikatgläser (Weißgläser) mit und ohne Zwischenschicht aus Polyvinylbutyral (PVB) bei identischer Glasdicke dar.

85 Vergleiche Brockmann 2005, Seite 63, Müller 2009, Seite 152.

86 Kationen sind positiv geladene Ionen einer dissoziierbaren chemischen Verbindung.

87 Vergleiche Habenicht 2009, Seite 81 f., Müller 2009, Seite 158 f., Petrie 2006, Seite 33 f.

88 Bei Untersuchungen zur Strahlungshärtung der kationischen Epoxidharzklebstoffe konnte keine reproduzierbar hohe Qualität der Klebschicht erzielt werden. Ausgewählte Ergebnisse sind in Weller 2011b publiziert.

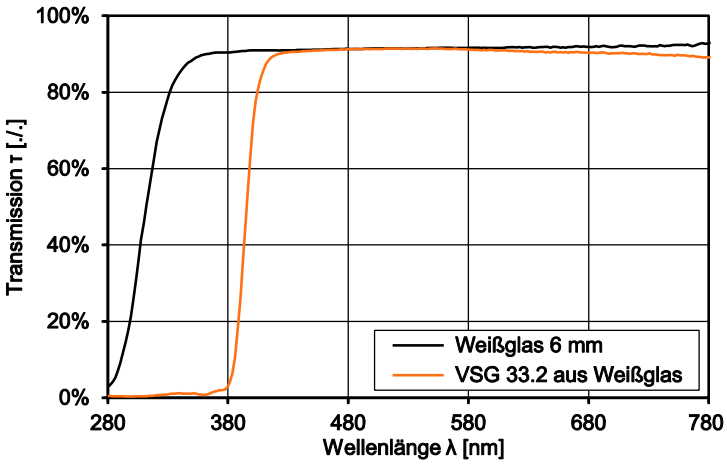


Bild 3.1
Vergleich der spektralen Transmission verschiedener eisenoxidarmer Kalk-Natronsilikatgläser (Weißgläser). Dargestellt sind Weißglas der Glasdicke 6 mm (schwarze Linie) und VSG 33.2 aus Weißglas (orange Linie).

Zweikomponentige Klebstoffe kommen immer dann in Betracht, wenn aufgrund der Produktionsbedingungen die beschriebene Temperatur- beziehungsweise Strahlungshärtung schwer umsetzbar ist. So sprechen die Gegebenheiten des Konstruktiven Glasbaus eher für die Verwendung zweikomponentiger Epoxidharzsysteme. Das nachfolgende Kapitel widmet sich daher ausschließlich diesem Thema.

3.2.2 Zweikomponentige Epoxidharzklebstoffe

Die untersuchten Epoxidharzklebstoffe sind zweikomponentige Polyadditionsklebstoffe. Die Komponenten Epoxidharz und Härter sind für sich genommen stabil. Sie werden während der Dosierung in einem festgelegten Mischverhältnis homogen vermischt. Dabei reagieren beide in der Mischung und der Aushärteprozess findet statt. Die Aushärtung erfolgt in der Regel bei Raumtemperatur, wobei eine moderate Temperaturerhöhung die Härtungsreaktion beschleunigt.[89]

Die chemische Formulierung der Epoxidharzkomponente enthält üblicherweise monomere[90] beziehungsweise oligomere[91] Epoxidharze, die jeweils über zwei oder mehr Epoxidgruppen (Oxiran)[92] (Bild 3.2) verfügen. Die chemische Struktur der Epoxidgruppe besteht aus einer dreigliedrigen

89 Vergleiche beispielsweise Müller 2009, Seite 151 f.

90 Monomere (griechisch: monos = „einzel“ und meros = „Teil“) sind niedermolekulare Ausgangsstoffe für unterschiedliche Synthesereaktionen.

91 Die Oligomere (griechisch: oligoi = „wenige“ und meros = „Teil“) sind molekulare Verbindungen, die sich aus wenigen strukturell gleichen oder ähnlichen Einheiten zusammensetzen.

92 Vergleiche Habenicht 2009, Seite 73 f. und Müller 2009, Seite 144 f.

Ringstruktur, die eine große Ringspannung aufweist und daher reaktionsfreudig ist. Als Beispiel für ein Epoxidharz sei das häufig anzutreffende oligomere Epoxidharz basierend auf Bisphenol-A und Epichlorhydrin (DGEBA) angeführt.[93]

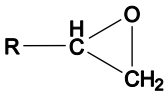


Bild 3.2
Chemische Struktur einer Epoxidgruppe (Oxiran).

Die Härterkomponente besteht aus einer oder mehreren multifunktionalen Substanzen, wie beispielsweise Aminen oder Thiolen. Typische Vertreter der Amine sind Diethylentriamin (DETA) oder Trimethylhexamethylendiamin (TMD). Zu den Thiolen zählen die Mercaptanpolymere (MP). Weitere Bestandteile der chemischen Formulierung können Füllstoffe, Reaktivverdünner, Vernetzer oder Katalysatoren sein.[94]

Die Härtereaktion basiert auf der Ringöffnung der Epoxidgruppe. Der Reaktionsverlauf zwischen einem Harz mit endständiger Epoxidgruppe und einem Amin wird schematisch in Bild 3.3 gezeigt. Ausgelöst wird die Ringöffnung durch einen nukleophilen Angriff[95] auf das sterisch weniger gehinderte Kohlenstoffatom der Epoxidgruppe. Die entstehende kovalente Bindung zwischen Kohlenstoff- und Stickstoffatom führt zu einer zeitweisen positiven Ladung am Stickstoffatom (Bild 3.3, Mitte). Gleichzeitig entsteht ein negativ geladenes Sauerstoffatom. Der Ladungsausgleich erfolgt durch Protonentransfer und führt zur Bildung einer Hyroxylgruppe (Bild 3.3, rechte Seite).[96]

93 Vergleiche Habenicht 2009, Seite 74 ff., Müller 2009, Seite 144 ff., Petrie 2006, Seite 36 ff.

94 Vergleiche Müller 2009, Seite 147 ff.

95 Ein Nucleophil (griechisch: nukleos = „Kern“ und philos = „Freund“) ist ein Ion oder ein Molekül, das über ein freies Elektronenpaar verfügt.

96 Vergleiche Habenicht 2009, Seite 77 ff. und Müller 2009, Seite 152 ff.

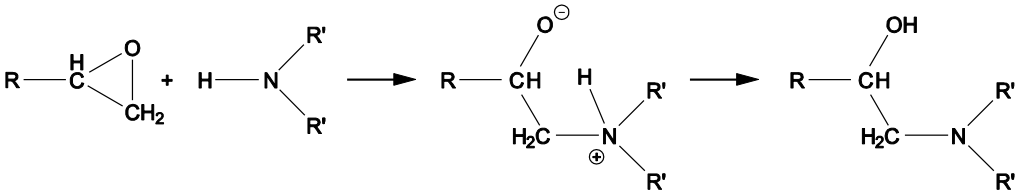


Bild 3.3
Aminhärtung. Vergleiche
May 1988, Seite 293 ff.

Die chemische Struktur des Härters bestimmt wesentlich den erreichbaren Vernetzungsgrad und die Vernetzungsdichte des ausgehärteten Klebstoffs. So können höherfunktionelle Amine zu hochvernetzten Strukturen führen. Die innerhalb der Polymerkette enthaltenen Hydroxylgruppen eignen sich als zusätzliche Vernetzungspunkte.[97]

3.2.3 Versuchsklebstoffe und Aushärtebedingungen

Die Auswahl der Versuchsklebstoffe beschränkt sich auf acht transparente, im ausgehärteten Zustand hochfeste und hochmodulige Epoxidharzklebstoffe. Alle Klebstoffe sind nach Herstellerangaben für Fügeteile aus Metall oder Glas geeignet und entwickeln soweit erkenntlich hinreichende Festigkeiten auf diesen Materialien. Allerdings wurde keiner dieser Klebstoffe im Hinblick auf die spezifischen Anforderungen des Bauwesens entwickelt oder modifiziert.

Die acht Versuchsklebstoffe stammen von den drei Herstellern Huntsman Advanced Materials (Schweiz) GmbH[98], Henkel AG & Co. KGaA[99] und 3M Deutschland GmbH[100]. Die Klebstoffe sind gut verfügbar und werden in weitestgehend

97 Vergleiche Müller 2009, Seite 148.

98 Im weiteren Verlauf Huntsman genannt. Das Unternehmen vertreibt seine Klebstoffe unter dem Markennamen Araldite®. Die ausgewählten Klebstoffe sind Araldite® 2011 (genannt Araldite 2011) und Araldite® 2020 (genannt Araldite 2020).

99 Im weiteren Verlauf Henkel genannt. Das Unternehmen vertreibt seine Klebstoffe unter dem Markennamen Loctite®. Die ausgewählten Klebstoffe sind Loctite® Hysol® 3430™ (genannt Loctite Hysol 3430), Loctite® Hysol® 9483™ (genannt Loctite Hysol 9483) und Loctite® M-31CL™ Hysol® Medical Epoxy (genannt Loctite Hysol M-31CL).

100 Im weiteren Verlauf 3M genannt. Das Unternehmen vertreibt seine Klebstoffe unter dem Markennamen Scotch-Weld™. Die ausgewählten Klebstoffe sind Scotch-Weld™ DP 100 (genannt Scotch-Weld DP 100), Scotch-Weld™ DP 105 (genannt Scotch-Weld DP 105) und Scotch-Weld™ DP 110 (genannt Scotch-Weld DP 110). In Diagrammen wird aus Platzgründen auch die Abkürzung SW gebraucht.

unveränderter Zusammensetzung seit vielen Jahren angeboten. Insbesondere diese langjährige Verfügbarkeit ist hinsichtlich einer späteren Nutzung der Ergebnisse und einer potentiellen Anwendung im Bauwesen von Bedeutung. Die nachfolgende Tafel stellt die wichtigsten, in den Sicherheitsdatenblättern aufgeführten Inhaltsstoffe der Epoxidharzkomponente und der Härterkomponente zusammen. [101]

Tafel 3.1
Übersicht der Versuchsklebstoffe.

Bezeichnung	Epoxidharzkomponente	Härterkomponente
Araldite 2011	DGEBA/DGEBF	DMDPTA
Araldite 2020	DGEBA/DGEBD	IPDA/TMD
Loctite Hysol 3430	DGEBA/DGEBF	DODT/DMDPTA/TTDD
Loctite Hysol 9483	DGEBA/DGEBF	TTDD
Loctite Hysol M-31CL	DGEBA	TTDD
Scotch-Weld DP 100	DGEBA	MP/DMP-30
Scotch-Weld DP 105	DGEBA/hydr. DGEBA	MP
Scotch-Weld DP 110	DGEBA/MBS	MP/PEPA

DGEBA	Diglycidylether des Bisphenol-A
DGEBF	Diglycidylether des Bisphenol-F
DGEBD	Diglycidylether des 1,4-Butandiol
hydr. DGEBA	hydrierter Diglycidylether des Bisphenol-A
MBS	Methylmethacrylat-Butadien-Styrol-Copolymer
DMDPTA	N,N-Dimethyldipropylentriamin
IPDA	Isophorondiamin
TMD	Trimethylhexamethylendiamin
DODT	3,6-Dioxa-1,8-octandithiol
TTDD	4,7,10-Trioxa-1,13-tridecandiamin
MP	(Poly-)Mercaptanpolymer
DMP-30	2,4,6-Tri-(dimethylamino-methyl)phenol
PAPM	Polyamin-Polymercaptan-Copolymer
PEPA	Polyethylenpolyamid

Die Verarbeitungseigenschaften variieren zwischen den Epoxidharzklebstoffen, bewegen sich aber in einer akzeptablen Bandbreite. Von Bedeutung sind die Viskosität und die Verarbeitungsdauer. Die Viskosität, die sich kurz nach der Mischung einstellt, liegt zwischen 150 mPa·s (Araldite 2020) und 65.000 mPa·s (Scotch-Weld DP 110). Die angegebene Verarbeitungsdauer unter Raumtemperatur schwankt klebstoffabhängig zwischen 3 Minuten (Scotch-Weld DP 100) und etwa 100 Minuten (Araldite 2011).[102]

[101] Vergleiche Sicherheitsdatenblätter der Einzelkomponenten. Das Verzeichnis der zugrunde gelegten Sicherheitsdatenblätter findet sich im Literaturverzeichnis unter Kapitel 10.3.

[102] Vergleiche Technische Datenblätter der Klebstoffe. Das Verzeichnis der zugrunde gelegten Technischen Datenblätter findet sich im Literaturverzeichnis unter Kapitel 10.3.

Die Klebstoffe wurden jeweils unter Normalklima 23/50[103] verarbeitet und anschließend unter moderater Temperaturerhöhung ausgehärtet. Die Temperaturerhöhung dient zur beschleunigten Aushärtung und soll den Reaktionsumsatz und den Vernetzungsgrad erhöhen. Die angegebenen Aushärtebedingungen orientieren sich an den Herstellerempfehlungen[104] und wurden durch weiterführende eigene Untersuchungen[105] evaluiert. Die Tafel 3.2 gibt eine Übersicht über die verwendeten Aushärtebedingungen.

Tafel 3.2
Übersicht der Aushärtebedingungen.

Bezeichnung	Aushärtebedingung
Araldite 2011	120 min, +60 °C
Araldite 2020	240 min, +60 °C
Loctite Hysol 3430	150 min, +60 °C
Loctite Hysol 9483	150 min, +60 °C
Loctite Hysol M-31CL	150 min, +60 °C
Scotch-Weld DP 100	150 min, +60 °C
Scotch-Weld DP 105	150 min, +60 °C
Scotch-Weld DP 110	150 min, +60 °C

3.3 Kalk-Natronsilikatglas

3.3.1 Grundlegende Eigenschaften

Glasige Werkstoffe verhalten sich zwar wie Festkörper, allerdings handelt es sich im thermodynamischen Sinne um unterkühlte, erstarrte Flüssigkeiten. Während der Abkühlung der Glasschmelze steigt die Viskosität[106] überproportional an. Bei Raumtemperatur erreicht die Viskosität eine Größenordnung von etwa 10^{20} dPa·s, weshalb die Relaxationszeit bei Raumtemperatur nahezu unendlich groß wird. Der Werkstoff verhält sich bis zum Erreichen der Bruchdehnung idealelastisch. Allerdings fehlt ihm dabei das Vermögen lokale Spannungsspitzen durch Plastifizierung abzubauen. Ein

[103] Vergleiche Norm EN ISO 291.

[104] Die grundlegenden Informationen zur Aushärtung der Klebstoffe entstammen den Technischen Datenblättern. Die verwendeten Aushärtebedingungen können von den Angaben der Hersteller abweichen. Das Verzeichnis der zugrunde gelegten Technischen Datenblätter findet sich im Literaturverzeichnis unter Kapitel 11.3.

[105] Ausgewählte Ergebnisse wurden in Weller 2010 und Weller 2011c veröffentlicht.

[106] Die Viskosität ist eine Stoffeigenschaft, die den Fließwiderstand gegenüber einer Spannung beschreibt. Die Viskosität wird in der Einheit Dezipascalsekunde (dPa·s) angegeben. Vergleiche Norm ISO 7884-1 insbesondere zu Begriffen des Temperatur-Viskositäts-Verhaltens von Glas.

Bruch tritt daher spontan und ohne Vorankündigung ein. Wie bei allen spröden Werkstoffen ist der Begriff der Festigkeit daher keine reine Materialeigenschaft. Vielmehr ist die Festigkeit vom Vorhandensein und von der Verteilung verschiedener struktureller Fehler abhängig. Die theoretische Festigkeit[107] von 6.500 bis 8.000 N/mm^2 wird durch Gefügediskontinuitäten sowie durch mikroskopische und makroskopische Strukturfehler deutlich reduziert. Die geprüften Biegezugfestigkeiten von Basisgläsern fallen daher in einen Bereich von 30 bis 80 N/mm^2. Für Basisgläser aus Kalk-Natronsilikatglas werden die physikalischen Eigenschaften in der Norm EN 572-1 angegeben und in Tafel 3.3 zusammengefasst.[108]

Eigenschaft	Zahlenwert und Einheit
Spezifisches Gewicht	2.500 kg/m^3
Elastizitätsmodul	70.000 N/mm^2
Querdehnzahl	0,2
Mittlerer thermischer Ausdehnungskoeffizient	$9{,}0 \cdot 10^{-6}$

Tafel 3.3
Ausgewählte Eigenschaften von Kalk-Natronsilikatglas. Vergleiche Norm EN 572-1.

Für rechnerische Nachweise ist für die Querdehnzahl gemäß DIN 18008-1 ein Wert von 0,23 anzusetzen.

3.3.2 Zusammensetzung und Struktur

Definitionsgemäß sind technische Gläser mehrheitlich anorganische, vorzugsweise oxidische, nichtkristalline Werkstoffe. Die Bestandteile des Glases werden entsprechend ihrer Funktion einem der drei Grundbausteine Netzwerkbildner, Netzwerkwandler oder Zwischenoxide zugeteilt. Die Netzwerkbildner[109] sind in der Lage, im Zusammenspiel mit Sauerstoff ein dreidimensionales Netzwerk zu entwickeln und geben dem Glas seine grundlegende Molekülstruktur. Die Netzwerkwandler sind Oxide, die die Netzwerkstruktur der Bildneroxide aufbrechen und dadurch dessen Eigenschaften verändern. Zu den Netzwerkwandlern zählen die

[107] Die theoretische Festigkeit lässt sich unter Annahme eines kompakten Körpers aus den Atom- und Ionenbindungen der Glasstruktur berechnen. Vergleiche Petzold 1990, Seite 35 ff.

[108] Vergleiche Lohmeyer 1987, Petzold 1990 und Schaeffer 2014.

[109] Zu den Netzwerkbildnern oxidischer Gläser zählen die Kationen des Bors (B^{3+}), des Siliziums (Si^{4+}), des Germaniums (Ge^{4+}), des Phosphors (P^{5+}), des Arsens (As^{3+}) und des Antimons (Sb^{5+}).

Oxide der Alkali-[110] und Erdalkalimetalle[111]. Durch den Einbau der Alkalioxide lassen sich die Viskosität und die Schmelztemperatur verringern. Allerdings sinkt hierdurch auch die chemische Beständigkeit. Die Erdalkalioxide beeinflussen ebenfalls die Viskosität und sorgen gleichzeitig für eine Zunahme der chemischen Beständigkeit. Der letzte Grundbaustein sind die Zwischenoxide[112], die von ihrer Funktion zwischen Netzwerkbildnern und Netzwerkwandlern einzuordnen sind. Die Zwischenoxide beeinflussen Eigenschaften wie Viskosität, chemische Beständigkeit und Lichtbrechung.[113]

Die Flachgläser für das Bauwesen gehören in die Gruppe der Silikatgläser. Ihre bekanntesten Vertreter sind das Kalk-Natronsilikatglas und das Borosilikatglas. Die nachfolgende chemische Zusammensetzung für Kalk-Natronsilikatglas wurde der Norm EN 572-1 entnommen.

Tafel 3.4
Chemische Zusammensetzung von Kalk-Natronsilikatglas. Vergleiche Norm EN 572-1.

	Massenanteil in %					
	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	Andere
Kalk-Natronsilikatglas	69 bis 74	0 bis 3	5 bis 14	0 bis 6	10 bis 16	0 bis 5

Genauer betrachtet weisen herkömmliche Kalk-Natrongläser einen grünlich-bläulichen Farbstich auf. Die Ursache liegt in geringfügigen Anteilen von Eisen(II)-oxid (FeO) und Eisen(III)-oxid (Fe_2O_3) in der chemischen Zusammensetzung. Man kann grundsätzlich zwei Ansätze verfolgen, um möglichst farbneutrale Glasprodukte zu erhalten. Zum einen ist dies die Verwendung eisenoxidarmer Ausgangsstoffe[114] und

[110] Typische Alkalioxide in oxidischen Gläsern sind Kaliumoxid (K_2O) und Natriumoxid (Na_2O).

[111] Als Erdalkalioxide werden beispielsweise Calciumoxid (CaO) und Magnesiumoxid (MgO) eingesetzt.

[112] Aluminiumoxid (Al_2O_3) und Titandioxid (TiO_2) sind Beispiele für Zwischenoxide.

[113] Vergleiche weiterführend Bargel 2012, Seite 359 ff. und Schaeffer 2014, Seite 28 ff.

[114] Der Eisengehalt im Glasgemenge ist weitestgehend auf Verunreinigungen der natürlichen Rohstoffe zurückzuführen. Zur Absenkung des Eisengehaltes in den Ausgangsstoffen müssen diese einzeln und in der Schmelze analysiert und gegebenfalls ausgetauscht werden. Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 393.

zum anderen besteht die Möglichkeit der chemischen[115] beziehungsweise physikalischen[116] Entfärbung. Zur Herstellung weitestgehend farblosen Glases sollte der Masseanteil des Eisens auf unter 0,02 % reduziert werden.[117]

Neben der chemischen Zusammensetzung dient vor allem die Molekülstruktur zur Erklärung wesentlicher Eigenschaften oxidischer Gläser. Genau diesen Ansatz verfolgt die Netzwerkhypothese, indem sie Strukturmodelle für verschiedene Gläser entwickelt. Als Netzwerkbildner der silikatischen Gläser dient überwiegend der SiO_4^{4-}-Tetraeder. Das zentral angeordnete Kation des Siliziums (Si^{4+}) ist von vier tetraedrisch angeordneten Anionen des Sauerstoffs (O^{2-}) umgeben. Da sich je zwei Si^{4+}-Ionen ein O^{2-}-Ion teilen, entsteht unter idealisierten Bedingungen eine gleichmäßige, dreidimensionale Struktur.

Im Strukturmodell weist aber lediglich der Quarzkristall (Bild 3.4, linke Seite oben) – auch als Bergkristall bekannt – eine regelmäßige Molekülstruktur auf. Wie der Quarzkristall besteht auch das reine Quarzglas (Bild 3.4, rechte Seite oben) – alternativ in der Literatur als Kieselglas zu finden – ausschließlich aus dem Netzwerkbildner Siliziumdioxid. Das Strukturmodell zeigt aber ein amorphes Gitter, das durch unregelmäßige Atomabstände und variierende Bindungswinkel geprägt ist. Technische Silikatgläser (Bild 3.4, linke Seite unten) ähneln in ihrer Molekülstruktur dem Aufbau des reinen Quarzglases. Auch bei Silikatglas ist ein unregelmäßiges Gitter der Netzwerkbildner zu erkennen. Ebenfalls dargestellt ist die Einbettung der Netzwerkwandler, die zu einer weiteren Veränderung der Netzwerkstruktur führen.

[115] Für die Farbwirkung ist der Oxidationszustand des Eisenoxides maßgebend. Die Überführung von (Fe^{2+})- zu (Fe^{3+})-Ionen erfolgt unter Zuhilfenahme von Oxidationsmitteln. Der Farbeffekt ändert sich dadurch von grünlich-bläulich zu schwach gelblich. Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 393 ff.

[116] Die physikalische Entfärbung basiert auf der Zugabe von Färbemitteln. Die Missfärbung des Glases wird durch die Verwendung komplementär färbender Metalloxide ausgeglichen. Die erzielte Farbneutralität geht mit einem allgemeinen Transmissionsverlust einher. Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 396 f.

[117] Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 391 ff.

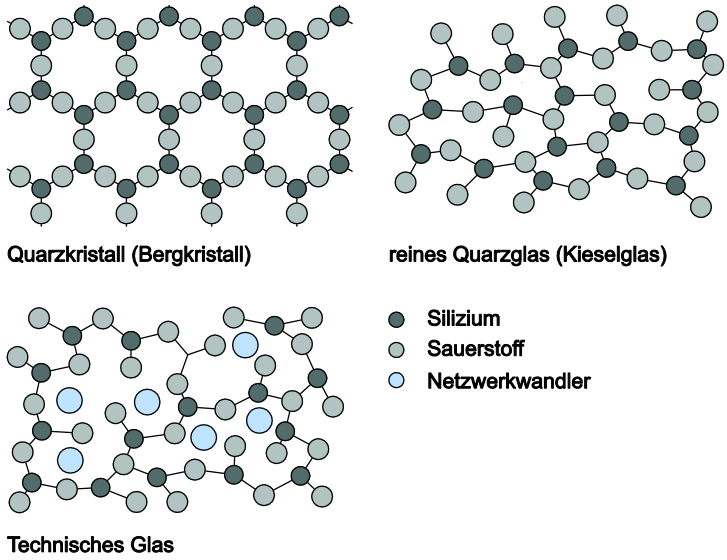


Bild 3.4
Molekülstruktur von Quarzkristall, reinem Quarzglas und technischem Silikatglas nach Netzwerkhypothese. Vergleiche Bargel 2012, Seite 360.

3.3.3 Herstellung von Flachglas

Die Basisgläser aus Kalk-Natronsilikatglas werden weitestgehend im Floatverfahren[118] (Bild 3.5) hergestellt. Die ungefähr 1.050 °C bis 1.100 °C heiße Glasschmelze fließt hierbei aus dem Schmelzofen über den Lippstein auf ein flüssiges Metallbad aus Zinn. Die Glasschmelze erstarrt langsam, während sie kontinuierlich über das Zinnbad gezogen wird. Um eine Oxidation zu vermeiden, wird die abgeschlossene Kammer mit einer reduzierenden Atmosphäre aus Stickstoff und wenigen Volumenanteilen Wasserstoff betrieben. Die Heizelemente sorgen für einen gleichmäßigen Temperaturverlauf innerhalb der Kammer. Abgeschlossen wird das Floatverfahren durch einen Kühlofen, der das Glasband spannungsfrei auf Raumtemperatur abkühlt.

Diejenige Glasoberfläche, die verfahrensbedingt während des Floatverfahrens mit dem Zinnbad in Berührung kommt, wird Zinnbadseite[119] genannt. Durch den Kontakt mit dem Zinnbad kommt es in geringem Maße zur Reaktion der Glasschmelze mit dem Zinn. Die in den oberflächennahen Schichten (0,01 mm bis 0,02 mm) verbleibenden Zinnionen

[118] Zum Floatverfahren (englisch: float „schweben, schwimmen“) vergleiche beispielsweise Schaeffer 2014, Seite 143 ff.

[119] Zur Identifikation wird die Glasoberfläche durch ultraviolettes Licht angeregt. Die Zinnbadseite kennzeichnet dabei eine bläulich-weiße Fluoreszenz.

führen zu veränderten Oberflächeneigenschaften. Die gegenüberliegende Glasoberfläche heißt Atmosphärenseite. Hier kommt es in geringem Maße zur Reaktion der Glasschmelze mit dem Wasserstoffanteil der reduzierenden Atmosphäre. Die chemische Zusammensetzung der oberflächennahen Schichten und damit verbunden die Eigenschaften der Oberflächen hängt unter anderem von der Verweilzeit in der Floatkammer ab. Zwischen der Verweilzeit und der Dicke des hergestellten Glases besteht ein unmittelbarer Zusammenhang, da die Dicke über die Ziehgeschwindigkeit des Glasbandes geregelt wird. Daher schwankt die chemische Zusammensetzung der Oberfläche bei Gläsern mit unterschiedlicher Glasdicke. In Tafel 3.5 ist exemplarisch die chemische Zusammensetzung der Oberflächen und des Kerns einer 6 mm dicken Floatglasscheibe angegeben.[120]

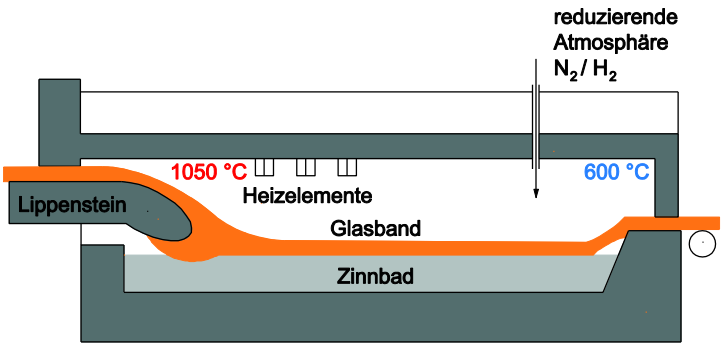


Bild 3.5
Schematische Darstellung der Floatkammer. Vergleiche Schaeffer 2014, Seite 145.

Die veränderten Oberflächenzusammensetzungen haben keinen unmittelbaren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Glases. Allerdings können Auswirkungen auf das adhäsive Verhalten erwartet werden. Insbesondere die durch die Reaktion der Glasschmelze mit Zinn und die durch die anschließende Oxidation verbleibende Zinnoxidschicht (SnO_2) sollte beachtet werden.

[120] Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 496 ff.

	Massenanteil in %									
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	SO_3	SnO_2
Atmosphärenseite	74,14	0,69	0,08	0,02	8,4	3,47	12,95	0,17	0,08	
Kern	72,79	0,67	0,08	0,02	8,76	3,56	13,72	0,17	0,23	
Zinnbadseite	72,79	0,66	0,07	0,02	8,79	3,55	12,85	0,17	0,11	0,88

Tafel 3.5
Chemische Zusammensetzung der Glasoberflächen und des Kerns eines 6 mm dicken Floatglases. Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 497.

Bei Untersuchungen mit strahlungshärtenden Acrylatklebstoffen wurde eine festigkeitsmindernde Wirkung der Zinnbadseite gegenüber der Atmosphärenseite festgestellt. Dies betraf sowohl die Anfangs- als auch die Restbruchfestigkeit nach Umweltsimulation.[121] Eine andere Studie unter Verwendung von Klebstoffen aus mehreren Klebstoffgruppen kam zu teils abweichenden Ergebnissen.[122] Erschwerend für die Betrachtung des adhäsiven Verhaltens einer zinnbadseitigen Klebung ist, dass die Zinnoxidschicht nicht homogen über die Oberfläche verteilt ist und in ihrer Schichtdicke variiert.[123]

3.3.4 Prozess der thermischen Vorspannung

Durch Vorspannung können die mechanische Belastbarkeit und die thermische Beständigkeit des Basisglases verbessert werden. Die Vorspannung wirkt als permanenter Eigenspannungszustand mit Druckspannung an der Glasoberfläche und Zugspannung im Kern. In Abhängigkeit von Vorspanngrad und Bruchbild unterscheidet man Teilvorgespanntes Glas[124] (TVG) und Einscheibensicherheitsglas[125]

[121] Vergleiche Tasche 2007, Seite 116 f.

[122] Vergleiche Hüther 1995, Seite 127 ff.

[123] Vergleiche Hüther 1995, C. Kothe 2013, Tasche 2007, Seite 116 f.

[124] Teilvorgespanntes Glas zeichnet sich durch eine charakteristische Prüfbiegezugfestigkeit von mindestens 70 N/mm² und durch ein grobes Bruchbild aus. Vergleiche Norm EN 1863-1 und allgemeine bauaufsichtliche Zulassung des Herstellers.

[125] Einscheibensicherheitsglas besitzt eine charakteristische Prüfbiegezugfestigkeit von mindestens 120 N/mm². Das Bruchbild zeichnet sich durch kleine, würfelartige Bruchstücke mit geringer Schnittverletzungsgefahr aus. Vergleiche Norm EN 12150-1 und Bauregelliste A, Teil 1, Nr. 11.12.

(ESG). Die schematische Verteilung der Vorspannung ist in Bild 3.6 dargestellt.[126]

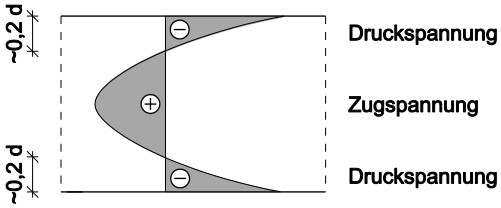


Bild 3.6
Permanenter Eigenspannungszustand thermisch vorgespannter Gläser.

Für großformatige Flachgläser hat sich insbesondere das Verfahren der thermischen Vorspannung (Bild 3.7) durchgesetzt. Hierfür wird das Basisglas zuerst soweit erwärmt, dass seine Temperatur zwischen Transformations-[127] und Erweichungstemperatur[128] liegt. Anschließen wird es durch Anblasen mit kalter Luft kontrolliert abgeschreckt und baut hierbei den charakteristischen Eigenspannungsverlauf auf.

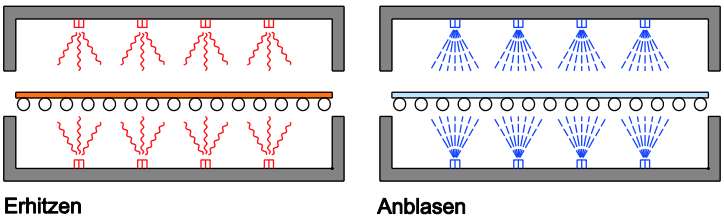


Bild 3.7
Schematische Darstellung des thermischen Vorspannprozesses. Vergleiche Wörner 2001, Seite 10.

Der Vorspannprozess lässt sich gut anhand des Interaktionsvorgangs zwischen Temperaturverlauf und Eigenspannungsprofil erläutern. Zu Beginn muss die Viskosität des Glases so niedrig sein, dass innere Spannungen schnell relaxieren. Gleichzeitig sollte sie mindestens so hoch sein, dass sich die Gläser ohne Verformungen handhaben lassen. Vor Beginn des Abschreckens ist das Glas zähflüssig und eigenspannungsfrei (Bild 3.8, erster Prozessschritt). Durch das Anblasen entsteht eine Temperaturdifferenz zwischen Glasoberfläche und Kern. Zuerst steigt die Viskosität der

[126] Für weiterführende Informationen sei auf G. Siebert 2012, Weller 2013a und Wörner 2001 verwiesen.

[127] Die Transformationstemperatur ist eine Kenngröße zur Beschreibung des temperaturabhängigen Zähigkeitsverlaufs von Gläsern. Der Transformationstemperatur wird in der Norm ISO 7884-1 eine Nichtgleichgewichts-Viskosität von $10^{13,3}$ dPa·s zugewiesen. Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 7 f.

[128] Die Erweichungstemperatur ist eine weitere Kenngröße zur Beschreibung des temperaturabhängigen Zähigkeitsverlaufs. Für ihre Viskosität wird in der Norm ISO 7884-1 ein Bereich von $10^{7,5}$ bis 10^{8} dPa·s angegeben. Vergleiche Jebsen-Marwedel 2011, Seite 7 f.

Glasoberfläche stark an, so dass die Glasoberfläche zunehmend vom zähflüssigen in den zähfesten Zustand übergeht, während der Kern noch zähflüssig ist. In den ersten beiden Sekunden des Abschreckens können sich daher an der Oberfläche Zugspannungen entwickeln (Bild 3.8, zweiter Prozessschritt).

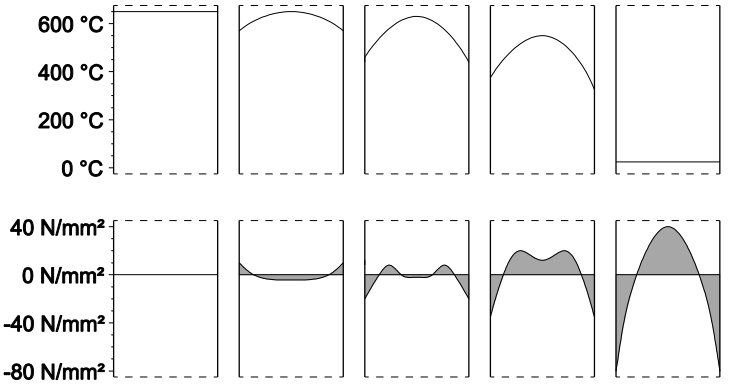


Bild 3.8
Vorspannprozess. Interaktionsvorgang zwischen Temperaturverlauf und Spannungsprofil während des Abschreckens. Vergleiche Lohmeyer 1987, Seite 184.

Nach etwa 6 Sekunden wird die maximale Temperaturdifferenz erreicht. Zu diesem Zeitpunkt hat sich die Viskosität weiter erhöht und die Glasoberflächen sind in den festen Aggregatzustand übergegangen. Im Kern ist das Glas noch zähflüssig. Die Zugspannungen an der Oberfläche haben sich abgebaut und leichte Druckspannungen haben sich aufgebaut (Bild 3.8, dritter Prozessschritt). Die Temperaturdifferenz zwischen Oberfläche und Kern erreicht ihren höchsten Wert und nimmt dann kontinuierlich wieder ab. Das Glas im Kern ist nach etwa 10 Sekunden zähfest (Bild 3.8, vierter Prozessschritt) und geht anschließend in den festen Aggregatzustand über. Durch die höhere Abkühlrate des Kerns gegenüber der Oberfläche bauen sich bis zum Endzustand (Bild 3.8, fünfter Prozessschritt) zunehmend höhere Druckspannungen auf.[129]

3.3.5 Besonderheiten der Versuchsgläser

Für die Untersuchung der Glas-Metall-Verbindung werden Metallzylinder stirnseitig auf kleinformatige, quadratische Glasplatten geklebt. Aufgrund der erreichten Festigkeit der geklebten Verbindung ist die Verwendung thermisch vorgespannten Kalk-Natronsilikatglases notwendig. Die Druckvor-

[129] Vergleiche weiterführend Laufs 2000, Seite 25 f. und Lohmeyer 1987, Seite 183 ff.

spannung und das Bruchbild sollen dem herkömmlichen Einscheibensicherheitsglases entsprechen. Die Glasplatten für die Vorversuche zur Klebstoffauswahl haben eine Nenndicke von 8 mm und eine Kantenlänge von jeweils 75 mm. Für alle weiterführenden Versuche wurde die Nenndicke auf 15 mm und die Kantenlänge auf 100 mm erhöht.[130]

Die thermische Vorspannung der Versuchsgläser erfolgte in einem Kleinvorspannofen[131]. Allerdings weisen Versuchsgläser hierbei, insbesondere die Gläser mit der Nenndicke 15 mm, ein für den thermischen Vorspannprozess ungünstiges Dicken-Kantenlängen-Verhältnis auf. Üblicherweise wird die Konformität des hergestellten Einscheibensicherheitsglases durch die qualitative Überprüfung des Bruchbildes und durch die quantitative Bestimmung der Biegezugfestigkeit nachgewiesen.



Bild 3.9
Prüfung des Bruchbildes. Versuchsglas mit 15 mm Nenndicke und 100 mm Kantenlänge.

Nach Anschlagen der Versuchsscheiben zeigten beide Formate das für Einscheibensicherheitsglas typische Bruchbild. In Bild 3.9 ist beispielhaft das Bruchbild eines der 15 mm dicken Gläser dargestellt.

[130] Derartige Glasformate können in einem herkömmlich horizontal arbeitenden Vorspannofen nicht verarbeitet werden, da der Abstand der Laufrollen zu groß ist. Die Hersteller thermisch vorgespannter Gläser beschränken die Kleinstformate normalerweise auf 300 mm x 200 mm.

[131] Das grundlegende Funktionsprinzip des Vorspannprozesses bleibt auch im Kleinvorspannofen erhalten. Die Abmessungen der Vorrichtung sind auf kleine Glasformate angepasst. Zur Prozesssicherheit des Verfahrens und zur Reproduzierbarkeit des Eigenspannungszustands liegen keine Erkenntnisse vor.

Bei thermisch vorgespannten Gläsern mit normalen Abmessungen herrscht in weiten Bereichen der Plattenmittelfläche ein homogener und isotroper Eigenspannungszustand vor. Entlang der freien Glaskante bilden sich kantenparallele Druckmembranspannungen. Aus Gleichgewichtsgründen sind die Eigenspannungen senkrecht zur Glaskante null. Die Einflusstiefe der Druckvorspannung an der freien Glaskante ist etwa verhältnisgleich zur Glasdicke. Im Bereich der Plattenecke werden die Spannungstrajektorien der Kantenmembranspannung umgelenkt. Der gestörte Bereich in der Plattenecke kann etwa das Dreifache der Glasdicke erreichen.[132]

Mithilfe einer Polfilteruntersuchung[133] wurde die Homogenität der thermischen Vorspannung untersucht. Bild 3.10 und Bild 3.11 zeigen die durch die Doppelbrechung des polarisierten Lichtes hervorgerufenen Isochromaten. Dargestellt sind die Versuchsgläser (jeweils auf der linken Seite angeordnet) im Vergleich mit einer Referenzglasscheibe (jeweils auf der rechten Seite angeordnet). Die Referenzscheibe besteht aus Einscheibensicherheitsglas mit der Nenndicke 8 mm und besitzt Abmessungen von 1100 mm x 360 mm.

Grundsätzlich weisen alle untersuchten Glasscheiben den für thermisch vorgespannte Gläser charakteristischen Isochromatenverlauf in der Plattenecke auf. Der gestörte Bereich breitet sich auf einer Länge von etwa dem Zwei- bis Dreifachen der Glasdicke aus. Aufgrund der Geometrie der Versuchsgläser kann lediglich der Bereich, der für die Klebverbindung genutzt wird, als nahezu ungestört betrachtet werden.

[132] Vergleiche Laufs 2000, Seite 67 ff.

[133] Die Polfilteruntersuchung nutzt die spannungsoptischen Eigenschaften – insbesondere den Effekt der Doppelbrechung – vorgespannter Gläser. Die Versuchsgläser werden auf der abgewandten Seite polarisiertem Weißlicht ausgesetzt. Als Aufnahmegerät dient eine Spiegelreflexkamera mit aufgestecktem Polfilter. Isochromaten kennzeichnen Inhomogenitäten des Eigenspannungszustandes. Eine konstante Differenz der Hauptspannungen ist als farbgleicher Bereich wahrnehmbar. Vergleiche weiterführend Aben 1993, Seite 51 ff. und Feldmann 2012.

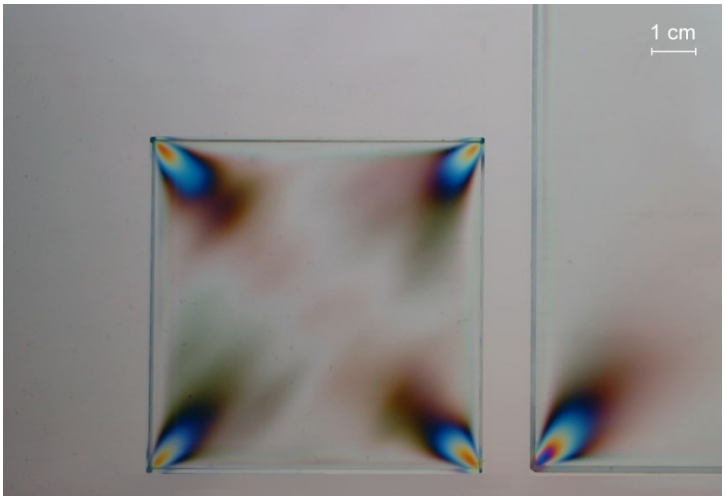


Bild 3.10
Polfilteruntersuchung des Versuchsglases mit der Nenndicke 8 mm im Vergleich zu einer thermisch vorgespannten Referenzscheibe mit der Nenndicke 8 mm.

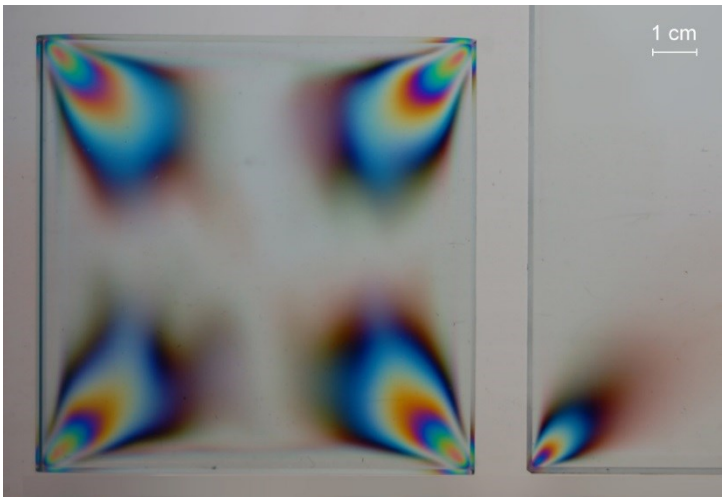


Bild 3.11
Polfilteruntersuchung des Versuchsglases mit der Nenndicke 15 mm im Vergleich zu einer thermisch vorgespannten Referenzscheibe mit der Nenndicke 8 mm.

Zur Überprüfung des Eigenspannungszustands in Plattenmitte wurde mithilfe der Streulichtmethode[134] der Spannungsverlauf in Dickenrichtung bestimmt. Die mittlere eingeprägte Oberflächendruckspannung lag für die 8 mm dicken Versuchsgläser bei -100 N/mm^2. Die Versuchsgläser mit der Nenndicke 15 mm erreichten einen mittleren Wert der eingeprägten Oberflächendruckspannung von -89 N/mm^2. Die Ergebnisse der beiden Glasformate weisen im Vergleich mit

[134] Für die spannungsoptische Messung in Dickenrichtung stand das Messgerät Scalp-04 zur Verfügung. Hinsichtlich gerätetechnischer Einzelheiten vergleiche GLASSTRESS 2010. Für die Beschreibung der Streulichtmethode vergleiche Aben 1993, Seite 79 ff., Feldmann 2012 und Laufs 2000, Seite 64 ff.

publizierten Werten[135] eine für Einscheibensicherheitsglas tendenziell zu niedrige Vorspannung auf. Allerdings sind die ermittelten Werte aufgrund der Nähe zwischen der Messstelle und der Störung des Eigenspannungszustands in den Plattenecken mit einer gewissen Zurückhaltung zu betrachten.

3.4 Nichtrostende austenitische Stähle

3.4.1 Grundlagen

Eine wesentliche Voraussetzung für die Beständigkeit und Dauerhaftigkeit einer Klebverbindung ist die Stabilität der Fügeteilwerkstoffe gegenüber Umwelteinwirkungen. Eine der herausragenden Eigenschaften von nichtrostenden Stählen ist deren Korrosionswiderstand unter atmosphärischen Bedingungen. Der Korrosionswiderstand beruht dabei auf einer passivierbaren Stahloberfläche[136]. Diese Passivierungsschicht führt zu einer inerten Oberfläche. Das verringerte Reaktionsvermögen verleitet zur Hypothese einer begrenzten Klebeignung. Trotz alledem konnte die Klebeignung nichtrostender Stähle vielfach nachgewiesen werden und hängt unter anderem vom verwendeten Klebstoff ab.[137]

3.4.2 Zusammensetzung

Als metallische Fügepartner kommen wegen der bauaufsichtlichen Genehmigungsfähigkeit vor allem nichtrostende austenitische Stähle[138] in Betracht, für die eine allgemeine bauaufsichtliche Zulassung[139] verfügbar ist. Nichtrostende Stähle werden nach ihrer chemischen Zusammensetzung eingeteilt. Weitere charakterisierende Kenngrößen sind etwa

[135] Nachfolgende Ergebnisse für die Oberflächendruckspannung in Zone 1 (Plattenfläche) wurden aus Laufs 2000, Seite 67 ff. entnommen. Für Einscheibensicherheitsglas der Nenndicke 10 mm wurde ein mittlerer Wert von -118 N/mm^2 ermittelt. Der maximale Wert lag bei -96 N/mm^2 der minimale Wert lag bei -154 N/mm^2. Bei Einscheibensicherheitsglas mit 15 mm Nenndicke wurde der mittlere Wert zu -126 N/mm^2 bestimmt. Die Einzelwerte fielen in den Bereich von -90 N/mm^2 bis -158 N/mm^2.

[136] An der Metalloberfläche bildet sich durch Oxidation des sauerstoffaffinen Chroms eine Passivierungsschicht, die vor korrosivem Angriff schützt. Unter normalen atmosphärischen Bedingungen wird hierdurch die weitere Oxidation des Metalls verhindert. Vergleiche beispielsweise Bargel 2012, Seite 76 f.

[137] Vergleiche Habenicht 2009, Seite 634 f. und Merkblatt SIZ 2012.

[138] Austenitische Stähle basieren auf Eisen-Kohlenstoff-Mischkristallen.

[139] Vergleiche allgemeine bauaufsichtliche Zulassung Z-30.3-6.

der Korrosionswiderstand, die Festigkeitsklasse, die Zerspanbarkeit und die Schweißeignung. Die Korrosionsbeständigkeit hängt vor allem vom Legierungsgehalt der Elemente Chrom (Cr) und Molybdän (Mo) ab. Nichtrostende Stähle werden definiert über einen Mindestgehalt von 10 % an Chrom und über einen Höchstanteil an Kohlenstoff (C) von 2 %. Die wesentlichen Bestandteile von vier bauaufsichtlich zugelassenen Werkstoffen mit mäßigem Korrosionswiderstand[140] sind in Tafel 3.6 angegeben.[141]

Stahlbezeichnung		Massenanteil in %									
Legierung	W.-Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N	Cu	Ti
X5CrNi18-10	1.4301	0,07	1	2	0,045	0,03	17,5 bis 19,5	8 bis 10,5	0,1	0	0
X2CrNi18-9	1.4307	0,03	1	2	0,045	0,03	17,5 bis 19,5	8 bis 10,5	0,1	0	0
X3CrNiCu18-9-4	1.4567	0,04	1	2	0,045	0,03	17 bis 19	8,5 bis 10,5	0,1	3 bis 4	0
X6CrNiTi18-10	1.4541	0,08	1	2	0,045	0,03	17 bis 19	9 bis 12	0	0	0,4 bis 0,7

Tafel 3.6
Chemische Zusammensetzung von vier bauaufsichtlich zugelassenen nichtrostenden Stählen. Vergleiche Norm EN 10088-5.

3.4.3 Grundlegende Eigenschaften

Der Elastizitätsmodul ist für alle vier Werkstoffe identisch und liegt bei 200.000 N/mm^2. Die allgemeine bauaufsichtli-

[140] Die Tabelle 1 der Anlage 1 zur allgemeinen bauaufsichtlichen Zulassung Z-30.3-6 listet fünf legierte Stähle mit mäßigem Korrosionswiderstand auf. Bevorzugt sollten diese im Innenbereich verwendet werden. Bei einer Außenanwendung ist auf einen geringen bis mittleren Chloridgehalt der Umgebung, auf eine geringe Belastung mit redoxwirksamen Stoffen und auf die Zugänglichkeit der Konstruktion zu achten. Der nichtrostende Stahl X2CrNiN18-7 (Werkstoffnummer 1.4318) wird nicht näher betrachtet, da es sich bei diesem Stahl um eine Sondergüte handelt, die nur auf Anfrage gefertigt wird und normativ nicht spezifiziert ist.

[141] Vergleiche Bargel 2012, Seite 175 ff. und Norm EN 10020.

che Zulassung Z-30.3-6 legt für den rechnerischen Nachweis einen Wert von 170.000 N/mm² fest, da in Abhängigkeit von Spannungsniveau der Sekantenmodul als geeignete Kenngröße gilt. Die anzusetzende Querdehnzahl ist 0,30. Der mittlere thermische Ausdehnungskoeffizient beträgt $16 \cdot 10^{-6}$ K^{-1}. Das spezifische Gewicht liegt bei $7{,}9 \cdot 10^{3}$ kg/m³. In der nachfolgenden Tafel sind die Mindestwerte der Streckgrenze[142] und der Zugfestigkeit für den lösungsgeglühten Zustand zusammengestellt.[143]

Tafel 3.7
Charakteristische Eigenschaften für den lösungsgeglühten Zustand der vier nichtrostenden Stähle. Vergleiche allgemeine bauaufsichtliche Zulassung Z-30.3-6.

Stahlbezeichnung		Streckgrenze [N/mm²]	Zugfestigkeit [N/mm²]
Legierung	W.-Nr.		
X5CrNi18-10	1.4301	190	500
X2CrNi18-9	1.4307	190	500
X3CrNiCu18-9-4	1.4567	175	450
X6CrNiTi18-10	1.4541	190	500

Die in verschiedenen Datenblättern[144] dokumentierten typischen Werte der Streckgrenze und der Zugfestigkeit sind oft deutlich höher als die in Tafel 3.7 angegeben Mindestwerte. Darüber hinaus können die nichtrostenden austenitischen Stähle kaltverfestigt werden. Die allgemeine bauaufsichtliche Zulassung führt die zusätzlichen Festigkeitsklassen S 275, S 355, S 460 und S 690 ein. Allerdings werden nicht alle Festigkeitsklassen für alle Legierungen angeboten und die möglichen Abmessungen der Halbzeuge reduzieren sich mit aufsteigender Festigkeitsklasse. Unter den betrachteten vier Legierungen ist für den nichtrostenden Stahl 1.4301 die beste Verfügbarkeit gegeben.[145]

3.4.4 Verarbeitbarkeit

Neben den mechanischen Eigenschaften und der Verfügbarkeit spielt auch die Verarbeitbarkeit eine wesentliche Rolle

142 Für den Wert der Streckgrenze wird in der allgemeinen bauaufsichtlichen Zulassung Z-30.3-6 der Mindestwert der 0,2 %-Dehngrenze verwendet.

143 Vergleiche die Normen EN 10088-1 und EN 10088-5 und die allgemeine bauaufsichtliche Zulassung Z-30.3-6.

144 Vergleiche beispielsweise die Datenblätter TDB 1.4301, TDB 1.4307, TDB 1.4541 und TDB 1.4567.

145 Vergleiche Norm EN 10088-5 und allgemeine bauaufsichtliche Zulassung Z-30.3-6.

bei der Werkstoffauswahl. Die Tafel 3.8 zeigt in Abhängigkeit vom Werkstoff die Verarbeitbarkeit für die Fertigungsverfahren Spanen, Schweißen und Schmieden.

Stahlbezeichnung		Zerspanbarkeit	Schweißeignung	Schmiedbarkeit
Legierung	W.-Nr.			
X5CrNi18-10	1.4301	Mittel	Ausgezeichnet	Gut
X2CrNi18-9	1.4307	Mittel	Ausgezeichnet	Gut
X3CrNiCu18-9-4	1.4567	Schlecht	Gut	Gut
X6CrNiTi18-10	1.4541	Schlecht	Ausgezeichnet	Mittel

Tafel 3.8
Verarbeitbarkeit. Vergleiche beispielsweise die Datenblätter TDB 1.4301, TDB 1.4307, TDB 1.4541 und TDB 1.4567.

Für die geplante Anwendung ist vor allem die Zerspanbarkeit von Bedeutung. Zu den spanenden Verfahren zählen das Bohren, das Fräsen und das Drehen. Die Zerspanbarkeit wird mithilfe der vier Kriterien Standzeit des Werkzeugs, Zerspankraft, Oberflächengüte und Spanbildung beurteilt. Die nichtrostenden austenitischen Stähle sind aufgrund ihrer Legierung nur bedingt geeignet für das Zerspanen. Pro bleme bereiten die Zähigkeit der Stähle und das Anhaften am Schneidwerkzeug. Darüber hinaus kommt es während des Zerspanens zur Kaltverfestigung der Oberfläche. Insbesondere beim nichtrostenden Stahl 1.4567 mit Kupferzusatz sowie beim titanstabilisierten nichtrostenden Stahl 1.4541 liegt eine schlechte Zerspanbarkeit vor.[146]

3.4.5 Werkstoffauswahl

Die Werkstoffauswahl fiel auf den nichtrostenden austenitischen Stahl mit der Legierung X5CrNi18-10 (Werkstoffnummer 1.4301). Die Begründung liegt im hinreichenden Korrosionswiderstand, in der mittleren Zerspanbarkeit und nicht zuletzt in der uneingeschränkten Verfügbarkeit dieser Legierung sowohl in lösungsgeglühter als auch in unterschiedlichen kaltverfestigten Stahlgüten.

Die Prüfkörper wurden aus lösungsgeglühtem nichtrostendem Stahl der Festigkeitsklasse S 235 hergestellt. Die Streckgrenze beträgt mindestens 190 N/mm^2 und die Zugfestigkeit liegt oberhalb von 500 N/mm^2. Da sich diese nor-

[146] Vergleiche weiterführend Denkena 2011 und Merkblatt SIZ 2014.

mativen Mindestwerte von den typischen Werten unterscheiden können, wurden die Zugeigenschaften nach Norm EN ISO 6892-1 bestimmt. Im nachfolgenden Diagramm (Bild 3.12) ist die gemittelte Zugspannungs-Längsdehnungs-Kurve für den Prüfkörperwerkstoff dargestellt. Wie deutlich zu erkennen ist, liegen die mittlere Streckgrenze und die mittlere Zugfestigkeit oberhalb der festgelegten Mindestwerte. Der Zugelastizitätsmodul beträgt 169.000 N/mm^2.

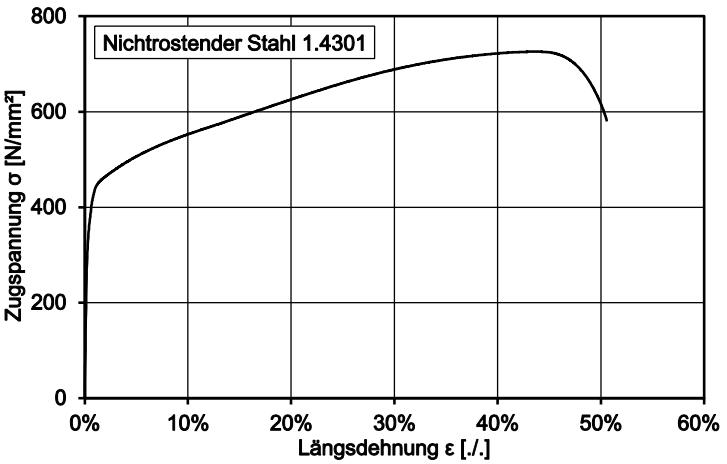


Bild 3.12
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm des für die Versuche verwendeten lösungsgeglühten nichtrostenden Stahls 1.4301.

3.5 Anforderungsprofil

3.5.1 Anwendungsszenario

Die vorliegende Arbeit verfolgt nicht das Ziel, konstruktive Details für geklebte Punkthalter auszuarbeiten oder ein Berechnungs- und Bemessungskonzept zu erstellen. Die nachfolgenden Ausführungen dienen lediglich dazu, aus einem fiktiven Anwendungsszenario wesentliche Anforderungen an den Klebstoff und an die Klebverbindung abzuleiten sowie diese in überprüfbare Qualitätsmerkmale zu überführen. Die Grundsätze des beanspruchungsgerechten Konstruierens von Klebverbindungen[147] werden beachtet.

Als Anwendungsszenario soll eine Vertikalverglasung mit geklebten Punkthaltern dienen, wie diese beispielsweise in Vorhangfassaden, in Trennwandsystemen oder in der äußeren Fassadenebene von Doppelfassaden vorkommen könnte. Diese soll neben ständigen auch durch gängige veränderliche Lasten beansprucht sein. Horizontale Nutzlasten

[147] Vergleiche Schadow 2006.

sowie eine absturzsichernde Funktion bedürfen einer getrennten Betrachtung und sind nicht Bestandteil des Anwendungsszenarios. Hinsichtlich der Geometrie und der Leistungsfähigkeit dienen konventionelle Tellerhalter als Referenz. Einschränkungen für die einwirkenden Umwelteinflüsse oder für den Einsatztemperaturbereich werden nicht getroffen.

Die Vermeidung von Zwangsbeanspruchungen durch eine statisch bestimmte Lagerung ist, mehr noch als bei konventionellen Punkthaltern, von übergeordneter Bedeutung beim Konstruieren von geklebten Punkthaltern. Folgende Zitate sind der Norm DIN 18008-3 entnommen:

> „Die Verglasungskonstruktionen sind so zu gestalten, dass die Glasscheiben unter Berücksichtigung baupraktischer Toleranzen[148] zwängungsarm montiert werden können und es unter Betriebsbedingungen (Lasteinwirkung, Temperatur, Nachgiebigkeit der tragenden Konstruktion) nicht zum Kontakt der Glasscheiben mit anderen Glasscheiben oder sonstigen harten Bauteilen kommen kann.“[149]

> „Sofern nicht besondere konstruktive Vorkehrungen getroffen werden (z. B. Anordnung von Pendel-Verbindungen), darf der Übergang zwischen Verglasung und Unterkonstruktion nicht als (in der Scheibenebene) frei verschiebbar angesetzt werden. Die Anordnung eines Langloches in der Unterkonstruktion ist nicht ausreichend.“[150]

In Bild 3.13 sind drei Varianten einer statisch bestimmten Lagerung für punktgehaltene Verglasungen schematisch dargestellt. Die drei Varianten sollen kurz besprochen und

[148] Unter Toleranzen werden zulässige Abweichungen zwischen einem gemessenen Istmaß und einem vorgegebenen Nennmaß (Sollmaß) verstanden. Dabei finden die zeit- und lastabhängigen Verformungen keine Berücksichtigung. Für die Ausführung von Bauwerken und Bauteilen können Toleranzen baustoffunabhängig festgelegt werden. Darüber hinaus werden Fertigungstoleranzen auch baustoffabhängig, meist im Rahmen der Bauproduktnormen, festgelegt. Vergleiche weiterführend Ertl 2006 sowie die Normen DIN 18202, EN 572-2, EN 1090-2 und EN ISO 13920.

[149] Vergleiche Norm DIN 18008-3, Kapitel 5.8.

[150] Vergleiche Norm DIN 18008-3, Kapitel 8.7.

daraus eine Vorzugsvariante gewählt werden. Das erste statische System (Bild 3.13, links) stellt die klassische Variante bei punktuell gelagerten Vertikalverglasungen dar. Neben einem Festlager ist in der oberen Reihe noch ein horizontal bewegliches Loslager angeordnet. Die unteren beiden Lager besitzen die volle Beweglichkeit in Scheibenebene. Die konstruktive Umsetzung erfolgt bei konventionellen Haltern häufig über Pass-, Lang und Großlöcher. Senkrecht zur Scheibenebene werden kurzzeitige Einwirkungen wie Winddruck- und Windsoglasten übertragen. Der Abtrag des Eigengewichts erfolgt hochkonzentriert über die beiden oben angeordneten Punkthalter und beansprucht die Klebschicht sowohl auf Scherung als auch mit einem Biegemoment, welches aus der Exzentrizität zwischen Kugelgelenk und Schwereachse der Verglasung resultiert.

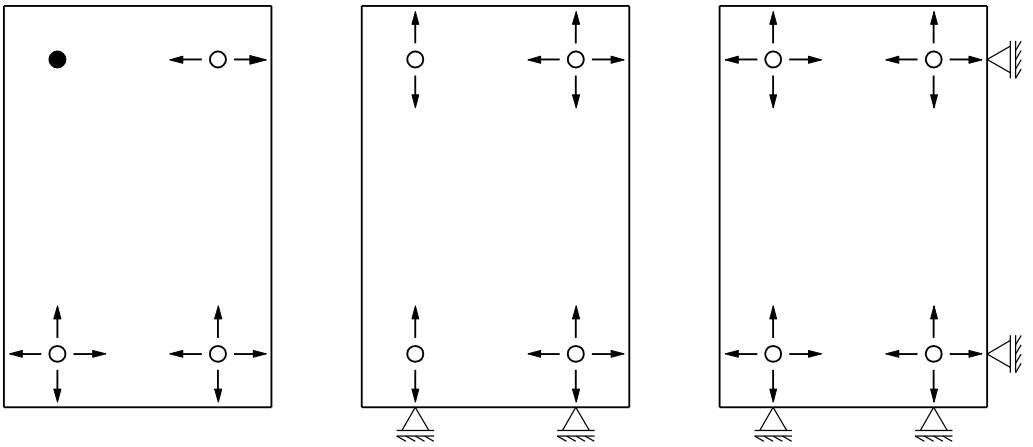


Bild 3.13
Verschieblichkeiten bei statisch bestimmter Lagerung.

links	Eigengewichtsabtrag über die oberen Punkthalter
mittig	Eigengewichtsabtrag über Klotzung
rechts	Eigengewichtsabtrag über Klotzung und Lagesicherung

Darüber hinaus existiert zum jetzigen Zeitpunkt kein Prüfkonzept, das den dauerhaften Lastabtrag mit gleichzeitiger Einwirkung von Umwelteinflüssen sinnvoll berücksichtigt. Insgesamt drei Haltkonstruktionen (fest, einachsig beweg-

lich, frei beweglich) werden benötigt. Bei der Montage ist besonderes Augenmerk auf die korrekte Ausrichtung des einachsig beweglichen Lagers zu legen. Der darüber hinaus eintretende konstruktive Aufwand ist im Vergleich mit den beiden weiteren Varianten gering.

Die zweite Lagerungsvariante (Bild 3.13, mittig) trennt den horizontalen Lastabtrag für kurzzeitige Beanspruchungen vom vertikalen Lastabtrag für dauerhafte Beanspruchungen. Zur Lagesicherung der Verglasung sind zwei in vertikale Richtung bewegliche Lager und zwei frei bewegliche Lager angeordnet. Der Eigengewichtsabtrag erfolgt über Tragklötzer und eine mechanische Glashaltekonstruktion. Für diese Lagerungsvariante sind zwei Arten an Halterkonstruktionen notwendig. Bei der Montage ist besonderes Augenmerk auf die Ausrichtung der einachsig beweglichen Lager zu legen. Darüber hinaus ist bei sehr hohem Eigengewicht die horizontale Bewegungsfreiheit des vertikalen Lastabtrags durch geeignete konstruktive Maßnahmen sicherzustellen, um Zwängungen zu vermeiden.

Das dritte statische System (Bild 3.13, rechts) kann beispielsweise aus vier gelenkigen Pendelstäben mit ergänzendem Eigengewichtsabtrag durch Tragklötze und einer Lagesicherung bestehen. Ohne die zusätzliche Lagesicherung ist dieses System sowohl in Scheibenebene als auch in eine Kraftrichtung senkrecht zur Scheibenebene (bei Verwendung von Pendelstäben) labil. Die Lagesicherung kann in Scheibenebene mithilfe von Distanzklötzen und senkrecht zur Scheibenebene beispielsweise durch eine Lagerung an der Glaskante erfolgen. Bei beiden Arten der Lagesicherung besteht die Gefahr im Betriebszustand ungewollte Zwangsbeanspruchungen hervorzurufen. Der Verminderung des konstruktiven Aufwandes durch die Verwendung baugleicher Haltekonstruktionen steht ein erhöhter konstruktiver Aufwand beim Eigengewichtsabtrag und bei der Lagesicherung gegenüber.

Für den Abtrag dauerhafter Lasten liegen für geklebte Punkthalterkonstruktionen, unabhängig vom verwendeten Klebstoff, zu wenige Erfahrungswerte vor. Der planmäßige Eigengewichtsabtrag über die Klebschicht kommt vor allem bei Bauteilen mit geringem Eigengewicht, die im Inneren eines Gebäudes eingesetzt werden, wie etwa Geländeraus-

fachungen, in Betracht. Gleichwohl wäre auch bei dieser Anwendung, mit einem erheblichen experimentellen Aufwand bei der Nachweisführung zu rechnen.

In der vorliegenden Arbeit wird die zweite Variante (Trennung von horizontalem und vertikalem Lastabtrag) bevorzugt. Insbesondere größere Glasformate oder Mehrscheibenisolierglas lassen nennenswerte Eigengewichte erwarten, die nicht ohne weiteres über die Klebverbindung abzutragen ist. Außerdem ist derzeit die bauaufsichtliche Akzeptanz für diese Art des dauerhaften Lastabtrags aller Voraussicht nach nur gering ausgeprägt.

Das Bild 3.14 stellt das Wirkprinzip zweier Lagerausbildungen im Horizontalschnitt dar. Die Bewegungsfreiheit in Scheibenebene wird baupraktisch meist über eine Bolzenverbindung im Lang- oder Großloch[151] (Bild 3.14, oben) umgesetzt. Diese Lagerausbildung kann nicht als „statisch verschieblich“ angesehen werden. Vielmehr ist das Verhalten zwischen den Grenzen „statisch verschieblich“ und „statisch nicht verschieblich“ einzuordnen. Dies ist für konventionelle Punkthalter unkritisch, da durch elastische Zwischenlagen oder vorhandenen Schlupf meist noch Bewegungsreserven vorhanden sind. Hingegen kann bei geklebten Punkthaltern eine eingeschränkte Verschiebbarkeit unter Zwangsbeanspruchung schon zu einer schadensauslösenden Spannungskonzentration in der Klebschicht oder im Glas führen.

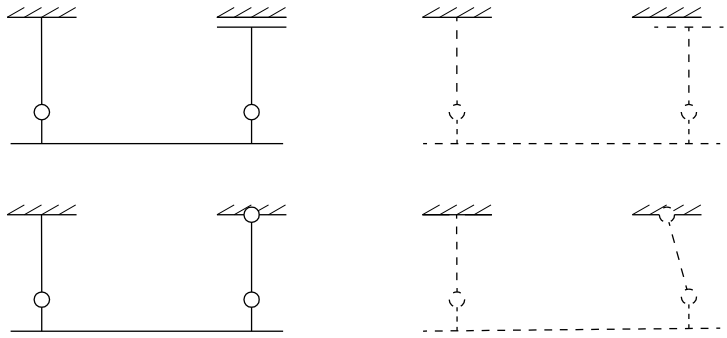


Bild 3.14
Wirkprinzip beweglicher Lager bei Längenänderung. (Ausgangslage durchgezogen, Endlage gestrichelt)

oben Bolzen im Lang- oder Großloch
unten Pendelstab

Die Pendelstabverbindung (Bild 3.2, unten) bietet hier Abhilfe, da sie ein hochbewegliches und damit ein nahe am Ideal „statisch verschiebbar“ gelegenes System darstellt. Die

[151] Alternative Varianten, beispielsweise Linearführungen aus dem Maschinenwesen, besitzen bisher keine baupraktische Relevanz.

maximale Verschiebbarkeit wird von der Länge des Pendelstabs und dem zulässigen Verdrehwinkel beschränkt. Rein konstruktiv ist die Ausführung einer Pendelstabverbindung im Vergleich mit konventionellen Lösungen aufwendiger. Allerdings existieren kaum andere konstruktive Möglichkeiten, um eine bestmögliche Zwängungsfreiheit zu erzielen. Zu beachten ist, dass das Stabilitätsverhalten des Tragwerks senkrecht zur Scheibenebene betrachtet werden muss.

Die innerhalb der Halterkonstruktion durch eine Pendelstabverbindung zur Verfügung stehende Bewegungsfreiheit dient ausschließlich der Vermeidung von Zwängungen im Betriebszustand, wie sie etwa aus lastbedingten Verformungen, temperaturbedingten Längenänderungen oder der Nachgiebigkeit der tragenden Unterkonstruktion resultieren. Der Ausgleich von baupraktischen Toleranzen hat unabhängig von der planmäßigen Verschiebbarkeit an den konstruktiven Schnittstellen, beispielsweise mithilfe von Exzentern, zu erfolgen.

Der bevorzugte Eigengewichtsabtrag erfolgt durch das Absetzen der Verglasung auf Tragklötzen mit ausreichender Druckfestigkeit. Die Befestigung der mechanischen Abstützung der Tragklötze hängt von den konstruktiven Rahmenbedingungen ab. Neben einer Integration der mechanischen Abstützung in den Spidern bieten sich auch die Befestigung an der tragenden Unterkonstruktion oder, wenn vorhanden, direkt am Baukörper an. Neben einer ausreichenden Steifigkeit der mechanischen Abstützung ist auf einen bauphysikalisch dichten Abschluss des Glasfalzraumes zu achten.[152,153]

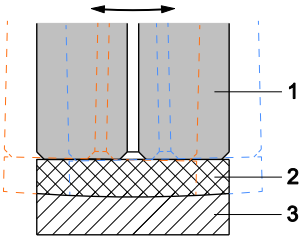


Bild 3.15
Bewegung der Glaskante am Eigengewichtsabtrag.

1 VSG
2 Tragklotz aus belastbarem Kunststoff
3 Metallische Lagerschale

[152] Vergleiche weiterführend die Richtlinie TR 1, TR 3.

[153] Ein baupraktisches Beispiel für die Integration des Eigengewichtsabtrages im Spider bietet die punktuell geklebte Vertikalverglasung der Römerpassage in Mainz. Vergleiche Butzmann 2005, Seite 85 ff., Schadow 2006, Seite 59 ff.

Je größer in Zukunft die Stützweite zwischen den geklebten Punkthaltern wird und je größer der Abstand zwischen geklebtem Punkthalter und Glaskante wird, desto größer werden die horizontalen Bewegungen der Glaskante infolge horizontal angreifender Einwirkungen (Bild 3.15). Daher muss bei wachsenden Glasformaten ein besonderes Augenmerk auf die Konstruktion der Tragklötze[154] und der mechanischen Abstützung gelegt werden. Bei sehr großen Formaten ist eventuell auch eine Durchbiegungsbegrenzung vorzusehen.

Ein Sicherheitskonzept muss sowohl einen hypothetischen Glasbruch als auch ein hypothetisches Versagen der Klebverbindung angemessen berücksichtigen. Eine schadenstolerante Auslegung des Glastragwerks ist dabei genauso bedeutend wie die deutlich Ankündigung des Versagens vor dem Erreichen der Tragfähigkeitsgrenze. National geltende Sicherheitsanforderungen schreiben die Verwendung von mechanischen Sicherungshaltern bei SSG Systemen ab einer Einbauhöhe von 8 Metern vor. Als mechanische Sicherungen stehen mittlerweile, neben von außen sichtbaren Haltern, auch glasintegrierte Verankerungen mittels Eindrehankern[155] zur Verfügung. Weitere, derzeit aber noch nicht den Stand der Technik repräsentierende, Lösungsansätze sind zum einen in die Zwischenschicht von Verbundgläsern integriertes Gewebe[156] und zum anderen ins Verbundglas einlaminierte oder eingeklebte metallische Halter[157].[158]

Da sowohl das Glas als auch die untersuchten Epoxidharze wenig duktil sind, können sie ein Versagen vor Erreichen der Tragfähigkeitsgrenze nicht ankündigen. Auch zeigen die Epoxidharze bei kritischer Werkstoffanstrengung keine Farbänderung der Klebschicht, wie dies beispielsweise bei Überlastung von TSSA[159] eintritt. Allerdings stellt die klebschichtintegrierte Schadensdetektion[160] mithilfe von Markern

[154] Vergleiche beispielsweise Ebert 2014.

[155] Vergleiche beispielsweise ETA-10/0362.

[156] Vergleiche beispielsweise Feirabend 2011, Neugebauer 2005.

[157] Vergleiche beispielsweise Cruz 2010, Cruz 2014, Schadow 2006.

[158] Vergleiche weiterführend MLTB II 2014, lfd. Nr. 2.1 und Anlage 2/1, Einsfeld 2000, Seite 21.

[159] Bei TSSA kommt es infolge von Überbelastung zu großer Materialdehnung, die durch ein so genanntes „stress whitening“ gut erkennbar sind. Dabei wird die vorher hochtransparente Klebschicht trüb und verfärbt sich weiß. Vergleiche weiterführend Sitte 2012, Seite 113.

[160] Vergleiche beispielsweise Thiede 2013, Thiede 2014.

einen vielversprechenden Ansatz bei der Versagensankündigung dar. Als Marker dienen mikroverkapselte Farb- oder Duftstoffe, die dem Klebstoff beigegeben werden. Im Fall einer eingetretenen Schädigung kann diese mittels der Marker eindeutig detektiert werden.

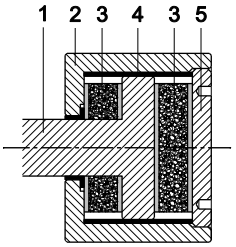


Bild 3.16
Prinzip eines Lastdosierers.

1 Kolben mit Kolbenstange
2 Gehäusezylinder
3 Metallschaumplatte
4 Gleitlager
5 Anpressscheibe

Eine weitere, bei geklebten Konstruktionen bisher nur theoretisch vorgeschlagene, Lösung kann in der Verwendung von Lastdosierern[161] bestehen. Der Lastdosierer hat bei statisch bestimmter Lagerung weniger die Aufgabe einer Kraftumverteilung, als vielmehr die Aufgabe, eine eintretende Überschreitung der Bemessungslast zu signalisieren. Das Bild 3.16 zeigt eine mögliche Konstruktonsvariante des Lastdosierers unter Nutzung von Metallschaumplatten[162]. Eine Lastüberschreitung führt zur Verpressung des Metallschaums. Durch die verbleibende Stauchung des Metallschaums und die damit verbundene Beweglichkeit des Kolbens ist eine eingetretene Überlast nachträglich feststellbar. Beide Maßnahmen – die klebschichtintegrierte Schadensdetektion sowie die Verwendung eines Lastdosierers – bedürfen eines Monitoringkonzepts für den Betriebszustand.

3.5.2 Ableitung von Anforderungen

Eine ausreichende Haftfestigkeit ist die wohl wichtigste mechanische Anforderung an die geklebte Glas-Metall-Verbin-

[161] Vergleiche weiterführend Schadow 2006, Seite 86 f.

[162] Das Druckspannungs-Stauchungs-Verhalten von Metallschaumplatten mit geschlossenen Deckschichten zeichnet sich im Anfangsbereich durch pseudo-elastisches Verhalten aus. Unter planmäßigen Einwirkungen ist keine nennenswerte Stauchung des Metallschaums zu erwarten. Bei Überschreitung des vorgesehenen Lastniveaus kommt es zur Verpressung des Metallschaums. Der Stauchweg entspricht näherungsweise der halben Dicke des Metallschaums. Anschließend ist eine weitere Laststeigerung möglich, wobei die Stauchung des Metallschaum irreversibel verbleibt. Vergleiche beispielsweise Banhart 1998.

dung. Die erforderlichen Anfangs- und die Restbruchfestigkeiten[163] werden mit dem Ziel festgelegt, eine mit konventionell geklemmten Punkthaltern annähernd vergleichbare Tragfähigkeit zu erreichen. Allerdings stellt dies eine Herausforderung dar, da weder ein konkretes Sicherheitskonzept für die untersuchten Klebstoffe vorhanden, noch ohne weiteres die Übertragbarkeit der Tragfähigkeit konventioneller Punkthalter auf die Tragfähigkeit geklebten Halterkonstruktionen gegeben ist. Die nachfolgenden Abschätzungen sind daher vorgehensbedingt mit Unsicherheiten behaftet.

Zur Definition der Anforderungen wird auf die technische Leitlinie ETAG 002-1 zurückgegriffen, auch wenn sich diese eigentlich auf Silikonklebstoffe und SSG Systeme beschränkt. Der Bemessungsvorschlag innerhalb der Leitlinie basiert auf einem deterministischen Sicherheitskonzept, auch bekannt als Konzept der globalen Sicherheitsbeiwerte. Dabei werden Unsicherheiten aller Art durch einen globalen Sicherheitsbeiwert abgedeckt, der den Sicherheitsabstand zwischen Einwirkung und Widerstand definiert. Die zulässige Bemessungsspannung bei kurzzeitiger und mittlerer Beanspruchungsdauer errechnet sich aus dem 5 %-Fraktil der experimentell bestimmten Anfangsbruchfestigkeit mit 75 % Aussagewahrscheinlichkeit und einem globalen Sicherheitsbeiwert von $\gamma_{tot} = 6$. Zusätzlich muss der gemittelte Restwert der Bruchfestigkeit bei abweichender Prüftemperatur beziehungsweise nach einer Umweltsimulation mindestens 75 % des gemittelten Anfangswertes der Bruchfestigkeit erreichen.[164] Das bedeutet, wenn die Degradation durch Umwelteinflüsse experimentell berücksichtigt wird, dann muss das 5 %-Fraktils der Restbruchfestigkeit mindestens um den Faktor 4,5 größer sein als die Bemessungsspannung.[165,166]

[163] Vergleiche auch Kapitel 4.3.3.

[164] Bei der Definition der zulässigen Festigkeitsabnahme bezieht sich die Leitlinie ETAG 002-1 nicht auf das 5 %-Fraktil der Festigkeit, sondern auf die mittlere Bruchspannung.

[165] Die vorliegende Arbeit hat nicht das Ziel, ein Sicherheitskonzept mit entsprechenden Berechnungs- und Bemessungsvorschlägen zu erarbeiten. Die beiden Faktoren (6,0 für die Anfangsbruchfestigkeit und 4,5 für die Restbruchfestigkeit) werden ausschließlich zur Abschätzung der mechanischen Beanspruchbarkeit herangezogen. Damit einhergehende Unsicherheiten werden in Kauf genommen. Eine darüber hinaus gehende Verwendung dieser Faktoren wird nicht angestrebt und auch nicht empfohlen.

[166] Vergleiche weiterführend ETAG 002-1, Hagl 2005.

Eine zu Beginn der Bearbeitung durchgeführte Recherche zu bauaufsichtlich zugelassenen Punkthaltern zeigte große Unterschiede bei deren Tragfähigkeiten[167]. Die zulässigen Tragkräfte senkrecht zur Scheibenebene reichen von 4 kN[168] bis 15 kN[169]. Die baupraktisch relevanten Tellerdurchmesser konventioneller Punkthalter liegen zwischen 45 mm und 80 mm. Für das geklebte metallische Fügeteil wird ein Nenndurchmesser von 60 mm angestrebt. Als obere Grenze soll ein Nenndurchmesser von 80 mm nicht überschritten werden.

Die häufig angetroffene Auflagerkraft von 4 kN wird für die Festlegung der mechanischen Festigkeit der Klebverbindung herangezogen. Unter Annahme einer homogenen Spannungsverteilung[170] sowie unter Berücksichtigung der aus der Leitlinie ETAG 002-1 entnommenen Faktoren ergeben sich die in Tafel 3.9 angegebenen Festigkeiten bei kurzzeitiger und mittlerer Beanspruchungsdauer.

Nenndurchmesser	5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit	5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeit
60 mm	8,5 N/mm^2	6,4 N/mm^2
80 mm	4,8 N/mm^2	3,6 N/mm^2

Tafel 3.9
Grenz- und Zielwerte für die Anfangs- und Restbruchfestigkeiten.

[167] Die angegeben Tragfähigkeiten beziehen sich ausschließlich auf die Beanspruchbarkeit der Halterkonstruktion. Sie basierten zum Zeitpunkt der Recherche ebenfalls auf einem deterministischen Sicherheitskonzept, wobei in den allgemeinen bauaufsichtlichen Zulassungen der zugrunde gelegte Sicherheitsbeiwert nicht benannt wird. Die Recherche fand im Jahr 2011 statt.

[168] Dieser Wert bezieht sich auf die zulässige Zugkraft bei gleichzeitig einwirkender Querkraft und einer vorherrschenden Temperatur von +80 °C. Ähnliche Werte sind in weiteren allgemeinen bauaufsichtlichen Zulassungen zu finden. Vergleiche beispielsweise Z-70.2-117.

[169] Diese zulässige Tragkraft senkrecht zur Scheibenebene wird erreicht, wenn keine Querkraft wirkt. Der zugehörige Wert zum Nachweis der Gebrauchstauglichkeit liegt bei 10,0 kN. Vergleiche Z-70.2-135.

[170] Die Annahme homogener Spannungsverteilung in der Klebschicht ist weder bei der Ermittlung der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten an kleinformatigen Glas-Metall-Proben noch für ein Bauteil realitätsnah. Bei der experimentellen Ermittlung der Festigkeiten treten bei hochmoduligen Klebstoffen deutliche, wahrscheinlich bruchauslösende Spannungskonzentrationen am Rand der Klebschicht auf. Allerdings liegen die ermittelten Bruchspannungen hierdurch auf der sicheren Seite. Vergleiche beispielsweise Vogt 2009, Seite 129 ff. Inwieweit Spannungskonzentrationen im Bereich eines geklebten Punkthalters für das Glas oder die Klebschicht bemessungsrelevant werden, hängt von der konstruktiven Ausbildung und von verschiedenen Randbedingungen ab. Daher muss die Tragfähigkeit eines Bauteils sowohl rechnerisch als auch experimentell näher betrachtet werden. Numerische Parameterstudien finden sich etwa in Santarsiero 2015, Schadow 2006.

Eine unmittelbar daraus abgeleitete Anforderung betrifft die Zugeigenschaften des Klebstoffs. Die maßgebenden Werte der 0,2 %-Dehngrenze[171] sollten etwa doppelt so hoch sein wie die festgelegte Anfangsbruchfestigkeit, um irreversible plastische Verformungen infolge von Spannungsspitzen auszuschließen.

Einer genaueren Betrachtung bedarf auch das Klebstoffverhalten im relevanten Einsatztemperaturbereich von -20 °C bis +80 °C, da die Klebstoffeigenschaften teils große Abhängigkeiten von der Umgebungstemperatur aufweisen. Hierfür bietet sich die Bestimmung der thermomechanischen Klebstoffeigenschaften über den interessierenden Temperaturbereich sowie die Bestimmungen der Zugeigenschaften des Klebstoffs und der Bruchfestigkeit der Klebverbindung bei ausgewählten Prüftemperaturen an.

Der Vorteil bei der Verwendung von Glas als Fügepartner ist die Sichtbarkeit der Klebschicht, wobei mit Einsatz eines transparenten Klebstoffs sogar die Oberfläche des zweiten Fügepartners sichtbar wird. Demzufolge bestehen wesentliche Anforderungen an das Erscheinungsbild und dabei insbesondere an die Farblosigkeit beziehungsweise Farbneu tralität sowie an die Transparenz der Klebstoffe. Sechs der untersuchten Epoxidharze erfüllen diese Kriterien. Nur zwei Klebstoffe (Araldite 2011, Scotch-Weld DP 110) sind nicht völlig farblos. Mit zunehmender Klebschichtdicke nimmt bei diesen beiden Klebstoffen die Präsenz der Farbe zu und zusätzlich geht auch die Transparenz zurück. Sollen transparente Epoxidharzklebstoffe im Konstruktiven Glasbau eingesetzt werden, dann muss das Erscheinungsbild der Klebschicht nach der Herstellung fehlerlos sein und soll auch unter Umwelteinflüssen dauerhaft unverändert bleiben.

Zur Analyse der optischen Eigenschaften der Klebstoffe beziehungsweise der damit hergestellten Glas-Glas-Proben wird zum einen das Lichttransmissionsspektrum gemessen und zum anderen das Erscheinungsbild beurteilt. Die Lichttransmissionsmessung stellt eine sehr sensitive Messmethode dar. Durch Umwelteinflüsse oder Umweltsimulationen hervorgerufene Veränderungen des Transmissionsspektrums sind gut erkennbar. Die ausschließliche Fokussierung

[171] Vergleiche auch Kapitel 4.3.1.

auf diese Methode ist aber nicht empfehlenswert.[172] Daher wird eine zusätzliche Beurteilung des Erscheinungsbilds, insbesondere etwaiger Farbabweichungen, vorgenommen. Die Beurteilung des Erscheinungsbilds und die Fehleranalyse orientieren sich am Vorgehen bei Verbundsicherheitsglas und bei beschichtetem Glas. Hierfür müssen maßgebende Fehlerarten sowie Fehlerklassen und ihre Akzeptanzgrenzen festgelegt werden. Das Vorgehen wird in Kapitel 4.5 näher erläutert.

3.5.3 Beständigkeit gegen Umwelteinflüsse

Eine Klebverbindung muss lebensdauersicher, das heißt über die im Bauwesen übliche Nutzungsdauer von mehr als 25 Jahren beständig gegen Einwirkungen, Umwelteinflüsse und Einwirkungskombinationen, ausgelegt sein. Dabei wird die Klebverbindung genau wie andere Verbindungen neben den mechanischen Einwirkungen (Eigengewicht, Wind-, Schnee-, Verkehrslasten etc.) auch durch klimatische Einwirkungen (Temperatur, Feuchte, solare Strahlung etc.) und weitere Umwelteinflüsse (Luftverunreinigungen, Reinigungsmitteleinsatz etc.) beansprucht. Im Gegensatz zu anderen Verbindungsmitteln sind die genannten Umwelteinflüsse von größerer Bedeutung, da sie sich unmittelbar auf die Beanspruchbarkeit der Klebverbindung auswirken können. Eine Umweltsimulation im Labor stellt ein probates Mittel dar, um die Dauerhaftigkeit und Beständigkeit von Klebverbindungen näherungsweise einzuschätzen und für die Klebverbindung kritische Beanspruchungen zu identifizieren. Eine Umweltsimulation sollte gegenüber realen Umwelteinwirkungen überkritisch sein und natürlich auftretende Alterungsprozesse durch Intensitätserhöhung beschleunigt hervorrufen. Allerdings besteht durch dieses Vorgehen auch die Gefahr, eine Schädigung herbeizuführen, die unter Betriebsbedingungen nicht auftreten würde.[173]

Zur Beurteilung der Beständigkeit gegenüber potentiellen Umwelteinflüssen wurden innerhalb der vorliegenden Arbeit sowohl die Glas-Metall- als auch die Glas-Glas-Proben verschiedenen Umweltsimulationen im Labor unterzogen. Die Auswahl der Laboruntersuchungen orientiert sich an der Leitlinie ETAG 002 sowie den Normen EN 13022, EN 15434

[172] Vergleiche hierzu Kapitel 4.4.

[173] Vergleiche weiterführend Brockmann 2005, Ehrenstein 2007, Wolf 1999.

und EN ISO 12543. Die ausgewählten Laboruntersuchungen simulieren dabei sowohl die einzelnen Umwelteinflüsse als auch verschiedene Kombinationen. In Vorgehen und Umfang orientieren sich die Untersuchungen an den in Tafel 3.10 genannten normativen Verweisen.

Kürzel	Beschreibung
FEU	Beanspruchung mit Kondenswasserklimaten für 500 Stunden (EN ISO 6270-2, CH-Prüfung)
GEM	Gemäßigte Reinigungsmittelbeanspruchung mit demineralisiertem Wasser unter Zugabe von 0,1 % Reinigungsmittel bei einer Temperatur von +45 °C für 500 Stunden
KLI	Klimawechselbeanspruchung für 500 Stunden (EN ISO 9142, Zyklus D3)
KOR	Korrosionsprüfung für 504 Stunden (EN ISO 9227, NSS-Prüfung)
REI	Beanspruchung mit Fassadenreiniger bei einer Temperatur von +45 °C für 500 Stunden
SO2	Kondenswasser-Wechselklimaprüfung mit Schwefeldioxid enthaltender Atmosphäre für 480 Stunden (EN ISO 3231)
SUN	Kombinierte Beanspruchung mit Temperatur, demineralisiertem Wasser und künstlichem Licht für 500 Stunden (EN ISO 11431 im automatischen Zyklus)
TEM	Beanspruchung mit erhöhter Temperatur von +80 °C für 500 Stunden
UV	Beanspruchung mit künstlichem Licht für 2000 Stunden (EN ISO 12543-4)
WAS	Beanspruchung mit demineralisiertem Wasser bei einer Temperatur von +45 °C für 500 Stunden

Tafel 3.10
Laboruntersuchungen zur Simulation von Umweltbedingungen.

Die normativ beschriebenen Umweltsimulationen können kein schädigungsäquivalentes Prüfkonzept ersetzen. Das liegt unter anderem daran, dass den künstlichen Beanspruchungen der Zusammenhang zu realen Einwirkungen, Einwirkungskombinationen und Einwirkungskollektiven über die geplante Lebensdauer fehlt. Auch sind die Methoden nicht auf die spezifischen Schädigungsmechanismen der Klebstoffe ausgerichtet. Dies macht eine differenzierte Betrachtung der Leistungsfähigkeit und damit auch die anforderungsgerechte Auslegung geklebter Verbindungen zumindest schwierig.

Können durch die Umweltsimulationen kritische Einwirkungen oder Einwirkungskombinationen identifiziert werden, dann sollten konstruktive Maßnahmen zum Schutz der Klebschicht geprüft und wenn möglich umgesetzt werden.

3.6 Übersicht der experimentellen Arbeiten

3.6.1 Vorgehen

Die Untersuchungen sind gegliedert in die Voruntersuchungen zur Auswahl eines geeigneten transparenten Epoxidharzklebstoffs, in die Optimierung der Verarbeitungsbedingungen und in die abschließende Charakterisierung der Klebverbindung. In Bild 3.17 wird das Untersuchungsprogramm strukturiert dargestellt. Dabei wird neben dem Vorgehen auch das jeweilig erzielte Ergebnis benannt. Das Untersuchungsprogramm sieht auch die Einbindung konstruktiver Maßnahmen vor, um die erreichten Kennwerte der Klebverbindung weiter zu verbessern.

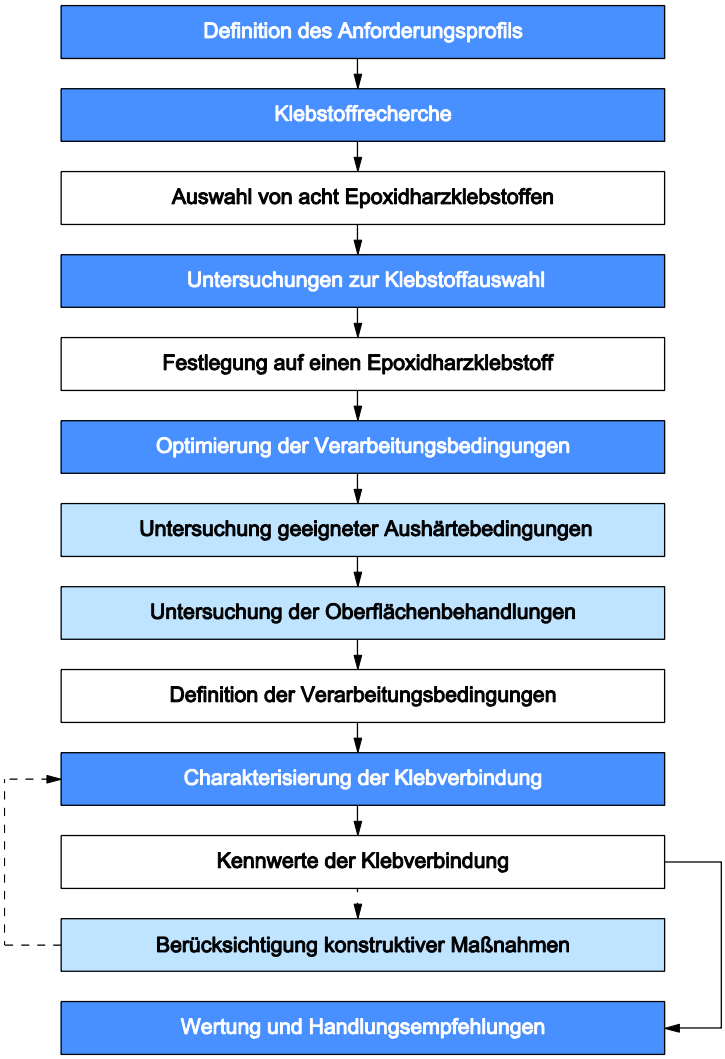


Bild 3.17
Untersuchungsprogramm. Gliederung und Vorgehensweise.

3.6.2 Untersuchungsprogramm zur Klebstoffauswahl

Die Voruntersuchungen haben zum Ziel, die einzelnen transparenten Epoxidharzklebstoffe auf Basis ihrer Formstabilität bei Temperaturänderung, ihres Haftungsvermögens auf Glas und Metall sowie hinsichtlich ihrer Beständigkeit gegenüber verschiedenen Umwelteinflüssen zu bewerten. Das experimentelle Programm umfasst die Ermittlung der thermomechanischen Eigenschaften und der Zugeigenschaften an den Substanzproben. An stumpf geklebten Glas-Metall-Proben werden die Anfangsbruchfestigkeit und die Restbruchfestigkeit nach Umweltsimulation bestimmt. Die Glas-Glas-Proben werden für die Untersuchung der lichttechnischen Eigenschaften und für die Beurteilung des Erscheinungsbilds herangezogen. Die Tafel 3.11 gibt einen Überblick über den Umfang der Untersuchungen zur Klebstoffauswahl.[174]

Parameter	DMA	Zugeigenschaften	Zylinderzug	Transmission	Visuell
Art der Probekörper	Substanz (Klebstoff)	Substanz (Klebstoff)	in-situ (Glas-Metall)	in-situ (Glas-Glas)	in-situ (Glas-Glas)
Anzahl der Klebstoffe	8	8	8	8	8
Versuchsserien vor Umweltsimulation	1	6	1	10	1
Versuchsserien nach Umweltsimulation	–	–	10	10	10
Stichprobenanzahl	3	5	10	1	1

Tafel 3.11
Untersuchungsprogramm zur Klebstoffauswahl.

3.6.3 Optimierung der Verarbeitungsbedingungen

Die weiterführenden Untersuchungen widmen sich der Härtung des geeignetsten Epoxidharzklebstoffs und der Verbesserung der Oberflächeneigenschaften der verwendeten Substrate. Die Untersuchungen zur Aushärtung (Tafel 3.12) haben das Ziel geeignete Reaktionsbedingungen für den ausgewählten Klebstoff zu bestimmen. Hierfür werden die Parameter Reaktionsdauer und Härtungstemperatur variiert. Die

[174] Die einzelnen Untersuchungsmethoden werden in Kapitel 4 vorgestellt. Die Auswertung der Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen erfolgt in den Kapiteln 5, 6 und 7.

Härtungsbedingungen werden so gewählt, dass der Strukturklebstoff einen möglichst vollständigen Reaktionsumsatz erreicht.

Parameter	DSC	DMA
Art der Probekörper	Substanz (Klebstoff)	Substanz (Klebstoff)
Anzahl der Klebstoffe	1	1
Versuchsserien vor Umweltsimulation	18	15
Versuchsserien nach Umweltsimulation	–	–
Stichprobenanzahl	3	3

Tafel 3.12
Untersuchungsprogramm zur Klebstoffhärtung.

Als Analysemethode kommt hierfür die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) zum Einsatz. Die Ergebnisse werden mit einer vorliegenden spektrometrischen Studie[175] verglichen. Eine weitere Zielstellung besteht in der Ausweitung des Einsatztemperaturbereichs. Mithilfe der dynamisch-mechanischen Analyse wird überprüft inwieweit sich die Lage der Anfangstemperatur des Glasübergangs durch veränderte Härtungsbedingungen zu höheren Temperaturen verschiebt.

Die in Tafel 3.13 dargestellten Untersuchungen dienen der Auswahl von geeigneten Oberflächenbehandlungen für die beiden Substratoberflächen. Hierfür werden sechs beziehungsweise vier Behandlungsmethoden herangezogen. Ziel ist es, sowohl die Anfangsbruchfestigkeit der Verbindung als auch die Restbruchfestigkeit nach Umweltsimulation zu erhöhen. Zuerst wird die Benetzbarkeit der einzelnen Substratoberflächen durch Kontaktwinkelmessung mithilfe von vier Prüfflüssigkeiten analysiert. Daran anschließend werden zwei stirnseitig miteinander verklebte Metall-Zylinder mechanisch geprüft. Nach Festlegung der Behandlungsmethode für die Metalloberfläche werden die Untersuchungen an Glas-Metall-Probekörpern wiederholt, um auch die Glasoberfläche zu optimiern.

[175] Vergleiche weiterführend C. Kothe 2013, Seite 113 ff.

Tafel 3.13
Untersuchungsprogramm zur Modifikation der Oberflächeneigenschaften.

Parameter	Benetzbarkeit	Zylinderzug	Zylinderzug
Art der Probekörper	Substanz (Substrate)	in-situ (Metall-Metall)	in-situ (Glas-Metall)
Anzahl der Klebstoffe	1	1	1
Versuchsserien vor Umweltsimulation	10	6	4
Versuchsserien nach Umweltsimulation	–	–	–
Stichprobenanzahl	15	20	20

3.6.4 Charakterisierung der Klebverbindung

In Tafel 3.14 sind jene Untersuchungen zusammengestellt, die im Rahmen der abschließenden Charakterisierung durchgeführt werden. Die experimentellen Arbeiten bezüglich des Klebstoffs umfassen die Bestimmung der thermomechanischen Eigenschaften und des temperatur- und geschwindigkeitsabhängigen Zugspannungs-Dehnungs- beziehungsweise Druckspannungs-Stauchungs-Verhaltens. Anschließend werden die Festigkeiten der Klebverbindung vor und nach verschiedenen Umweltsimulationen ermittelt. Dabei finden in Bezug auf die Grenzen des vorgeschlagenen Einsatztemperaturbereichs drei Prüftemperaturen Berücksichtigung.

Parameter	DMA	Zugeigenschaften	Druckeigenschaften	Zylinderzug
Art der Probekörper	Substanz (Klebstoff)	Substanz (Klebstoff)	Substanz (Klebstoff)	in-situ (Glas-Metall)
Anzahl der Klebstoffe	1	1	1	1
Versuchsserien vor Umweltsimulation	1	9	9	7
Versuchsserien nach Umweltsimulation	–	–	–	30
Stichprobenanzahl	5	5	5	20

Tafel 3.14
Untersuchungsprogramm zur Charakterisierung der Klebverbindung.

Ergänzend soll die Auswirkung von konstruktiven Maßnahmen auf die Dauerhaftigkeit der Verbindung untersucht werden (Tafel 3.15). Im ersten Teil der Untersuchungen werden die Klebschichten der Zylinderzugproben (Glas-Metall) durch

Runddichtringe geschützt. Diese Proben werden anschließend ausgewählten Umweltsimulationen unterworfen. Ziel dieses Untersuchungsteils ist es, die gute Beständigkeit der Verbindung weiter zu steigern.

Der zweite Teil der Untersuchung widmet sich der durch die Bestrahlung der Proben reduzierten Lichttransmission sowie der damit verbundenen Veränderung des farblichen Erscheinungsbilds. Für diese Effekte ist insbesondere die ultraviolette Strahlung verantwortlich. Dieser Bestandteil der Globalstrahlung kann durch geeignete Glasprodukte (beispielsweise Verbund-Sicherheitsglas) mittels Reflektion und Absorption effektiv gefiltert werden. Die experimentellen Arbeiten berücksichtigen eine Bestrahlung mit künstlichem Licht und konzentrieren sich auf die Messung der Lichttransmission und auf die Bewertung visueller Veränderungen.

Parameter	Zylinderzug	Transmission	Visuell
Art der Probekörper	in-situ (Glas-Metall)	in-situ (Glas-Glas)	in-situ (Glas-Glas)
Anzahl der Klebstoffe	1	1	1
Versuchsserien vor Umweltsimulation	–	6	6
Versuchsserien nach Umweltsimulation	10	72	72
Stichprobenanzahl	20	3	3

Tafel 3.15
Untersuchungsprogramm zur Auswirkung konstruktiver Maßnahmen auf die Dauerhaftigkeit der Klebverbindung.

4 Analyse- und Untersuchungsmethoden

4.1 Einführung

Das Kapitel 4 beschreibt die innerhalb der Arbeit zur Anwendung kommenden Analyse- und Untersuchungsmethoden. Dabei wird soweit notwendig auf die Grundlagen, die gerätetechnische Ausstattung, die Proben, die Versuchsbedingungen und die Auswertung eingegangen. Die Tafel 4.1 gibt eine Übersicht über die angewandten Methoden und die hiermit in der Arbeit bestimmten Eigenschaften.

Analyse- und Untersuchungsmethode	Eigenschaft	Norm
Dynamisch-mechanische Analyse	Zugspeichermodul und Verlustfaktor	EN ISO 6721-1, ISO 6721-4
Dynamische Differenzkalorimetrie	Spezifischer Wärmestrom	EN ISO 11357-1,-2,-5
Zugprüfverfahren	Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhalten und Einpunktkennwerte der Zugeigenschaften	EN ISO 527-1,-2, EN ISO 10350-1
Druckprüfverfahren	Druckspannungs-Längsstauchungs-Verhalten	EN ISO 604
Zylinderzugversuch	Zugfestigkeit stumpf geklebter Metall-Metall-Verbindungen, Bruchbild	EN 15870
Angepasster Zylinderzugversuch	Zugfestigkeit stumpf geklebter Glas-Metall-Verbindungen, Bruchbild	–
UV-/Vis-Spektrometrie	Lichttransmissionsgrad	EN 410
Visuelle Beurteilung	Erscheinungsbild und visuelle Veränderungen	EN ISO 12543-6
Kontaktwinkelmessung	Benetzbarkeit, Oberflächenenergie	EN 828

Tafel 4.1
Übersicht der Analyse- und Untersuchungsmethoden.

Innerhalb dieses Kapitels wird zusätzlich auf die Umweltsimulationsverfahren eingegangen, die der Bestimmung der Beständigkeit und der Dauerhaftigkeit dienen.

4.2 Thermische Analysemethoden

4.2.1 Dynamisch-mechanische Analyse

Die dynamisch-mechanische Analyse[176] (DMA) zählt zu den thermischen Analysemethoden und dient der Charakterisierung mechanischer Eigenschaften – hier insbesondere der

[176] Im weitesten Sinne umfasst die DMA sowohl die Analyse von Festkörpern als auch von Flüssigkeiten. Gerätetechnisch werden je nach Zielstellung dynamisch-mechanisch arbeitende Torsionspendel, Rheometer oder Analysatoren mit variablem Belastungsmodus eingesetzt. Zum weiterführenden Studium vergleiche Ehrenstein 2003, Ferry 1980, Menczel 2009, Menard 1999, Nielsen 1994.

Charakterisierung viskoelastischer Polymereigenschaften. Die Charakterisierung basiert auf der Ermittlung und Analyse physikalischer Moduln. Zu diesem Zweck wird die zu untersuchende Probe mit einer sinusförmigen dynamischen Beanspruchung angeregt. Die beiden voneinander unabhängigen Eingangswerte sind die Amplitude der dynamischen Beanspruchung – entweder als Spannung oder als Verformung aufgebracht – und die Frequenz. Die beiden messbaren, voneinander unabhängigen Antwortsignale sind die Amplitude der zugehörigen Verformung oder Spannung sowie eine Phasenverschiebung (Bild 4.1).

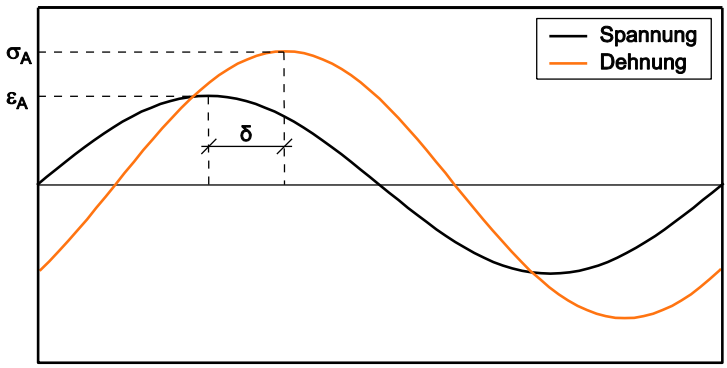


Bild 4.1
Phasenverschiebung zwischen Spannung und Dehnung eines viskoelastischen Materials bei sinusförmiger dynamischer Zugbeanspruchung. Vergleiche EN ISO 6721-1.

Bei Polymeren kann unter der Annahme einer dynamischen Beanspruchung hinreichend geringer Größe ein weitestgehend linear viskoelastisches Verhalten unterstellt werden. Daher bildet sich bei diesen Materialien in der DMA zwischen Beanspruchung und Reaktion eine konstante Phasenverschiebung aus. Grenzzustände des Verhaltens sind der idealelastische Festkörper mit einem Phasenwinkel[177] von $\delta = 0$ sowie die newtonsche Flüssigkeit mit einem Phasenwinkel von $\delta = \pi / 2$.

Aus den beiden Eingangswerten und den beiden Messgrößen lassen sich der komplexe Modul[178] M^*, der Speicher-

[177] Der Phasenwinkel δ – angegeben in Radiant [rad] – ist das Maß für die Phasenverschiebung zwischen dynamischer Beanspruchung und zugehöriger dynamischer Reaktion. Vergleiche EN ISO 6721-1.

[178] Der komplexe Modul M^* bildet als komplexe Größe die zeitabhängige Beziehung zwischen dem Spannungs- und dem Verformungsverlauf ab. Der komplexe Modul wird in der Einheit Pascal [Pa] angegeben. Üblich ist aber auch die Angabe in [N/mm^2]. Vergleiche EN ISO 6721-1.

modul[179] M' und der Verlustmodul[180] M'' sowie der Verlustfaktor[181] tan δ ermitteln. Die vektorielle Zerlegung[182] des komplexen Moduls in den Realteil – in Form des Speichermoduls – und den Imaginärteil – in Form des Verlustmoduls – erfolgt mithilfe nachfolgender Gleichungen.

Gleichung 4.1

$$|M^*| = M' + iM''$$

Gleichung 4.2

$$M' = |M^*| \cdot \cos\delta$$

Gleichung 4.3

$$M'' = |M^*| \cdot \sin\delta$$

mit

M^*	komplexer Modul
M'	Speichermodul
M''	Verlustmodul
i	imaginäre Einheit
δ	Phasenwinkel

Grundsätzlich erlaubt die DMA die Beschreibung des thermomechanischen Materialverhaltens in guter Näherung. Aussagen über das Materialverhalten in Abhängigkeit von der Temperatur – insbesondere über Größe und Verteilung der elastischen und viskosen Anteile – werden mithilfe eines während der Messung durchlaufenen Temperaturprogramms ermöglicht. Besonders sensibel detektiert dieses Analyseverfahren Zustandsänderungen, die unmittelbar mit einer Veränderung der physikalischen Moduln einhergehen. Bei Polymeren sind beispielsweise Relaxationsübergänge wie der Glasübergang oder die Schmelze der Kristallite zu

[179] Der Speichermodul M' stellt den Realteil des komplexen Moduls M^* dar und verhält sich proportional zur maximal während einer Belastungsperiode gespeicherten Deformationsarbeit. Der Speichermodul wird in der Einheit Pascal [Pa] angegeben. Üblich ist aber auch die Angabe in [N/mm^2]. Vergleiche EN ISO 6721-1.

[180] Der Verlustmodul M'' stellt den Imaginärteil des komplexen Moduls M^* dar und verhält sich proportional zur Arbeit, die während einer Belastungsperiode dissipiert. Der Verlustmodul wird in der Einheit Pascal [Pa] angegeben. Üblich ist aber auch die Angabe in [N/mm^2]. Vergleiche EN ISO 6721-1.

[181] Der Verlustfaktor tan δ stellt das Verhältnis des Verlustmoduls zum Speichermodul dar. Der Verlustfaktor kann als Maß für die Dämpfung eines viskoelastischen Materials verstanden werden und ist dimensionslos. Vergleiche EN ISO 6721-1.

[182] Vergleiche EN ISO 6721-1, Ehrenstein 2003 hinsichtlich der vektoriellen Zerlegung des komplexen Moduls und der Berechnungsformeln für Speicher- und Verlustmodul.

nennen. Diese zeichnen sich in der Messung durch deutliche Modulstufen aus. Eine zusätzliche Variation der Anregungsfrequenz ermöglicht Rückschlüsse auf die Zeitabhängigkeit des Verhaltens.

Im Rahmen dieser Arbeit wird die DMA zur Bestimmung der physikalischen Moduln und der Phasenübergänge genutzt. Der zur Anwendung kommende Analysator weist eine vertikal angeordnete, variable Belastungsvorrichtung auf und erlaubt damit verschiedene Deformationsmodi, von denen der Zugmodus zum Einsatz kommt.[183,184]

Zur Veranschaulichung der folgenden Erläuterungen sollen Bild 4.2 und Bild 4.3 dienen. Sie zeigen das Ergebnis einer Klebstoffuntersuchung und dabei insbesondere die Kurvenverläufe des Zugspeichermoduls *E'* und des zugehörigen Verlustfaktors tan *δ* in Abhängigkeit von der Temperatur. In Literatur und Normung werden für die Auswertung der Modulstufe unterschiedliche Bestimmungsverfahren und daraus resultierend unterschiedliche Anfangs- und Endtemperaturen besprochen. Als charakterisierende Grenztemperaturen des Glasübergangsbereichs werden die Anfangstemperatur T_{g0} (lin.) nach dem Tangentenverfahren sowie die Endtemperatur T_g (tan *δ)* basierend auf dem Kurvenmaximum des Verlustfaktors betrachtet.[185]

Zur Bestimmung der Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs kommt das in DIN 65583 beschriebene Tangentenverfahren zur Anwendung. Ausgewertet wird hierfür der Kurvenverlauf des Speichermoduls *M'*. Die Tangenten werden an den idealerweise linearen Kurvenbereich unterhalb der Anfangstemperatur und am mathematischen Wendepunkt des Steilabfalls oberhalb der Anfangstemperatur angelegt. Der Schnittpunkt der beiden extrapolierten Tangenten definiert die Anfangstemperatur des Glasübergangs.[186]

[183] Für nähere technische Spezifikation vergleiche NETZSCH 2007a.

[184] Innerhalb der vorliegenden Arbeit werden die Moduln komplexer Zugmodul *E**, Zugspeichermodul *E'* und Zugverlustmodul *E''* verwendet. Vergleiche EN ISO 6721-1, ISO 6721-4.

[185] Vergleiche Ehrenstein 2003, Seite 263 ff.

[186] Die Auswertung der Anfangstemperatur T_{g0} (lin.) erfolgt programmunterstützt. Der Ansatzpunkt für die Tangente im linearen Kurvenbereich wird über eine Nutzereingabe gesteuert, wobei zur Orientierung der Extremwert der Ableitung herangezogen wird. Der Wendepunkt im

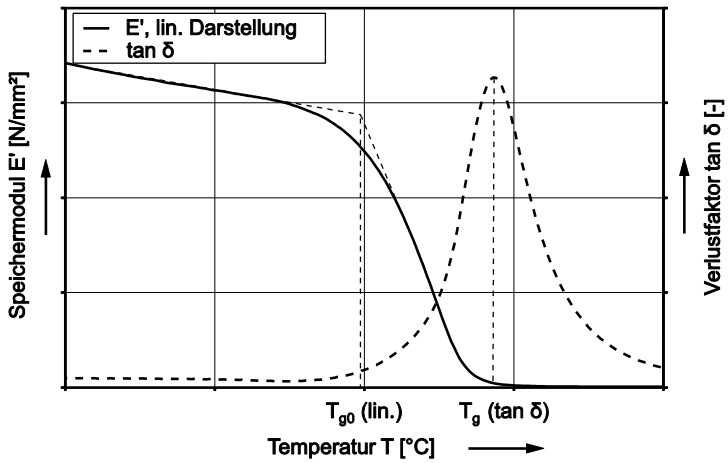


Bild 4.2
Stufenauswertung des Speichermoduls und Auswertung des Kurvenmaximums des Verlustfaktors.

In der Regel bildet der Verlustfaktor die gezeigte Glockenform aus. Die Endtemperatur T_g (tan δ) des Glasübergangsbereichs ist diejenige Temperatur, bei der das Kurvenmaximums des Verlustfaktors erreicht wird.[187]

Augenmerk ist auch auf die gewählte Darstellung des Speichermoduls zu legen. Der Speichermodul wird üblicherweise logarithmisch aufgetragen. Diese Darstellungsvariante bietet die Möglichkeit den Speichermodul über mehrere Dekaden zu veranschaulichen und somit innerhalb eines Diagramms den energieelastischen und den entropieelastischen Zustand sowie verschiedene Zustandsänderungen abzubilden.

Allerdings kommt es zu einer darstellungsbedingten Verzerrung. Diese Verzerrung ist gekennzeichnet durch eine Linearisierung des Kurvenverlaufs im energieelastischen Zustand, durch eine Verschiebung der Anfangstemperatur und damit durch eine Verkleinerung des Glasübergangsbereichs. Im Vergleich hierzu, kann mithilfe der linearen Darstellung der eigentliche Wert des Speichermoduls schneller erfasst werden. Die tatsächliche Temperaturabhängigkeit tritt deutlicher hervor. Auch die beschriebene Verzerrung tritt nicht auf. Hingegen ist das Verhalten im entropieelastischen Bereich kaum erkennbar.[188]

Steilabfall sowie die Steigungen beider Tangenten werden durch programminterne Algorithmen ermittelt. Vergleiche DIN 65583 und weiterführend Ehrenstein 2003, Seite 266.

187 Vergleiche weiterführend Ehrenstein 2003, Seite 267.

188 Vergleiche weiterführend Ehrenstein 2003, Seite 264 ff.

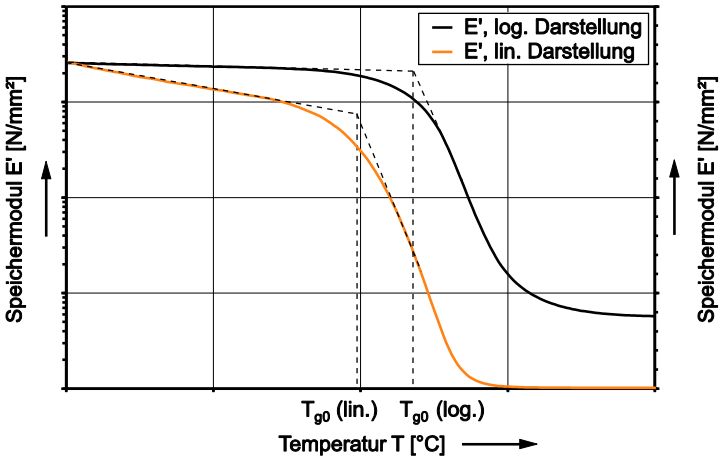


Bild 4.3
Stufenauswertung des Speichermoduls bei logarithmischer und linearer Darstellung.

Für die Auswahl der Klebstoffe sind deren Steifigkeiten bei Temperaturen unterhalb des Glasübergangs und die Anfangstemperaturen T_{g0} bedeutsam. Der entropieelastische Zustand spielt hingegen keine wesentliche Rolle. Daher wird von der üblichen logarithmischen Darstellung abgewichen und die lineare Darstellung bevorzugt. Die lineare Darstellung dient des Weiteren als Grundlage für die Berechnung der Anfangstemperatur T_{g0} (lin.).

4.2.2 Dynamische Differenzkalorimetrie

Die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC[189]) zählt ebenfalls zu den thermischen Analysemethoden. Sie beruht auf der Identifikation charakteristischer kalorimetrischer Effekte[190]. Diese Effekte sind in der Regel mit einer Wärmeänderung[191] oder mit einer sprunghaften Änderung der Wärmekapazität[192] verbunden. Eine Wärmeänderung lässt sich

[189] Abkürzung von englisch: differential scanning calorimetry.

[190] Der Wert der Wärmeänderung ΔQ entspricht der von der Probe aufgenommenen (endotherm) beziehungsweise freigesetzten (exotherm) Wärmemenge innerhalb einer festgelegten Dauer oder eines festgelegten Temperaturbereichs. Unter Voraussetzung eines konstanten Drucks ist die Wärmeänderung ΔQ proportional zur der Enthalpieänderung. Vergleiche Norm EN ISO 11357-1.

[191] Die Kalorimetrie (lateinisch: calor = „Wärme“ und metari = „abmessen“) befasst sich mit der definierten Bestimmung von Wärmemengen, um daraus Rückschlüsse auf physikalische, chemische oder biologische Prozesse zu ziehen.

[192] Die Wärmekapazität (Einheit Joule je Kelvin [J/K]) ist diejenige Wärmemenge, die benötigt wird, um eine Substanz um einen bestimmten Temperaturbetrag zu erwärmen. Vergleiche Norm DIN 1345.

etwa als Energieaufwand für eine physikalische Umwandlung[193] oder als Energieumsatz bei einer chemischen Reaktion[194] interpretieren. Eine reine Änderung der Wärmekapazität ist bei Zustandsänderungen, wie beispielsweise dem Glasübergang, zu beobachten.[195]

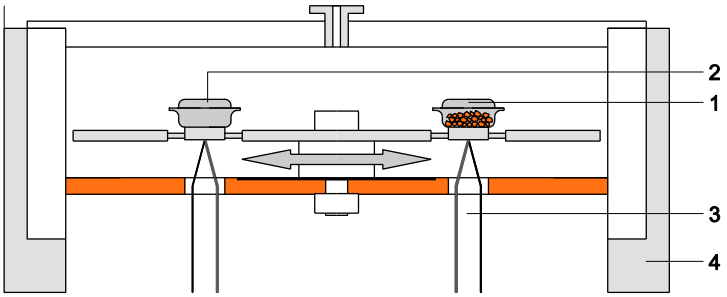


Bild 4.4
Schematischer Aufbau eines dynamischen Wärmestrom-Differenzkalorimeters nach NETZSCH 2007b bestehend aus:

1 Probetiegel
2 Referenztiegel
3 Wärmestromsensor
4 Temperiervorrichtung

Für die Untersuchungen wird ein dynamisches Wärmestrom-Differenzkalorimeter[196] mit symmetrischem Aufbau verwendet. Der Aufbau ist in Bild 4.4 schematisch dargestellt. Mithilfe von Tiegeln wird neben der Probe (1) auch eine Referenz (2) auf einer wärmeleitfähigen Platte innerhalb der zylindrischen Temperiervorrichtung (4) positioniert. Die Tiegel bestehen aus einem wärmeleitfähigen Material, das sowohl gegenüber der Probe als auch gegenüber dem Spülgas[197] inert ist. Das Referenzmaterial soll eine der Probe ähnliche Wärmekapazität besitzen und im betrachteten Zeit- und Temperaturbereich keine kalorimetrischen Effekte zeigen. Oft wird auch ein leerer Tiegel als Referenz verwendet. Unter beiden Tiegeln befinden sich Temperatursensoren (3) mit hoher kalorimetrischer Empfindlichkeit, die sowohl für die Steuerung des Temperaturprogramms als auch für die Messung von Temperaturdifferenzen verwendet werden. Der Innenraum der Temperiervorrichtung wird während der Analyse von einem Spülgas durchströmt.

[193] Zu den kalorimetrisch bestimmbaren physikalischen Umwandlungen zählen Kristallisation, Schmelzen, Verdampfen und Sublimation. Vergleiche beispielsweise Frick 2006, Seite 15 f.

[194] Zu den kalorimetrisch bestimmbaren chemischen Reaktionen zählen beispielsweise Polymerisation, Vernetzung sowie oxidative und thermische Zersetzung. Vergleiche beispielsweise Frick 2006, Seite 15 f.

[195] Vergleiche weiterführend Frick 2006, Höhne 2003 sowie Normreihe EN ISO 11357.

[196] Für nähere technische Spezifikation vergleiche NETZSCH 2007b.

[197] Als inertes Spülgas wurde Argon verwendet.

Für die Analyse werden sowohl die zu untersuchende Probe und als auch eine Referenz demselben definierten Temperaturprogramm unterzogen. Die Differenz zwischen dem Wärmestrom[198] der Probe und dem Wärmestrom der Referenz wird ausgewertet. Messtechnisch wird hierfür die Temperaturdifferenz, die zwischen Proben- und Referenzposition entsteht, herangezogen und davon ausgehend die Wärmestromdifferenz abgeleitet.

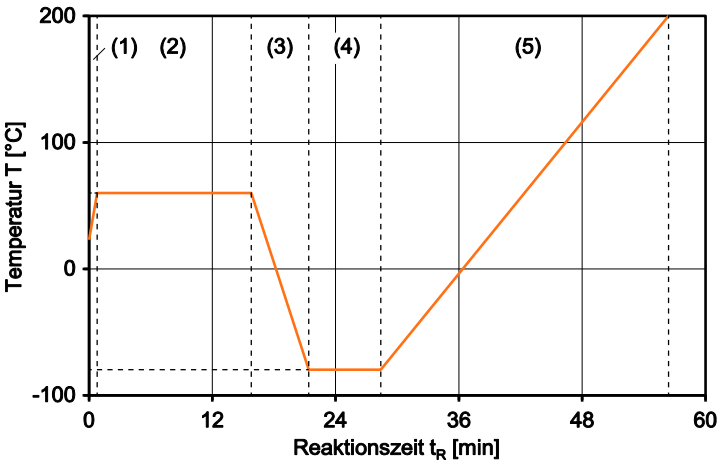


Bild 4.5
Temperaturzyklus. Beispielhaft für eine Härtungstemperatur von +60 °C und eine Reaktionsdauer von 15 Minuten.

Die DSC wird innerhalb dieser Arbeit für die Charakterisierung der Klebstoffhärtung genutzt. Sowohl der Reaktionsumsatz[199] als Funktion der Zeit als auch die Temperaturlage des Glasübergangs sind von Interesse. Die Härtung der untersuchten Epoxidharzklebstoffe ist als exotherme Reaktion mithilfe der Wärmeänderung gut zu detektieren. Eine Untersuchung umfasst neben einer isothermen Messung mit definierter Härtungstemperatur und definierter Reaktionszeit jeweils eine sich daran anschließende dynamische Messung (Temperaturabtastverfahren) mit definiertem Temperaturbereich und definierter Heizrate. Im isothermen Abschnitt erfolgt die zeitaufgelöste Bestimmung der Reaktionsenthalpie[200]. Die dynamische Messung dient der Charakterisierung

198 Der Wärmestrom dQ/dt ist die gemessene Wärmemenge je Zeiteinheit. Der Wärmestrom wird in der Einheit Watt [W] angegeben. Beim spezifischen Wärmestrom wird der Wärmestrom auf die Probenmasse bezogen. Vergleiche Normen DIN 1345, EN ISO 11357-1.

199 Der Reaktionsumsatz p (auch kurz als Umsatz bezeichnet) wird innerhalb dieser Arbeit als das Verhältnis aus zum Betrachtungszeitpunkt vorliegender Substanzmenge an Reaktionsprodukten und maximal erreichbarer Substanzmenge an Reaktionsprodukten definiert.

200 Die Enthalpieänderung einer Probe infolge einer chemischen Reaktion (kurz Reaktionsenthalpie ΔH_T) entspricht der Fläche zwischen dem

des Glasübergangs und der Bestimmung der Restenthalpie[201]. Der gewählte Temperaturzyklus (Bild 4.5) ist eine Aneinanderreihung isothermer und dynamischer Abschnitte mit dem folgenden Ablauf:

- Änderung der Temperatur auf Härtungstemperatur (+40 °C, +60 °C oder +80 °C) mit einer Heizrate von +50 K/min (Abschnitt 1),
- Haltephase mit konstanter Temperatur über die Reaktionsdauer (15, 30, 60, 120 oder 300 Minuten) (Abschnitt 2),
- Änderung der Temperatur auf -80 °C mit einer Kühlrate von -25 K/min (Abschnitt 3),
- Haltephase von 6 Minuten mit konstanter Temperatur von -80 °C (Abschnitt 4),
- Änderung der Temperatur auf +200 °C mit einer Heizrate von +10 K/min (Abschnitt 5).

Die mit der Härtung eines Epoxidharzes zusammenhängende Wärmeänderung zeigt sich im Thermogramm als exothermer, oft glockenförmiger Peak des Wärmestroms. Der schematische Verlauf für eine dynamische Messung ist in Bild 4.6 dargestellt.

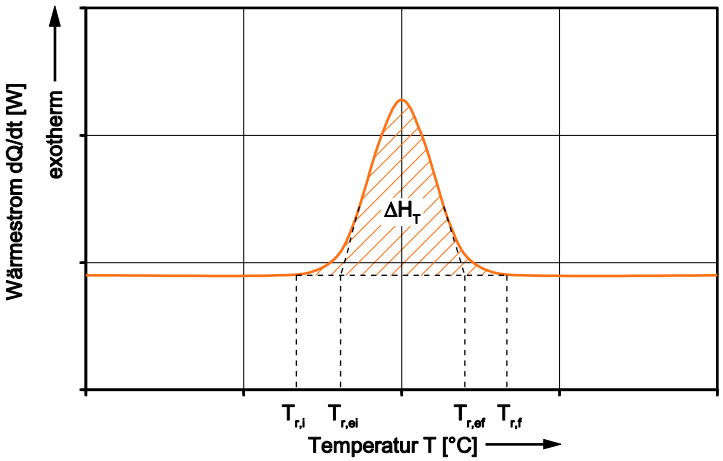


Bild 4.6
Thermogramm mit exothermem Peak bei dynamischer Messung. Vergleiche Norm EN ISO 11357-5.

$T_{r,i}$ Reaktionsbeginn
$T_{r,ei}$ extrapolierte Anfangstemperatur
$T_{r,ef}$ extrapolierte Endtemperatur
$T_{r,f}$ Reaktionsende

exothermen Peak der Wärmestromkurve und der Basislinie. Sie ist bei drucklosen Prozessen identisch mit der Wärmeänderung. Vergleiche Ehrenstein, Seite 102 ff. und Norm EN ISO 11357-5.

201 Die Restenthalpie $\Delta H_{post,T}$ basiert auf der durch eine mögliche Nachhärtungsreaktion hervorgerufenen Wärmeänderung. Vergleiche Norm EN ISO 11357-5.

Mithilfe des Flächeninhalts der Messkurve gegenüber einer Basislinie kann die Reaktionsenthalpie bestimmt werden. Die Basislinie wird entweder mithilfe einer Extrapolation des Grundsignals oder durch wiederholte Messung der vollständig ausgehärteten Probe gewonnen. Die Berechnung des Reaktionsumsatzes einer für eine definierte Reaktionszeit isotherm gehärteten Probe erfolgt mit Gleichung 4.4.

$$p_{dyn} = \frac{(\Delta H_{tot,T} - \Delta H_{post,T})}{\Delta H_{tot,T}}$$

Gleichung 4.4

mit

p_{dyn} Reaktionsumsatz bestimmt im dynamischen Modus
$\Delta H_{tot,T}$ Gesamtreaktionsenthalpie beginnend unterhalb des Glasübergangs der Klebstoffmischung
$\Delta H_{post,T}$ Restenthalpie gemessen im Anschluss an eine definierte, isotherme Härtung

Innerhalb einer isothermen Messung werden exotherme Wärmeströme in einem mehr oder minder ausgeprägten Peak beobachtet. Dabei hängen die Ausprägung und der Informationsgehalt der isothermen Messung stark von der gewählten Temperatur ab. Beides nimmt tendenziell mit steigender Härtungstemperatur zu. Der Verlauf des Wärmestroms hängt davon ab, ob die chemische Reaktion unmittelbar startet oder ein verzögerter Reaktionsbeginn zu beobachten ist. Das Bild 4.7 zeigt eine isotherme Härtung mit unmittelbarem Reaktionsbeginn.

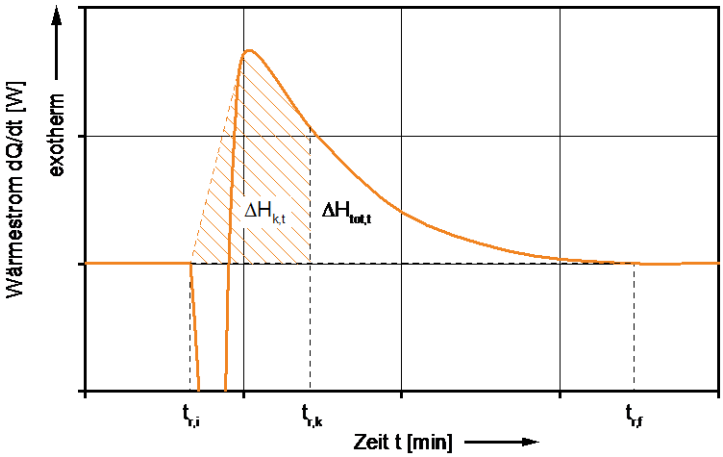


Bild 4.7
Thermogramm mit exothermem Peak bei isothermer Messung bei unmittelbarem Reaktionsbeginn. Vergleiche Norm EN ISO 11357-5.

$t_{r,i}$ Reaktionsbeginn
$t_{r,k}$ Betrachtungszeitpunkt
$t_{r,f}$ Reaktionsende

Bis zur Einstellung des thermischen Gleichgewichts sind Störungen des kalorimetrischen Signals vorhanden, die eine genaue Feststellung des Reaktionsbeginns nicht erlauben. Vereinfachend wird ein linearer Anfangsverlauf (gestrichelte Linie) der Wärmeänderung angenommen. Mit der nachfolgenden Gleichung 4.5 gelingt eine direkte zeitliche Verfolgung des Reaktionsumsatzes.

Gleichung 4.5

$$p_{iso} = \frac{\Delta H_{k,t}}{\Delta H_{tot,t}} \cdot p_{dyn,t_{r,f}}$$

mit

p_{iso} Reaktionsumsatz bestimmt im isothermen Modus
$\Delta H_{k,t}$ Reaktionsenthalpie zwischen Reaktionsbeginn und Betrachtungszeitpunkt $t_{r,k}$
$\Delta H_{tot,t}$ Gesamtreaktionsenthalpie zwischen Reaktionsbeginn und Versuchsende
$p_{dyn,t_{r,f}}$ Reaktionsumsatz am Versuchsende

Eine Normierung erfolgt über den Reaktionsumsatz, der mithilfe der Restenthalpie am Ende des Versuchs ermittelt wird. Diese wird notwendig, da die Ausgangsprodukte bei niedrigen Härtungstemperaturen nicht vollständig in Reaktionsprodukte umgesetzt werden können.

Bei Epoxidharzen handelt es sich aus chemischer Sicht um ein vernetzendes System, bei dem der während der Härtung erreichte Vernetzungsgrad einen nennenswerten Einfluss auf die Materialeigenschaften hat. Insbesondere zum Ende der Reaktion führen wenige Prozentpunkte an zusätzlichem Umsatz zu teilweise nennenswerter Zunahme des Vernetzungsgrads. Neben der Reaktionsenthalpie ist daher vor allem die Entwicklung der Temperaturlage des Glasübergangs wichtig.[202]

Während des Glasübergangs kommt es zu deutlichen Änderungen in der Morphologie der untersuchten Substanz. Kalorimetrisch betrachtet, tritt eine sprunghafte Änderung der Wärmekapazität beim Übergang vom energieelastischen in den entropieelastischen Zustand ein. Diese Änderung der

[202] Vergleiche weiterführend Ehrenstein 2003, Frick 2006, Lüttgert 1976.

Wärmekapazität kann als stufenförmige Änderung des Wärmestroms (Bild 4.8) detektiert werden. Von weiterem Interesse sind neben der Temperaturlage auch die Stufenhöhe[203] des Glasübergangs sowie eine mögliche Störung des Wärmestromes durch Enthalpierelaxation[204].

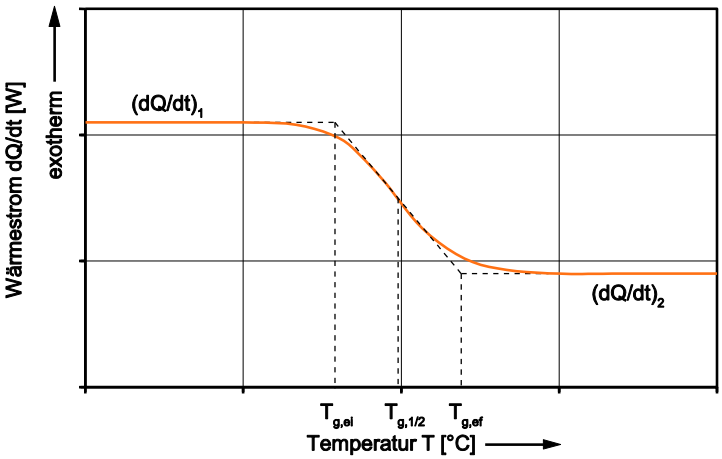


Bild 4.8
Stufenauswertung des Glasübergangs und charakteristische Glasübergangstemperaturen nach Norm EN ISO 11357-2.

$T_{g,ei}$ extrapolierte Anfangstemperatur
$T_{g,1/2}$ Halbstufenhöhe
$T_{g,ef}$ extrapolierte Endtemperatur

Normativ werden verschiedene Auswerteverfahren beschrieben[205]. In Analogie zur Auswertung der Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs mithilfe der DMA, wird im weiteren Verlauf dieser Arbeit die extrapolierte Anfangstemperatur des Glasübergangs $T_{g,ei}$ herangezogen.

Der Glasübergang ist grundsätzlich eine reversible Phasenänderung. Gleichwohl werden die Gestalt und die Temperaturlage des Glasübergangs von der thermischen Vorgeschichte sowie von den für die Messung angewandten Heiz- und Kühlraten beeinflusst. Ein Vergleich einzelner Messergebnisse ist daher nur bei identischen Herstell-, Lagerungs- und Prüfbedingungen zulässig.

[203] Die Stufenhöhe ist die Differenz zwischen dem Wärmestrom $(dQ/dt)_1$ vor dem Glasübergang und dem Wärmestrom $(dQ/dt)_2$ nach dem Glasübergang. Sie entspricht der Änderung der spezifischen Wärmekapazität Δc_p. Vergleiche Norm EN ISO 11357-2.

[204] Eine Enthalpierelaxation wird durch eine langanhaltende Lagerung unterhalb der Glasübergangstemperatur oder durch sehr niedrige Kühlraten verursacht. Bei Auftreten einer Enthalpierelaxation wird der stufenförmige Glasübergang durch einen endothermen Peak gestört. Vergleiche Norm EN ISO 11357-2.

[205] Vergleiche Norm EN ISO 11357-2.

4.3 Mechanische Prüfungen

4.3.1 Bestimmung von Zugeigenschaften

Das einaxiale Zugprüfverfahren ist normativ[206,207] beschrieben und dient der Ermittlung von Zugeigenschaften eines Werkstoffs. Dafür greift man auf Substanzproben unterschiedlicher Form zurück und dehnt diese quasistatisch entlang ihrer Hauptachse. Je nach prüf- und messtechnischem Aufwand stehen als Resultat verschiedene Einpunktkennwerte[208] beziehungsweise Vielpunktkennwerte[209] für die Charakterisierung des Werkstoffes zur Verfügung. Um vergleichbare Ergebnisse zu erzielen, ist es entscheidend, einheitliche Festlegungen hinsichtlich der Probenform, der Konditionierung der Proben sowie den Prüf- und Umgebungsbedingungen zu treffen.

In Abhängigkeit von den zu untersuchenden Materialien und der Art der Probenherstellung ist aus verschiedenen Probentypen zu wählen. Dabei kommen sowohl prismatische als auch zylindrische Proben infrage. In der Regel weiten sich die Enden der Proben zu Schultern oder zu vergrößerten zylindrischen Köpfen. Für Kunststoffe werden materialabhängig verschiedene Formen an Schulterstäben empfohlen. Die Schultern dienen der Probeneinspannung. Im verjüngten, prismatischen Messbereich der Probe kann unter Zugbeanspruchung von einer homogen über den Probenquerschnitt verteilten Spannung ausgegangen werden. Die Dehnungen in die beiden Querrichtungen sind innerhalb des engen parallelen Teils der Probe ungehindert.

Im Rahmen dieser Arbeit kommt der Prüfkörper vom Typ 1A nach Norm EN ISO 527-2 zur Anwendung. Der Schulterstab vom Typ 1A wird als Universalprüfkörper für Kunststoffe

[206] Das Prüfverfahren zur Bestimmung der Zugeigenschaften bei Kunststoffen, verstärkten Kunststoffen und Folien regelt Norm EN ISO 527 in ihren fünf Teilen. Die Festlegungen betreffen neben Anderem die Prüfvorrichtung, die Prüfbedingungen und die Probengeometrie.

[207] Für Kautschuk und Elastomere regelt die Norm DIN 53504 die Bestimmung der Zugeigenschaften. Die Prüfung kann sowohl an Ringen als auch an Schulterstäben erfolgen. Die Norm hält verschiedene Prüfvorrichtungen, Prüfbedingungen und Probenabmessungen fest.

[208] Einzelheiten zur Bestimmung und Darstellung vergleichbarer Einpunktkennwerte sind in der Norm EN ISO 10350-1 zu finden.

[209] Zu den Vielpunktkennwerten zählt unter anderem auch die vergleichbare Ermittlung und Darstellung des Verformungsverhaltens unter geordneten Bedingungen. Vergleiche hierzu die Norm EN ISO 11403-1.

empfohlen. Seine Form ist im Bild 4.9 dargestellt. Die zugehörigen Maße sind in der Tafel 4.2 festgehalten.

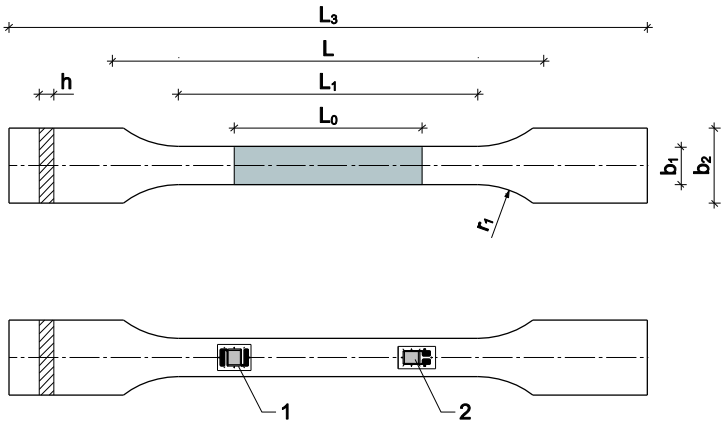


Bild 4.9
Oben: Probekörper zur Bestimmung der Zugeigenschaften. Vergleiche Norm EN ISO 527-2, Bild 1.

Unten: Lage der transversal (1) und axial (2) messenden Dehnungsmessstreifen.

	Prüfgröße	Probekörper Typ 1A
L	Anfangsabstand der Spannzeuge	115 ± 1
L_0	Messlänge	75 ± 0,5
L_1	Länge des engen parallelen Teils	80 ± 2
L_3	Gesamtlänge	≥ 170
b_1	Breite des engen parallelen Teils	10 ± 0,2
b_2	Breite der Enden	20 ± 0,2
h	Dicke	4 ± 0,2
r_1	Radius 1	24 ± 1

Tafel 4.2
Maße des Probekörpers. Entnommen der Norm EN ISO 527-2, Tabelle 1. Alle Angaben in Millimetern.

Zur Bestimmung der Zugeigenschaften werden Zug- oder Universalprüfmaschinen verwendet. Diese müssen die normativen Anforderungen an Prüfmaschinen[210] erfüllen und über geeignete Spann- und Messeinrichtungen[211, 212] verfügen. Zu den standardmäßig erhobenen Messwerten zählen die Zeit, die Kraft und der Traversenweg. Individuell ergänzt werden diese Messwerte durch weitere, der Messaufgabe

[210] Die normativen Anforderungen an die Prüfmaschine regelt die Norm EN ISO 527-1 mit Verweisen auf die Normen EN ISO 7500-1 und EN ISO 9513.

[211] Eine Spanneinrichtung muss das quetsch- und schlupffreie Halten der Proben gewährleisten. Vergleiche weiterführend EN ISO 527-1.

[212] Kraftmesseinrichtungen müssen der Klasse 1 nach EN ISO 7500-1 entsprechen.

entsprechende Sensoren wie etwa Temperatursensoren, Wegaufnehmer oder Extensometer[213,214].

Für die Durchführung der einaxialen Zugprüfung an Kunststoffen werden normativ verschiedene Prüfgeschwindigkeiten vorgeschlagen. Die Norm EN ISO 10350-1 konkretisiert die Angaben unter der Annahme des Probekörpertyps 1A. Sie empfiehlt für die Bestimmung der elastischen Konstanten Zugelastizitätsmodul und Querdehnzahl eine Geschwindigkeit von 1,0 mm/min. Für die weiterführende Ermittlung von signifikanten Einpunktkennwerten werden bei spröd brechenden Kunststoffen 5,0 mm/min und für alle weiteren Kunststoffe 50 mm/min als Prüfgeschwindigkeiten empfohlen. Für die vergleichende Charakterisierung der Klebstoffe wurde eine Prüfgeschwindigkeit von 1,0 mm/min gewählt. Eine Unterscheidung in Versuche zur Bestimmung der elastischen Konstanten und in Versuche zur Bestimmung der weiteren Einpunktkennwerte wurde hinsichtlich der Prüfgeschwindigkeit nicht getroffen. Soweit keine anderen Werte angegeben sind, gelten die obigen Festlegungen für die gesamte vorliegende Arbeit.

Um bei der Prüfung reproduzierbare Versuchsergebnisse zu erzielen, ist es darüber hinaus notwendig, Vereinbarungen über das Konditionier- und das Prüfklima zu treffen. Das Ziel der Konditionierung vor Beginn der eigentlichen Versuchsdurchführung besteht darin, dass die Proben den unterstellten Temperaturzustand und das unterstellte Feuchtegleichgewicht annehmen.[215]

Für die einaxiale Zugprüfung wurden sechs Prüftemperaturen (-20 °C, +0 °C, +20 °C, +40 °C, +60 °C und +80 °C) innerhalb des möglichen Einsatztemperaturbereichs gewählt.

[213] Extensometer sind Längenänderungs-Messeinrichtungen. Unterschieden wird in Wegaufnehmer zum Ansetzen und in optische Systeme wie das Laser- und das Videoextensometer. Für Kunststoffe werden optische Extensometer empfohlen. Vergleiche weiterführend EN ISO 9513 und insbesondere Anhang F über Videoextensometer.

[214] Vergleiche INSTRON 2006a und INSTON 2006b.

[215] Die Normklimate und die Konditionierungsdauer von Kunststoffen zur Erreichung eines reproduzierbaren Temperaturzustands und eines Feuchtegleichgewichts regelt die Norm EN ISO 291. Die Richtlinie ETAG 002-1 sowie die Norm EN 13022-2 schließen den Alterungszyklen eine mindestens 24 Stunden dauernde Konditionierung unter Normalklimat 23/50 an. Regelungen für abweichende Konditionier- und Prüftemperaturen sind normativ nicht beschrieben. Daher ist das Erreichen eines gewünschten Probenzustands im Einzelfall zu überprüfen.

Alle Proben wurden vor der Prüfung für mindestens 24 und höchstens 32 Stunden unter der jeweiligen Prüftemperatur konditioniert. Der Transport der Probe zur Universalprüfmaschine und das Einspannen der Probe wurden unter möglichst geringem Zeitaufwand durchgeführt. Vor Beginn der Prüfung verblieben die Proben für weitere 30 Minuten unter Prüftemperatur in der Temperierkammer der Universalprüfmaschine.

Die wesentlichen Kenngrößen des einaxialen Zugversuchs und ihre Bestimmung werden nachfolgend beschrieben. Die Nennzugspannung σ – im Weiteren als Zugspannung bezeichnet – dient als Maß der mittleren Flächenbelastung dazu, die Messgröße Kraft zu normieren. Die Zugspannung ist der Quotient aus der gemessenen Zugkraft F und der Schnittfläche A des Anfangsquerschnitts. Dabei wird vorausgesetzt, dass die Kraft genügend homogen über die Fläche verteilt ist. Die Nennspannung ist definiert als:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$ **Gleichung 4.6**

mit

F	Zugkraft
A	Anfangsfläche des Querschnitts im engen parallelen Teil der Probe

Infolge der Zugbeanspruchung treten neben der Längenänderung auch Kontraktionen in beide Querrichtungen und damit eine Verringerung der Querschnittfläche ein. Die auf die reduzierte Fläche des Momentanquerschnitts bezogene Flächenbelastung wird als wahre Spannung bezeichnet. Der Unterschied zwischen Nennspannung und wahrer Spannung nimmt mit wachsender Längsdehnung, die bei Kunststoffen erheblich sein kann, zu. Soweit nicht abweichend gekennzeichnet, beziehen sich alle Spannungsmaße innerhalb der vorliegenden Arbeit auf die Nennzugspannung.

Die in Richtung der Hauptachse wirkende Zugkraft führt zu einem Längenzuwachs in Richtung dieser Achse. Als normative Längsdehnung ε[216] wird die Längenänderung

[216] Die Messlänge der Probe L_0 und die Längenänderung der Messlänge ΔL_0 sind Messwerte des Extensometers. Die Messung erfolgt optisch mithilfe von Markierungen auf dem Probekörper. Auswertung und Ausgabe der normativen Längsdehnung ε erfolgen programmunterstützt.

ΔL_0 des Messbereichs im Verhältnis zur Ausgangsmesslänge L_0 bezeichnet.

Gleichung 4.7

$$\varepsilon = \frac{\Delta L_0}{L_0}$$

mit

L_0 Messlänge der Probe
ΔL_0 Längenänderung des Messbereiches

Als zweites Dehnungsmaß wird die nominelle Längsdehnung ε_t eingeführt, um eventuellen Ungenauigkeiten der Dehnungsmessung oberhalb der Streckgrenze zu begegnen. Nach Überschreiten der Streckdehnung kommt es in einigen Fällen innerhalb des engen parallelen Teils der Probe zu lokal begrenzten Einschnürungen. Dadurch wird der Messbereich nicht mehr gleichmäßig gedehnt und die Verwendung der nominellen Längsdehnung ist im Vergleich zur normativen Längsdehnung zweckmäßiger. Sie wird bestimmt mit:

Gleichung 4.8

$$\varepsilon_t = \varepsilon_S + \frac{\Delta L_t}{L}$$

mit

ε_S Streckdehnung
L Anfangsabstand der Spannzeugen
ΔL_t Zuwachs des Abstandes zwischen den Spannzeugen nach Überschreiten der Streckgrenze

Aus der Zugspannungs-Längsdehnungs-Kurve lassen sich verschiedene Kennwerte ableiten. Signifikante Kennwerte des Verformungsverhaltens sind beispielsweise der Zugelastizitätsmodul, die Querdehnzahl, die Streckspannung und die Streckdehnung, die Bruchspannung und die Bruchdehnung sowie die 0,2 %-Dehngrenze.

Der Zugelastizitätsmodul E[217] und die Querdehnzahl μ[218] sind elastische Konstanten. Der Zugelastizitätsmodul definiert sich als Steigung des linearen Anfangsverlaufs der Zugspannungs-Längsdehnungs-Kurve. Der Anfangsbereich

[217] Der Zugelastizitätsmodul wird in der Einheit [N/mm^2] angegeben. Hinsichtlich der Definition vergleiche beispielsweise Norm EN ISO 527-1.

[218] Die Querdehnzahl oder auch Poissonzahl μ ist dimensionslos. Hinsichtlich der Definition vergleiche beispielsweise Norm EN ISO 527-1.

dieser Kurve ist schematisch auf der rechten Seite von Bild 4.10 dargestellt. Der zu berücksichtigende Längsdehnungszuwachs erstreckt sich von 0,05 % bis 0,25 %. Für die meisten Kunststoffe lässt sich auch in diesem, eher geringen, Dehnungsbereich kein linearer Kurvenverlauf erkennen. Daher wird entweder der Sekantenanstieg nach Gleichung 4.9 oder die Steigung einer Geraden – basierend auf einem linearen Regressionsverfahren – nach Gleichung 4.10 bestimmt.

Gleichung 4.9

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$

mit

σ_1, σ_2 zugehörige Beobachtungswerte der Zugspannung
ε_1, ε_2 Grenzen des Längsdehnungszuwachses

Gleichung 4.10

$$E = \frac{\sum_{i=1}^{n} (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}) \cdot (\sigma_i - \bar{\sigma})}{\sum_{i=1}^{n} (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon})^2}$$

mit

ε_i Beobachtungswerte der Längsdehnung
$\bar{\varepsilon}$ Mittelwert der beobachteten Längsdehnungen
σ_i Beobachtungswerte der Zugspannung
$\bar{\sigma}$ Mittelwert der beobachteten Zugspannungen

Die Querdehnzahl ist das negative Verhältnis aus der Dehnungsänderung in eine der beiden Querrichtungen und der zugehörigen Längsdehnungsänderung. Bild 4.10 zeigt erklärend die Anfangsbereiche der Zugspannungs-Querdehnungs-Kurve beziehungsweise der Zugspannungs-Längsdehnungs-Kurve. Die Gleichung zur Berechnung der Querdehnzahl lautet:

Gleichung 4.11

$$\mu = -\frac{\varepsilon_{q2} - \varepsilon_{q1}}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$

mit

ε_{q1}, ε_{q2} Grenzen des Querdehnungszuwachses

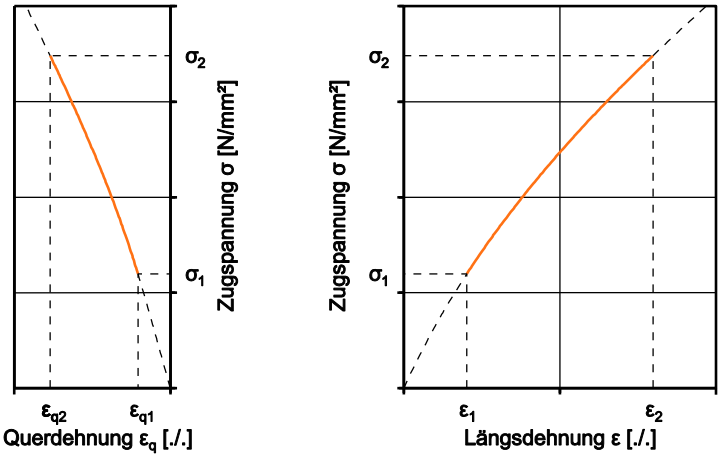


Bild 4.10
Beziehung zwischen Querdehnungsänderung (links) und Längsdehnungsänderung (rechts). Vergleiche beispielsweise Grellmann 2011, Seite 120 f. oder Norm EN ISO 527-1.

Abweichend vom Vorgehen bei der Ermittlung des Zugelastizitätsmoduls wird normativ für die Ermittlung der Querdehnzahl der Längsdehnungsbereich von 0,3 % bis 1,5 % empfohlen[219]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Dehnungsmessstreifen für die Bestimmung der Dehnungen in Längs- und Querrichtung verwendet.[220]

Ein wichtiger Vergleichswert für die Zugeigenschaften ist die Bruchspannung σ_B. Ihr zugehörig ist die Bruchdehnung ε_B. Das nachfolgende Diagramm (Bild 4.11) zeigt das Verformungsverhalten unterschiedlicher Kunststoffe von sprödem über duktiles bis hin zu elastischem Verhalten. Dabei erreichen die Kurve a, die Kurve b und die Kurve d den Bruch innerhalb des Untersuchungsbereichs. Alternativ zur Bruchspannung wird bei elastischen oder duktilen Kunststoffen der Spannungswert σ_{50}, der sich bei einer Längsdehnung von 50 % einstellt, angegeben.

[219] Die Messgenauigkeit herkömmlicher Extensometer ist für die Messung der Breitenverringerung unzureichend, wenn der Längsdehnungszuwachs von 0,05 % bis 0,25 % angesetzt wird. Daher empfiehlt die Norm EN ISO 527-1 in Anhang B die Erweiterung des Intervalls.

[220] Zur Anwendung kamen der axial messende Dehnungsmesstreifen EP-125AC-350 und der transversal messende Dehnungsmessstreifen EP-125EP-350 der Firma Vishay Micro-Measurements. Für Hinweise zur Applikation vergleiche weiterführend VMM 2010.

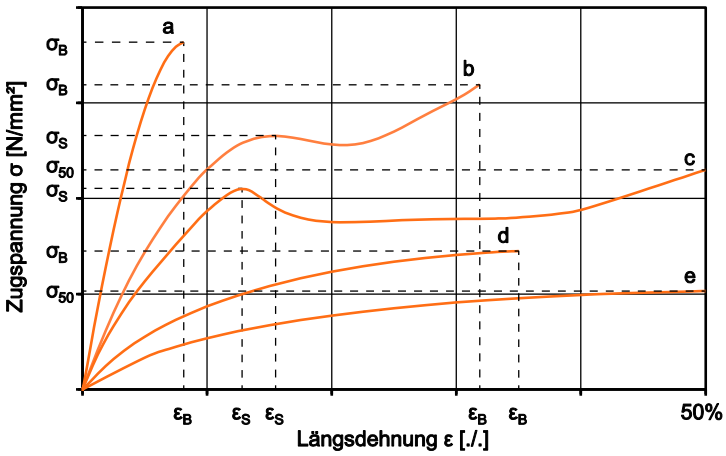


Bild 4.11
Darstellung der Zugeigenschaften verschiedener Kunststoffe und Einordnung der wesentlichen Einpunktkennwerte. Vergleiche Norm EN ISO 10350-1.

Weitere wichtige Einpunktkennwerte zur Beschreibung der Zugeigenschaften sind die Streckgrenze sowie die Dehngrenze. Die Kurven b und c in Bild 4.11 zeigen beispielhaft das Verhalten duktiler Kunststoffe. Vor dem eigentlichen Bruch bildet sich ein erster Maximalwert der Spannung aus. Die Streckdehnung ε_S[221] definiert jenen Messwert, bei dem trotz weiterer Längsdehnungszunahme die Zugspannung erstmalig gleich bleibt oder gar unmittelbar abfällt. Diesem Dehnungswert wird die Streckspannung σ_S zugeordnet.[222]

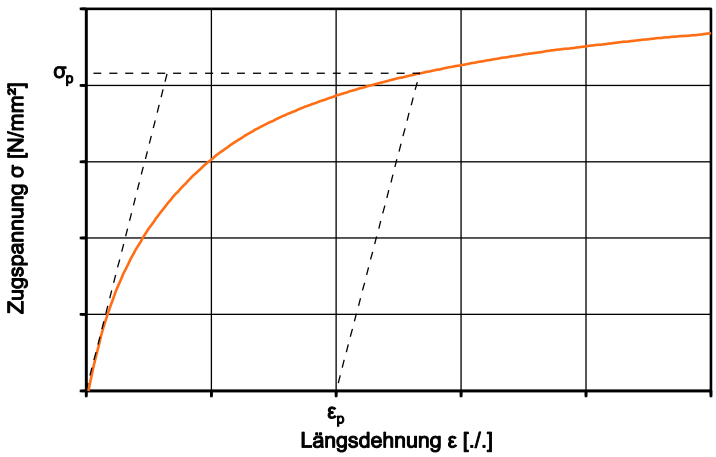


Bild 4.12
Bestimmung der Dehngrenze bei vorgegebener Dehnung unter Zuhilfenahme der elastischen Gerade. Vergleiche beispielsweise Bargel 2012, Seite 125 oder Heine 2011 Seite 157 f.

Für die Bestimmung der Dehngrenze können verschiedene Verfahren genutzt werden. Innerhalb der Arbeit wird die

[221] Abweichend vom Index S findet sich beispielsweise in der Norm EN ISO 527-1 der Index Y (englisch: yield = „fließen, sich strecken“).

[222] Vergleiche weiterführend Grellmann 2011 sowie die Normen EN ISO 527-1 und EN ISO 10350-1.

Dehngrenze σ_p unter Zuhilfenahme einer vorgegebenen plastischen Dehnung ε_p berechnet. Die in Bild 4.12 gezeigten gestrichelten Linien entsprechen dem Modell des elastisch-idealplastischen Werkstoffverhaltens. Dabei folgt der Belastungspfad der elastischen Gerade bis zur Fließgrenze. Danach tritt eine plastische Dehnung ohne Spannungsänderung ein. Der daran anschließende Entlastungspfad verläuft parallel zum Belastungspfad. Nach vollständiger Entlastung verbleibt eine plastische Verformung. Die Dehngrenze σ_p ist nun diejenige Spannung, die dem hypothetischen Entlastungspfad folgend zur vorgegebenen plastischen Dehnung ε_p führt. Beim Umgang mit Metallen sind sowohl die 0,01 %- als auch die 0,2 %-Dehngrenze gebräuchlich. In der vorliegenden Arbeit wird die 0,2 %-Dehngrenze $\sigma_{p0,2}$ als Vergleichsgröße zwischen den Klebstoffen genutzt.

4.3.2 Bestimmung von Druckeigenschaften

Das Druckprüfverfahren dient der Charakterisierung von Werkstoffen bei einaxialer Druckbeanspruchung. Hierfür wird eine Substanzprobe mit geeigneter Probenform zwischen zwei Druckplatten eingebracht und entlang ihrer Hauptachse gestaucht. Analog zum Zugprüfverfahren sind verbindliche Festlegungen hinsichtlich der Probenform, der Konditionierung der Proben sowie hinsichtlich der Prüf- und Umgebungsbedingungen zu treffen.[223,224]

Ein besonderes Augenmerk ist auf die Probenform zu legen, da die geometrischen Abmessungen Einfluss auf die Versuchsergebnisse nehmen. Insbesondere die Druckbelastungsgrenze hängt neben den Werkstoffeigenschaften auch von der Schlankheit der Probe ab. Grundsätzlich kommen prismatische, zylindrische sowie rohrförmige Proben in Betracht. Zur Bestimmung der elastischen Konstanten werden

[223] Die Erläuterungen in Kapitel 4.3.1 gelten sinngemäß auch für das Druckprüfverfahren. Analog zu verwendende Begriffe sind beispielsweise Stauchung für Dehnung oder Quetschgrenze für Streckgrenze. Vergleiche weiterführend Grellmann 2011, Seite 136 ff. sowie die Norm EN ISO 604.

[224] Die Prüfgeschwindigkeiten sind so aufeinander angepasst, dass die Dehnraten der Zugprüfung näherungsweise den Stauchraten der Druckprüfung entsprechen. Demensprechend ist einer Prüfgeschwindigkeit von 1,0 mm/min im Zugversuch eine Prüfgeschwindigkeit von -0,4 mm/min im Druckversuch zuzuordnen. Für die Konditionierung sowie für die wesentlichen Prüf- und Umgebungsbedingungen gelten die in Kapitel 4.3.1 getroffenen Festlegungen sinngemäß.

normativ schlanke, prismatische Proben[225] empfohlen. Für die Bestimmung weiterer Einpunktkennwerte – wie etwa der Druckfestigkeit, der 0,2 %-Stauchgrenze oder der Quetschgrenze – wird in der Norm eine prismatische Probe mit verringertem Schlankheitsgrad[226] vorgeschlagen. Die Druckeigenschaften werden innerhalb dieser Arbeit ausschließlich für den vorzugsweise ausgewählten Klebstoff bestimmt. Der hierzu universell verwendete Probekörper ist rohrförmig. Sein Schlankheitsgrad liegt zwischen dem der beiden normativ bevorzugten Probekörper. Die nachfolgend dargestellte Probenform (Bild 4.13) wurde aus einem gegossenen Halbzeug maschinell herausgearbeitet[227].

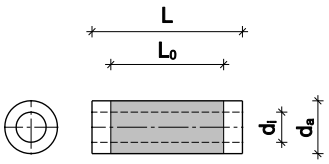


Bild 4.13
Probekörper zur Bestimmung der Druckeigenschaften. Vergleiche auch Norm EN ISO 604.

	Prüfgröße	Probekörper
L	Gesamtlänge und Anfangsabstand der Druckplatten	40 ± 0,5
L_0	Messlänge	30 ± 0,5
d_a	Außendurchmesser	20 ± 0,2
d_i	Innendurchmesser	14 ± 0,2
ε^*	Maximale nominelle Stauchung nach EN ISO 604	4,9 ± 0,3 %

Tafel 4.3
Maße des Probekörpers. Alle Angaben sind in Millimeter.

[225] Als Probentyp wird in Norm EN ISO 604 ein prismatischer Ausschnitt aus dem engen parallelen Teil des Vielzweckprobekörpers (vergleichbar mit dem Probekörper vom Typ 1A) bevorzugt. Als Nennabmessungen werden 50 mm x 10 mm x 4 mm genannt. Für die Bestimmung der elastischen Konstanten wird eine näherungsweise homogen über den Querschnitt verteilte Spannung unterstellt. Die Behinderung der Querdehnung – entstehend durch Reibungskräfte, die zwischen den Druckplatten und den Stirnflächen der Probe wirken – kann bei schlanken Proben vernachlässigt werden. Allerdings steigt mit zunehmendem Schlankheitsgrad auch das Risiko instabilen Verhaltens. Vergleiche Grellmann 2011, Seite 136 ff., Kunz 2008.

[226] Der nach Norm EN ISO 604 bevorzugte Probekörper wird ebenfalls dem Vielzweckprobekörper entnommen. Er besitzt die Nennabmessungen 10 mm x 10 mm x 4 mm. Vergleiche Norm EN ISO 604. Der geringe Schlankheitsgrad ist aus Sicht der Versuchsdurchführung nicht unkritisch. Zwar ist die Gefahr instabilen Verhaltens reduziert. Gleichzeitig kann die Geometrie aber zu inhomogenen Spannungszuständen und zu nennenswerten Anlaufeffekten führen. Vergleiche Grellmann 2011, Seite 136 ff., Kunz 2008.

[227] Hinsichtlich der indirekten Herstellung von Kunststoffproben vergleiche weiterführend Grellmann 2011, Seite 30 f. und Norm EN ISO 2818.

Der verwendete Probekörper erreicht bei einer Stauchung von 4,9 % einen kritischen Wert[228]. Im weiteren Versuchsverlauf kann instabiles Verhalten auftreten. Ein vorzeitiges Beulen der Rohrwandung ist aufgrund der gewählten Wandstärke nicht zu erwarten[229].

Die Probekörper werden entlang ihrer Hauptachse mit konstanter Prüfgeschwindigkeit gestaucht. Die normative Stauchung wird mithilfe optischer Dehnungssensoren aufgezeichnet. Da mit dem Erreichen der Quetschgrenze lokale Effekte beziehungsweise instabiles Ausweichen vermehrt auftreten können, wird auf die nominelle Stauchung zurückgegriffen. Der Versuch wird nach Eintreten des Bruchs oder spätestens bei einer nominellen Stauchung von 10 % abgebrochen.

4.3.3 Untersuchung an in-situ-Prüfkörpern

Für die Untersuchung der Zugfestigkeit von Klebverbindungen an in-situ-Prüfkörpern[230] sind verschiedene Prüfverfahren normativ beschrieben.[231,232,233] In dieser Arbeit werden ein Zugprüfverfahren für Metall-Metall-Proben in Anlehnung an EN 15870 sowie ein Zugprüfverfahren für Glas-Metall-Proben in Anlehnung an Tasche 2007 verwendet.

Für die Untersuchung der Zugfestigkeit von Klebverbindungen schlägt EN 15870 ein Verfahren mit stirnseitig stumpf geklebten Fügeteilen vor. Innerhalb dieser Arbeit wird das Prüfverfahren für die Bestimmung der Anfangsfestigkeit in

228 Vergleiche Norm EN ISO 604, Gleichung (1). Die der Berechnung zugrunde liegende Annahme linear-elastischen Verhaltens ist für den untersuchten Klebstoff nicht durchgehend erfüllt.

229 Die kritische Beulspannung, bestimmt unter Annahme linearen Materialverhaltens, liegt deutlich über dem erwarteten Spannungsniveau. Vergleiche weiterführend Timoshenko 2009, Seite 457 ff.

230 Die in-situ-Prüfkörper (lateinisch: in situ = „in ursprünglicher Lage“) sind Kleinteilproben, an denen das Verhalten und die Wechselwirkung von Fügeteilen und Klebschicht bestimmt werden können.

231 Ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Zugfestigkeit für stumpf geklebte zylindrische beziehungsweise prismatische Prüfkörper regelt die Norm EN 15870.

232 Die Norm EN 14869-1 regelt das Prüfverfahren zur Bestimmung des Scherverhaltens unter Torsion an stumpf geklebten zylindrischen Hohlrohren. Dieser Prüfkörper eignet sich aber gleichzeitig auch zur Bestimmung der Zugeigenschaften der Klebschicht.

233 Die Richtlinie ETAG 002-1 sowie die Norm EN 15434 regeln die Zugprüfung an H-Prüfkörpern. Die Prüfkörpergeometrie ist aufgrund der großen Klebfugenabmessungen für die Untersuchung von Strukturklebstoffen ungeeignet.

Abhängigkeit von der Modifikation der Edelstahloberfläche genutzt. Die in-situ-Prüfkörper werden mit konstanter Geschwindigkeit zentrisch, entlang ihrer Längsachse gezogen bis ein Versagen eintritt. Die Zugbeanspruchung soll weitestgehend frei von Momenten erfolgen. Besonderes Augenmerk ist daher auf eine geringe Maßtoleranz der Fügeteile und die Fehlerfreiheit der Stumpfklebung zu legen. Die Prüfvorrichtung ist so zu gestalten, dass keine Torsionsmomente um die Längsachse entstehen. In Abhängigkeit vom prüf- und messtechnisch betriebenen Aufwand können das Verformungsverhalten der Klebschicht, die Bruchkraft, die Bruchdehnung und die Art des Bruchs bestimmt werden.[234]

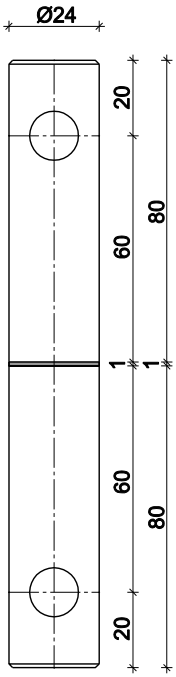


Bild 4.14
Darstellung des Probekörpers zur Bestimmung der Zugfestigkeit der stumpf geklebten Metall-Metall-Verbindung.

Die Norm lässt sowohl die Verwendung quadratischer als auch kreisförmiger Querschnitte unterschiedlicher Abmessungen zu. Die untersuchten Metall-Metall-Proben, vergleiche Bild 4.14, bestehen aus zwei an ihren Stirnseiten stumpf miteinander verklebten Metallzylindern. Die Nenndicke der Klebschicht beträgt 1 mm. Die Zylinder weisen einen Nenndurchmesser von 24 mm und eine Nennlänge von jeweils

[234] Das Verfahrens und die damit erzielten Ergebnisse werden beispielsweise in Habenicht 2009, Seite 407 ff., da Silva 2008, Seite 53 ff., da Silva 2011, Seite 451 f. ausführlich dargestellt. Vergleiche darüber hinaus Norm EN 15870.

80 mm auf. Die stirnseitigen Oberflächen wurden quer-plangedreht. Die gewünschte Oberflächenqualität und Maßtoleranz wurde durch Schlichten erreicht. Die Herstellung der in-situ-Prüfkörper erfolgte in den Schritten Oberflächenreinigung, soweit vorgesehen Oberflächenmodifikation[235], Dosieren des Klebstoffs auf einen der Metallzylinder, Fügen der Metallzylinder sowie Aushärten des Klebstoffs. Die Durchführung der Zugprüfung an der Metall-Metall-Verbindung fand ausschließlich unter Normalklima 23/50[236] statt. Die Prüfgeschwindigkeit wurde mit 0,1 mm/min gewählt und der Stichprobenumfang betrug jeweils 20 Prüfkörper.

Das Bild 4.15 zeigt verschiedene in-situ-Prüfkörper bestehend aus einer Glasplatte, einem Metallzylinder und der Klebschicht. Dieser wurde im Zuge von Forschungsarbeiten zu UV-und lichthärtenden Acrylatklebstoffen[237] entwickelt und ermöglicht die zerstörende Prüfung von Glas-Metall-Verbindungen.

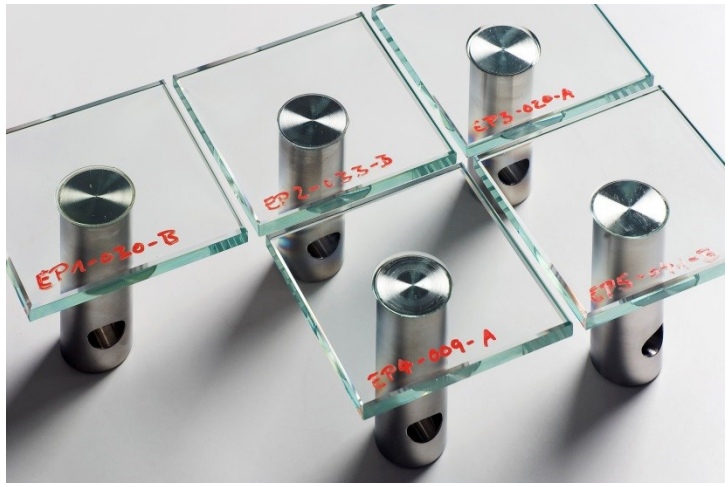


Bild 4.15
Glas-Metall-Proben für die Bestimmung der Zugfestigkeit.

Die Geometrie der Prüfkörper ist in Bild 4.16 dargestellt. Der verwendete Metallzylinder ist identisch mit den Metallzylindern des vorab beschriebenen Metall-Metall-Prüfkörpers. Der Nenndurchmesser beträgt 24 mm und die Nennlänge beträgt 80 mm. Die Oberfläche wurde querplangedreht und

[235] Detaillierte Angaben zur durchgeführten Standardreinigung und zu den ausgewählten Methoden der Oberflächenbehandlung sind in Kapitel 6.3 zu finden.
[236] Vergleiche Norm EN ISO 291.
[237] Vergleiche Tasche 2007, Seite 93 ff.

zum Erreichen der gewünschten Oberflächenqualität geschlichtet.

Als Glassubstrat kommt thermisch vorgespanntes Kalk-Natronsilikatglas[238] zur Anwendung. Verfahrensbedingt besitzen die im Floatverfahren hergestellten Flachgläser so genannte Zinnbad- und Atmosphärenseiten. Die Zinnbadseite ist durch eine nicht homogene oberflächennahe Zinnoxidschicht gekennzeichnet, die sich einer differenzierten Betrachtung entzieht und die Grenzschicht zwischen Glas und Klebstoff undefiniert beeinflussen kann. Innerhalb des Untersuchungsprogramms wird die Klebung daher ausschließlich auf der Atmosphärenseite ausgeführt.[239]

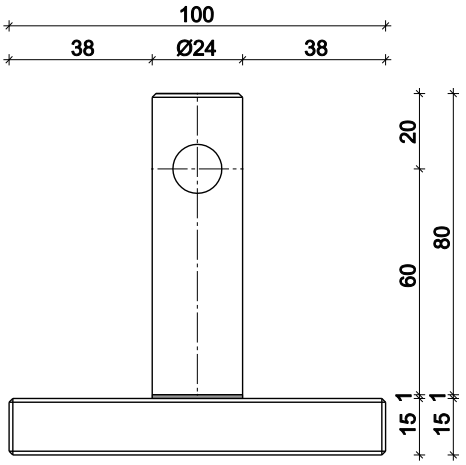


Bild 4.16
Darstellung des Prüfkörpers zur Bestimmung der Zugfestigkeit der Glas-Metall-Verbindung. Die Glasabmessungen variieren. Für die Klebstoffauswahl kam Glas der Nenndicke 8 mm zum Einsatz. Glas der Nenndicke 15 mm wurde bei den Versuchen zur Festlegung der Oberflächenmodifizierung und zur Charakterisierung der Klebverbindung verwendet.

Alle verwendeten Glasformate sind quadratisch. Die Glasplatten für die Vorversuche zur Klebstoffauswahl haben eine Nenndicke von 8 mm und eine Kantenlänge von jeweils

[238] Für weiterführende Informationen zum thermischen Vorspannen von Kalk-Natronsilikatglas vergleiche Kapitel 3.3.

[239] Inwiefern sich die Zinnoxidschicht positiv oder negativ auf die Zugfestigkeit und Dauerhaftigkeit der Verbindung auswirkt, hängt neben anderen Kriterien auch vom Klebstoff ab. Vergleiche beispielsweise Brockmann 1998, Hüther 1995, Lotz 1995, Tasche 2007.

75 mm. Für die weiterführenden Versuche wurde die Glasdicke auf 15 mm erhöht.[240] Die Kantenlänge dieser Glasplatten beträgt jeweils 100 mm. Alle Glaskanten sind poliert[241] ausgeführt.

Der Metallzylinder wird in Anlehnung an EN 15870 mit seiner Stirnseite zentrisch auf die quadratische Glasplatte geklebt. Die Nenndicke der Klebschicht beträgt 1 mm. Alle Oberflächen wurden vor Ausführung der Klebung einer Standardreinigung und soweit vorgesehen auch einer Oberflächenmodifikation unterzogen[242]. Daran anschließend wurde der Klebstoff auf dem Metallzylinder dosiert und die Glasscheibe positioniert. Die einzelnen Arbeitsschritte fanden unter Normalklimat 23/50 statt. Lediglich für die Oberflächensilikatisierung durch Flammpyrolyse[243] ergaben sich höhere Fügeteiltemperaturen. Die Aushärtung des Klebstoffs erfolgte mit den individuell geltenden Verfahren und Bedingungen.[244]

Die Bestrahlung und Bewitterung der Prüfkörper im automatischen Zyklus nach EN ISO 11431 erfolgte mit dem Gerät SUNTEST CPS+ der Firma Atlas. Die Geometrie des Probenraums macht Anpassungen am Prüfkörper (Bild 4.17) notwendig. Zum einen wurde die Zylinderlänge auf 30 mm verringert, um die zulässige Bestrahlungsebene nicht zu überschreiten. Zum anderen wurde die Kantenlänge der Glasplatte von 75 mm auf 50 mm reduziert, um den Probenraum sinnvoll nutzen zu können.

[240] In C. Kothe 2013, Seite 113 ff. werden die Ergebnisse zur Zugfestigkeit von Glas-Metall-Verbindungen vorgestellt. Für die Prüfkörper wurden Glasscheiben mit der Nenndicke 8 mm und Kantenlängen von 75 mm eingesetzt. Durch Oberflächenmodifizierung konnte die adhäsive Verbindung soweit verbessert werden, dass sich Glasbruch als Hauptursache für Versagen herausstellte. Für die eigenen Versuche zur Modifizierung der Glasoberfläche wurde die Glasdicke auf 15 mm erhöht. Durch verfahrenstechnische Notwendigkeiten beim thermischen Vorspannprozess vergrößerte sich die Kantenlänge auf 100 mm.

[241] Die polierte Kante (KPO) ist eine durch Überpolieren verfeinerte geschliffene Kantenoberfläche. Vergleiche DIN 1249-11.

[242] Vergleiche auch Kapitel 6.3.

[243] Für die Oberflächensilikatisierung durch Flammpyrolyse legt die Anwendungsempfehlung eine Vorwärmtemperatur von +50 °C für die Substrate fest.

[244] Eine ausführliche und bebilderte Beschreibung der Herstellung von Glas-Metall-Prüfkörpern ist in C. Kothe 2013, Seite 110 f. zu finden.

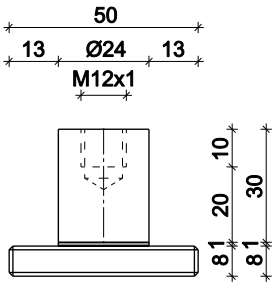


Bild 4.17
Darstellung des Probekörpers zur Bestimmung der Restfestigkeit nach künstlicher Bestrahlung und Bewitterung mit dem SUNTEST CPS+.

Sowohl die Proben zur Ermittlung der Anfangsfestigkeit als auch die Proben zur Ermittlung der Restfestigkeit nach Umweltsimulation werden vor der Prüfung für mindestens 24 Stunden unter Normalklima 23/50 beziehungsweise einer davon abweichend gewählten Prüftemperatur konditioniert.

Die zerstörende Zugprüfung findet unter einer festgelegten Prüftemperatur statt. Die Prüfvorrichtung ermöglicht die momentenfreie zentrische Belastung der Prüfkörper. Unter Lagerung der Glasscheibe wird der Metallzylinder mit konstanter Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min entlang seiner Längsachse gezogen. Eine Versuchsserie umfasst bei den Voruntersuchungen zur Klebstoffauswahl jeweils 10 Proben. Die Stichproben aller weiterführenden Versuche haben einen Umfang von 20 Proben.

Die Höhe der erreichbaren Zugfestigkeit hängt neben der Festigkeit der Klebstoffe und der Haftung auf den Substraten von der Dicke der Klebschicht und der Duktilität der Klebstoffe ab. Die Beanspruchung des Glas-Metall-Prüfkörpers führt zur Wölbung der Glasplatte, so dass zusätzlich die Biegesteifigkeit der Glasplatte einen Einfluss auf die Zugfestigkeit nimmt. In dieser Arbeit wird die Zugfestigkeit als eine gleichförmige Spannungsverteilung über den Querschnitt angenommen. Der Wert der Zugfestigkeit wird als Quotient aus Bruchkraft und Kreisfläche des Querschnitts definiert.[245]

Nach Beendigung der Zugprüfung wurden an den in-situ-Prüfkörpern die Bruchbildarten aufgenommen und beurteilt. Das Bruchbild ist ein Kriterium bei der Klebstoffauswahl und stellt einen guten Indikator für die erreichte Adhäsion der

[245] Aus numerischen Analysen und Beurteilungen von Bruchbildern ist bekannt, dass die Spannungsverteilung in der Klebschicht nicht homogen ist. Vielmehr bilden sich ringförmige Spannungskonzentrationen am Prüfkörperrand. Vergleiche da Silva 2008, Seite 53 ff. und Vogt 2009, Seite 129 ff.

Verbindung sowie für die Beurteilung der Auswirkung von Umweltsimulationen dar.

Grundsätzlich lassen sich vier Arten von Bruchbildern beobachten. In Bild 4.18 sind die einzelnen Bruchbildarten schematisch abgebildet. Als Fügeteilbruch (SB)[246] wird das Versagen eines oder mehrerer Fügeteile bezeichnet. Der Kohäsionsbruch (KV) verläuft definitionsgemäß innerhalb des Klebstoffs. Eine Unterteilung in reine oder sustratnahe Kohäsionsbrüche wird in der Arbeit nicht getroffen. Ein Adhäsionsbruch (AV) zeichnet sich durch die Trennung des Klebstoffs von der Fügeteiloberfläche aus. Als gemischter Bruch wird eine Kombination der vorab beschrieben Bruchbildarten bezeichnet. Bei Auftreten eines gemischten Bruchs werden die einzelnen Bruchbildarten dokumentiert.[247]

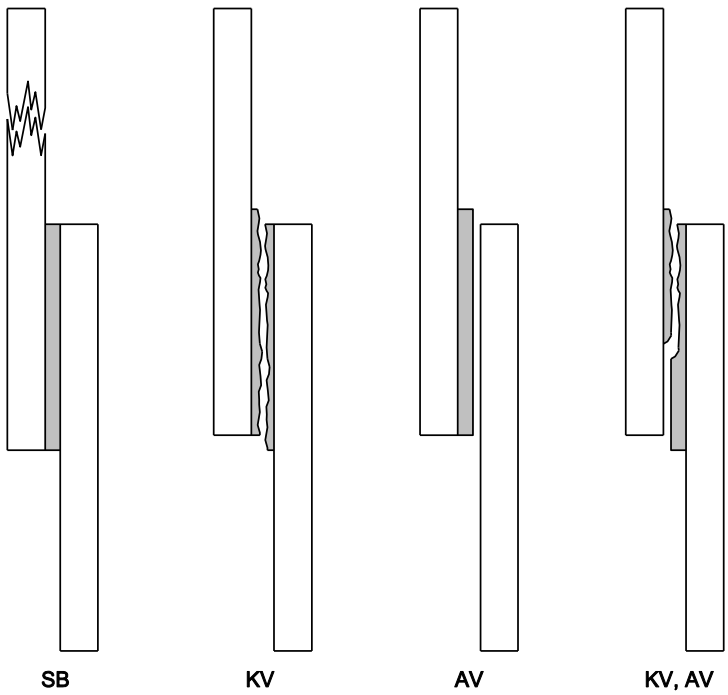


Bild 4.18
Bezeichnung der Bruchbilder nach Norm EN ISO 10365.

SB Bruch eines Fügeteils
KV Kohäsivbruch
AV Adhäsivbruch
KV, AV Gemischter Bruch

[246] Fügeteilbrüche waren nur bei den Glasplatten zu beobachten. Wobei die thermisch vorgespannten Gläser in der Regel sofort mit Sprödbruch des ganzen Glases und dem für Einscheiben-Sicherheitsglas typischen Bruchbild reagierten. Oberflächennahe Ausmuschelungen traten in geringerem Ausmaß auf.

[247] Für weiterführende Beschreibung der Bruchbilder vergleiche Habenicht 2009, Seite 372 ff. und EN ISO 10365. Die Abkürzungen für die einzelnen der Bruchbilder wurden aus Tasche 2007 entnommen.

4.4 UV-Vis-Spektrometrie

Neben den thermomechanischen und mechanischen Eigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindung sind insbesondere bei den hier untersuchten transparenten Klebstoffen deren optische Eigenschaften und deren Erscheinungsbild von Bedeutung. Im Vergleich zur anschließend beschriebenen visuellen Beurteilung stellt die spektrometrische Messung ein quantitatives Verfahren zur Beurteilung der optischen Eigenschaften dar. Des Weiteren können damit optische Veränderung, die die verschiedenen Methoden der Umweltsimulation hervorgerufen, analysiert werden.

Die Lichttransmissionsmessung basiert auf dem Phänomen, dass das in eine klare Probe eintretende Licht teilweise reflektiert[248], teilweise absorbiert[249] und teilweise transmittiert[250]. Die Reintransmission kann dann als Quotient aus dem austretenden Strahlenflusses und dem ursprünglich eingetretenen Strahlenfluss definiert werden. Hingegen stellt der Lichttransmissionsgrad eine über die spektrale Verteilung des Normlichts und über das Hellempfinden des menschlichen Auges normierte Kenngröße dar. Die lichttechnischen Eigenschaften einer klaren Probe werden durch die lichttechnischen Eigenschaften der einzelnen Schichten und von deren Schichtdicken beeinflusst. Von besonderem Interesse ist der für das menschliche Auge wahrnehmbare Spektralbereich von 380 nm bis 780 nm.[251]

[248] Durch Spiegelung an einer Grenzschicht werden Teile des Strahlenflusses reflektiert (lateinisch: reflecto = rückwärts biegen, zurückdrehen). Die Höhe des Anteils ist vom Einfallswinkel abhängig.

[249] Durch Schwächung des Strahlenflusses beim Durchgang durch ein Material entsteht der absorbierte (lateinisch: absorbeo = verschlingen) Anteil.

[250] Der transmittierte Anteil (lateinisch: transmitto = durchlassen, hinüberschicken) ist jener Anteil des Strahlenflusses der ein Material durchdringt.

[251] Zur Empfindlichkeit des menschlichen Auges bei mittlerer bis heller Beleuchtung vergleiche CIE 015. Weiterführende Informationen zur spektralen Verteilung der Globalstrahlung finden sich in CIE 085.

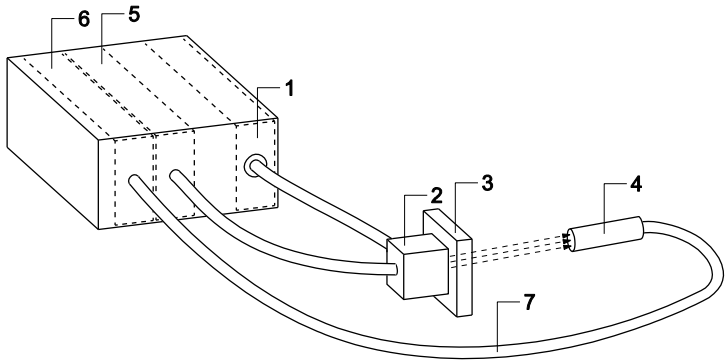


Bild 4.19
Schematische Darstellung der Messvorrichtung für die Transmissionsmessung.

1 Lichtquelle
2 Ulbricht-Kugel
3 Prüfkörper
4 8°-Transmissionsoptik
5 Spektroskop des Referenzkanals
6 Spektroskop des Messkanals
7 Lichtleiter

Die Bestimmung des spektralen Transmissionsgrads erfolgt mit einem UV/Vis-Spektrometer[252]. Als Lichtquelle dient eine Xenon-Blitzlampe mit einer Farbtemperatur von 5500 K. Diese ist über einen Lichtleiter mit der Ulbricht-Kugel[253] verbunden. Die spektrale Erfassung des Strahlenflusses wird zweifach sowohl mit einem Messspektrometer als auch mit einem Referenzspektrometer durchgeführt. Das Referenzspektrometer ist ebenfalls an der Ulbricht-Kugel angeschlossen. Die Transmissionsmessung erfolgt über eine Messoptik, die mit dem Messspektrometer verbunden ist. Die Messoptik ist in einer Entfernung von 10 cm und in einem Winkel von 8° zur Lichtaustrittsöffnung der Ulbricht-Kugel befestigt.

Vor Beginn der eigentlichen Messungen werden zur Ermittlung des Systemrauschens eine Dunkelmessung und als Referenz eine Messung des freien Strahlengangs durchgeführt. Für die eigentliche Messung wird die zu untersuchende Stelle der Glas-Glas-Prüfkörper direkt vor der Lichtaustrittsöffnung positioniert. Gemessen wird die spektrale Transmission mit einem Wellenlängenintervall von 10 nm beginnend bei 280 nm. Ein gemitteltes Transmissionsspektrum setzt sich aus insgesamt 15 Einzelergebnissen zusammen.

[252] Das verwendete UV/Vis-Spektrometer ist ein Multi Channel Spektrometer und erlaubt dadurch die simultane spektralauflösende Transmissions- und Reflektionsmessung. Vergleiche ZEISS 2007.

[253] Die Ulbricht-Kugel ist ein kugelförmiger Hohlkörper mit weißer, diffus reflektierender Innenfläche. Innerhalb der Kugel wird aufgrund der Mehrfachreflektion der durch die Lichtquelle abgegebene Strahlenfluss vervielfacht und in einen indirekten, gleichmäßig verteilten Strahlenfluss umgewandelt. Von den Innenwänden fällt dann eine zum Strahlenfluss proportionale Beleuchtungsstärke auf die Lichtaustrittsöffnung der Ulbricht-Kugel. Vergleiche beispielsweise Naumann 2014.

Die Glas-Glas-Prüfkörper für die spektrometrische Untersuchung und die anschließende visuelle Beurteilung sind quadratisch und bestehen aus zwei 3 mm dicken Glasscheiben. Diese sind mit einer 1 mm dicken Klebschicht verbunden. Für die Proben wurde farbneutrales Kalk-Natronsilikatglas (Weißglas) verwendet, um einen Einfluss des Glases während der Umweltsimulation und auf die Ergebnisse der spektrometrischen Untersuchungen weitestgehend zu unterbinden. Die Oberflächen der Glasscheiben wurden mit einem Lösungsmittelgemisch gereinigt. Anschließend wurde der Klebstoff aufgebracht und die zweite Scheibe positioniert und fixiert. Der Abstand der Glasscheiben zueinander konnte über am Rand eingelegte Federstahldrähte der Nenndicke 1 mm eingestellt werden. Die Aushärtung erfolgte für jeden Klebstoff mit den vorab angegebenen Aushärtebedingungen. Die quadratischen Proben wurden anschließend durch Abtrennen des Randes mittels Wasserstrahlschneiden gewonnen. Die Proben für die Voruntersuchungen zur Klebstoffauswahl besitzen eine Kantenlänge von 50 mm. Alle weiteren Proben haben eine Kantenlänge von 100 mm.

Beispielhaft sind in Bild 4.20 die Ergebnisse von Transmissionsmessungen an Kalk-Natronsilikatgläsern mit unterschiedlichen Nenndicken dargestellt.[254]

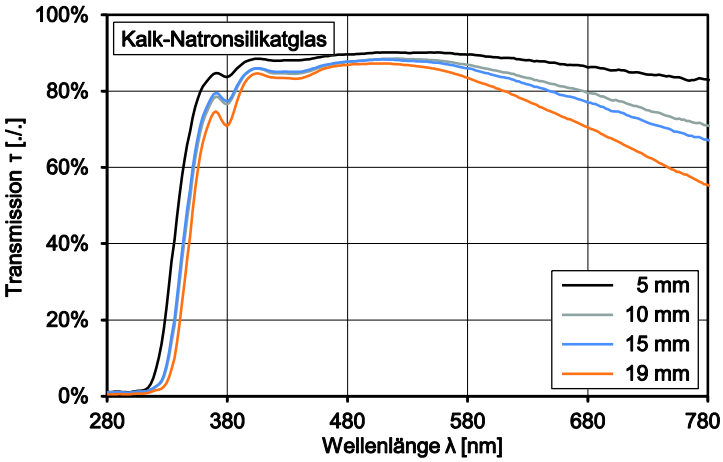


Bild 4.20
Diagramm der spektralen Transmissionen von Kalk-Natronsilikatgläsern mit Nenndicken von 5 mm, 10 mm, 15 mm und 19 mm. Vergleiche Weller 2011b.

Die Berechnung des Lichttransmissionsgrads für den Wellenlängenbereich von 380 nm bis 780 nm basiert auf dem in EN 410 beschriebenen Verfahren. Die in EN 410 vorgenom-

[254] Vergleiche Weller 2011b.

mene Normierung berücksichtigt sowohl die spektrale Verteilung der Normlichtart D65[255] als auch die spektrale Empfindlichkeit[256] des menschlichen Auges bei mittlerer bis hoher Beleuchtungsstärke. Die Summe aller tabellierten Werte ($D_\lambda \cdot V(\lambda) \cdot \Delta\lambda$) beträgt eins. Zur Veranschaulichung der Verteilung sei auf Bild 4.21 verwiesen. Die zugehörige Gleichung lautet:

Gleichung 4.12

$$\tau_{Vis} = \frac{\sum_{\lambda=380}^{780} (D_\lambda \cdot \tau(\lambda) \cdot V(\lambda) \cdot \Delta\lambda)}{\sum_{\lambda=380}^{780} (D_\lambda \cdot V(\lambda) \cdot \Delta\lambda)}$$

mit

D_λ	relative spektrale Verteilung der Normlichtart D65
$\tau(\lambda)$	spektraler Transmissionsgrad
$V(\lambda)$	spektraler Hellempfindlichkeitsgrad
$\Delta\lambda$	Wellenlängenintervall

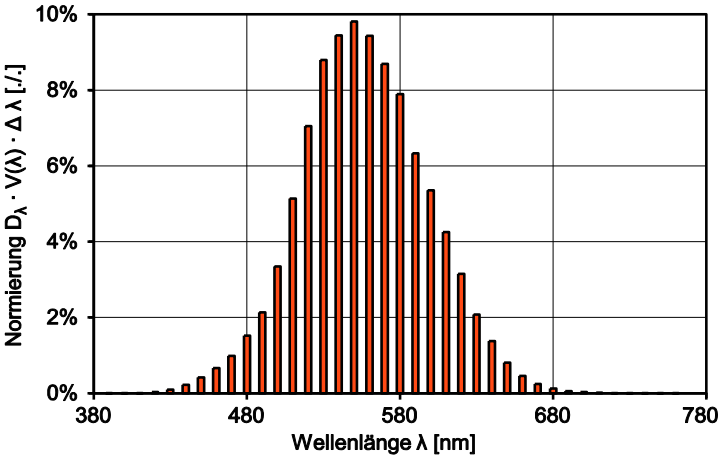


Bild 4.21
Verteilung der Normierung zur Berechnung des Lichttransmissionsgrads. Berücksichtigung der Normlichtart D65 und des Helligkeitsempfindens des Normbetrachters. Das Wellenlängenintervall beträgt 10 nm. Vergleiche die Normen CIE 015 und EN 410.

4.5 Visuelle Beurteilung

Mit der visuellen Beurteilung werden die Glas-Glas-Prüfkörper vor und nach der Umweltsimulation auf augenscheinliche Störungen hin untersucht. Zu den dokumentierten Störungen zählen punktuelle Fehler wie Blasen oder Lunker und flächige Fehler wie Delaminationen oder Trübungen.

[255] Vergleiche CIE 015, Tabelle 1 für die relative spektrale Verteilung der Normlichtart D65.

[256] Vergleiche CIE 015, Tabelle 4 für die spektrale Empfindlichkeit des Normbetrachters bei mittlerer bis heller Beleuchtung unter Berücksichtigung der Farbkoordinaten.

Darüber hinaus ist das farbliche Erscheinungsbild von Interesse. Vorwegnehmend sei angemerkt, dass die visuelle Beurteilung immer auch einen Interpretationsspielraum beinhaltet. Um dieser Unschärfe entgegenzuwirken, sind eindeutige Kriterien zur Beurteilung zu vereinbaren sowie definierte und reproduzierbare Beobachtungsbedingungen bereitzustellen.

Als Hintergrund für die Prüfkörper dient eine streuende Oberfläche ohne spektrale Selektivität. Für die diffuse Beleuchtung des Hintergrundes eignet sich ein künstlicher Himmel, wie er etwa in Norm EN 1096-1 beschrieben wird. Die Aufgabe des künstlichen Himmels besteht in der Bereitstellung einer diffus lichtemittierenden Oberfläche mit gleichförmiger Helligkeit.[257] Alternativ kommen Normlichtkabinen, die sonst für die Farbbeurteilung genutzt werden, in Frage.[258]

Die Bewertung von punktuellen Fehlern (Bild 4.22) gelingt über die Festlegung von zulässigen Fehlergrößen. Die Fehlergrößen werden aus der Norm EN ISO 12543-6 für Verbundglas und Verbund-Sicherheitsglas entnommen. Neben dem Überschreiten eines Durchmessers von d = 3 mm zählt auch eine Ansammlung von vier oder mehr Fehlern der Größe 0,5 mm < d < 1,0 mm als kritisch.[259]

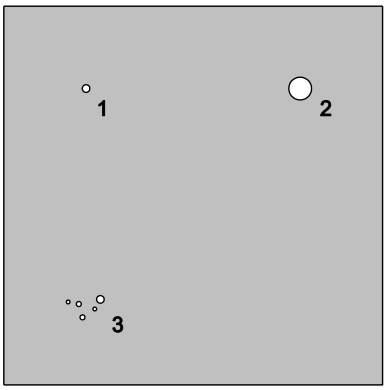


Bild 4.22
Punktuelle Fehler. Maßstäbliche Darstellung.

1 Fehler mit d =1 mm
2 Fehler mit d =3 mm
3 Fehleransammlung

Die Delamination beschreibt das flächige Ablösen der Klebschicht von der Glasoberfläche. Als Fehlerbilder waren das

[257] Vergleiche Beschreibung in Norm EN 1096-1. Der Farbwiedergabeindex soll in Anlehnung an die Norm CIE 013.3 größer als 70 sein.

[258] Als Lichtquelle können verschiedene Normlichtarten, etwa D50 oder D65, verwendet werden. Idealerweise ist das Umschalten zwischen verschiedenen Lichtarten möglich. Vergleiche CIE 015, EN ISO 3668.

[259] Vergleiche Norm EN ISO 12543-6.

Ablösen entlang einer oder mehrerer Glaskanten, das flächige Ablösen sowie der vollständige Haftungsverlust zu beobachten. Der Ausschluss des Kantenbereichs von der Beurteilung, wie ihn etwa die Norm EN ISO 12543-6 vorsieht, ist aufgrund der gewählten Abmessungen nicht sinnvoll. Für die Fehlerart Trübung wird lediglich das Vorhandensein dieser Störung dokumentiert. Für die Benennung der flächigen Fehlerbilder gelten die in Tafel 4.4 angegebenen Kriterien.

Schwieriger ist die Überprüfung auf Farbabweichung, da das menschliche Auge nur eine begrenzte Validität bei der Farberkennung besitzt. Allerdings ist das Auge sehr wohl in der Lage, geringfügige Abweichungen zu einem Vergleichsmuster zu erkennen. Für die Beurteilung werden eine Referenz (Bild 4.23) und der zu bewertende Prüfkörper nahtlos aneinandergelegt und auf Abweichungen hin verglichen.[260]

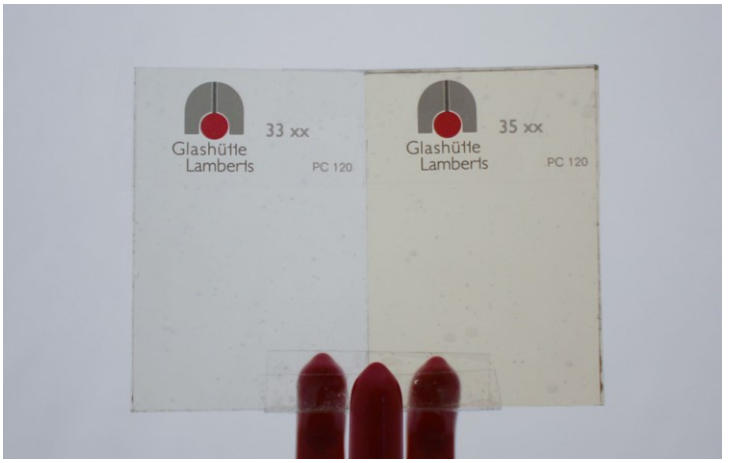


Bild 4.23
Farbgrenzen für geringfügige Farbabweichung (linke Seite) sowie für deutliche Farbabweichung (rechte Seite) .

Das bei der ersten Inaugenscheinnahme zu beobachtende Farbspektrum der Glas-Glas-Prüfkörper nach den Umweltsimulationen reichte von einem unveränderten Erscheinungsbild über eine gelbliche Einfärbung bis hin zu dunklen Gelb- und Brauntönen. Dieser Farbentwicklung folgend wurden farbige Gläser aus dem Mustersatz LambertsGlas[261] ausge-

[260] Für die vergleichende Farbbeurteilung wird vorausgesetzt, dass die Fähigkeit zu korrektem Farbsehen gegeben ist. Die Farbnormalsichtigkeit und des Farbunterscheidungsvermögen des Beobachters können untersucht werden. Vergleiche Norm EN ISO 3668.

[261] LambertsGlas ist eine eingetragene Produktbezeichnung der Firma Glashütte Lamberts. Der Mustersatz enthält eine umfängliche Samm-

wählt, die als Vergleichsmuster für die Farbbeurteilung dienen. Zur Abgrenzung zwischen geringfügiger und mäßiger Farbabweichung dient das Glas mit der Bezeichnung 33xx. Die Abgrenzung zwischen mäßiger und deutlicher Farbabweichung erfolgt mit dem Glas 35xx. Darüber hinaus werden nicht gealterte Prüfkörper als Referenz genutzt, da nicht alle Klebstoffe klar und vollständig farblos sind. Die Prüfkörper werden nach der Farbbeurteilung entsprechend der in Tafel 4.4 angegebenen Kriterien eingeordnet. Die nachfolgende Tafel enthält die Bezeichnung der Fehler sowie die zugehörigen Kriterien für eine Abgrenzung und bildet die Grundlage für die visuelle Bewertung der Glas-Glas-Prüfkörper.

Kürzel	Art des Fehlers	Fehlerkriterium
–	keine oder geringfügige punktuelle Fehler	Keine augenscheinliche Veränderung und keine punktuellen Fehler mit einer Fehlergröße d < 1,0 mm
p	mäßige punktuelle Fehler	Fehlergröße 1,0 mm < d < 3,0 mm
P	deutliche punktuelle Fehler	Fehlergröße d > 3,0 mm oder Anhäufung von Fehlern
–	keine Delamination	Keine augenscheinliche Veränderung
d	örtlich begrenzte Delamination im Randbereich	Delamination von bis zu 3 mm Breite entlang einer oder mehrerer Glaskanten
D	großflächige Delamination	Großflächige Delamination, die nicht auf den Randbereich beschränkt bleibt
D	vollständige Delamination	Ablösen einer oder beider Glasscheiben
–	Keine Trübung	Keine augenscheinliche Veränderung
T	Trübung	Veränderung der Transluzenz und der Homogenität durch Trübung
–	Keine oder geringfügige Farbabweichung	Farbbild zwischen dem nicht gealterten Referenzprüfkörper und dem Vergleichsmuster Nummer 33xx
v	mäßige Farbabweichung	Farbbild zwischen Vergleichsmuster Nummer 33xx und Vergleichsmuster Nummer 35xx
V	deutliche Farbabweichung	Farbbild dunkler als Vergleichsmuster Nummer 35xx

Tafel 4.4
Deklaration der Fehlerarten.

lung an Gläsern mit unterschiedlichen Farben und Strukturen. Die Wirkung der Referenzgläser wurde vor einem diffusen Hintergrund und vor einer gedrehten Edelstahloberfläche beurteilt.

4.6 Kontaktwinkelmessung

Die Kontaktwinkelmessung zählt zu den Oberflächenanalysemethoden. Sie wird genutzt, um Aussagen über das Benetzungsvermögen einer Substratoberfläche mithilfe der Kenngröße der freien Oberflächenenergie[262] zu treffen. Eine gute Benetzbarkeit ist eine der grundlegenden Voraussetzungen für den Aufbau der Haftung zwischen Fügeteil und Klebstoff. Der Kontaktwinkel θ (Bild 4.24) – auch Benetzungswinkel oder Randwinkel – wird durch das Absetzen eines Tropfens einer definierten Prüfflüssigkeit auf die zu untersuchende Substratoberfläche bestimmt. Der Kontaktwinkel ist der Winkel an der Phasengrenze der gasförmigen, flüssigen und festen Phasen, der sich zwischen der Substratoberfläche und der Tangente am Tropfen der Prüfflüssigkeit aufspannt.[263,264]

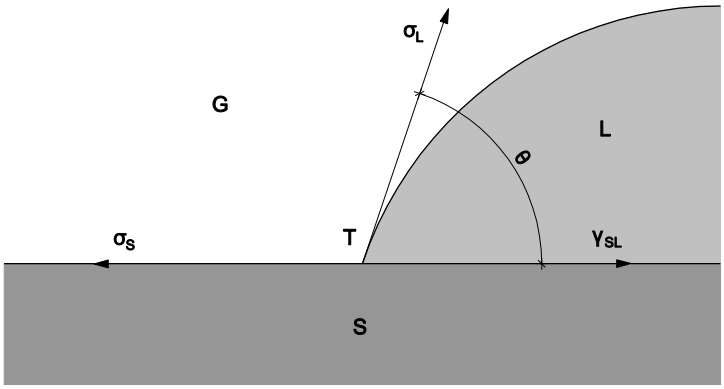


Bild 4.24
Oberflächen- und Grenzflächenspannungen bei Benetzungsvorgängen. Vergleiche Habenicht 2009.

S Festkörper
L Flüssigkeit
G Gasatmosphäre
T Dreiphasenpunkt
σ_S freie Oberflächenenergie des Festkörpers
σ_L Oberflächenspannung der Flüssigkeit
γ_{SL} Grenzflächenspannung zwischen fester und flüssiger Phase
θ Kontaktwinkel

Ein Kontaktwinkelmesssystem (Bild 4.25) soll gemäß Norm EN 828 eine digitale Bilderfassung und eine digitale Bildanalyse ermöglichen. Dabei müssen über die Beleuchtungseinheit und über die Bilderfassung der Kontrast und die Hellig-

[262] Die freie Oberflächenenergie eines Festkörpers beziehungsweise die Oberflächenspannung einer Flüssigkeit wird in der Einheit Millinewton je Meter [mN/m] angegeben. Vergleiche Norm EN 828.

[263] Vergleiche Habenicht 2009, Seite 335 ff., C. Kothe 2013, Seite 78 ff. KRÜSS 2002 und Norm EN 828.

[264] Der Buchstabe S kennzeichnet die feste Phase (englisch: solid = „Festkörper“), der Buchstabe L kennzeichnet die flüssige Phase (englisch: liquidity = „Flüssigkeit“), der Buchstabe G kennzeichnet die gasförmige Phase (englisch: gas = „Gas“) und der Buchstabe T kennzeichnet den Dreiphasenpunkt (englisch: triple point = „Tripelpunkt“).

keit so eingestellt werden, dass sich die Konturen des Tropfens, der Substratoberfläche und der Umgebung deutlich herausbilden. Das zugehörige Dosiersystem – beispielsweise eine Mikropipette – muss sich für das definierte Zumessen und Absetzen der Prüfflüssigkeit im vorgeschriebenen Mikroliterbereich eignen. Das zu untersuchende Substrat soll horizontal ausgerichtet und erschütterungsfrei gelagert sein.[265]

Für die Bestimmung der freien Oberflächenenergie eines Substrates wird die Verwendung von zwei oder mehr Prüfflüssigkeiten empfohlen. Mit Hinblick auf die Auswertung sollten sich die Prüfflüssigkeiten möglichst deutlich hinsichtlich des Quotienten aus polarem und dispersem Anteil der Oberflächenspannung unterscheiden. In Tafel 4.5 sind die Oberflächenspannungen und deren Anteile für die vier verwendeten Prüfflüssigkeiten festgehalten.[266]

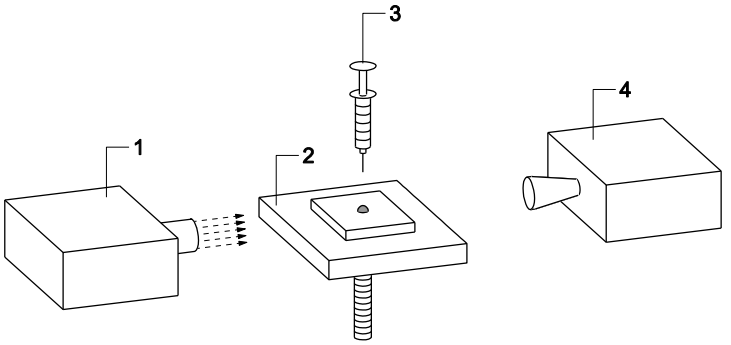


Bild 4.25
Schematische Darstellung der Prüfvorrichtung für die Kontaktwinkelmessung. Vergleiche Norm EN 828, Seite 7.

1 Beleuchtung
2 Probenträger
3 Dosierung
4 Optisches System

Flüssigkeit	Oberflächenspannung	Disperser Anteil	Polarer Anteil
Wasser[267]	72,8 mN/m	21,8 mN/m	51,0 mN/m
Ethylenglycol	47,7 mN/m	30,9 mN/m	16,8 mN/m
Benzylalkohol	38,9 mN/m	29,0 mN/m	9,9 mN/m
Diiodmethan	50,8 mN/m	50,8 mN/m	0,0 mN/m

Tafel 4.5
Kennwerte ausgewählter Prüfflüssigkeiten. Vergleiche Norm EN 828, Tafel 1.

Die zu untersuchenden Substratoberflächen sollen eben und frei von Verunreinigungen sein. Soweit der Untersuchungsgegenstand dies zulässt sollen die Proben für 16 Stunden

265 Vergleiche Norm EN 828.

266 Vergleiche Norm EN 828.

267 Das als Prüfflüssigkeit verwendete analytische Wasser sollte nicht durch Ionenaustausch hergestellt werden.

unter Normalklima 23/50 konditioniert werden. Für die Kontaktwinkelmessung an modifizierten Substratoberflächen sind feste, praxisrelevante Zeitintervalle zwischen Oberflächenvorbehandlung und Messung festzulegen. Die Kontaktwinkelmessung soll bei Normalklima 23/50 stattfinden.[268]

Nachfolgende Bildserie (Bild 4.26) zeigt das Absetzen einer Prüfflüssigkeit auf der Substratoberfläche. Zu Beginn wird die Kanüle etwa 3 mm bis 6 mm über der Substratoberfläche positioniert. Anschließen wird der Tropfen entsprechend den normativen Vorgaben[269] dosiert. Durch Absenken der Kanüle wird der Tropfen übertragen. Nach Anheben der Kanüle verbleibt der Tropfen auf der Oberfläche.[270]

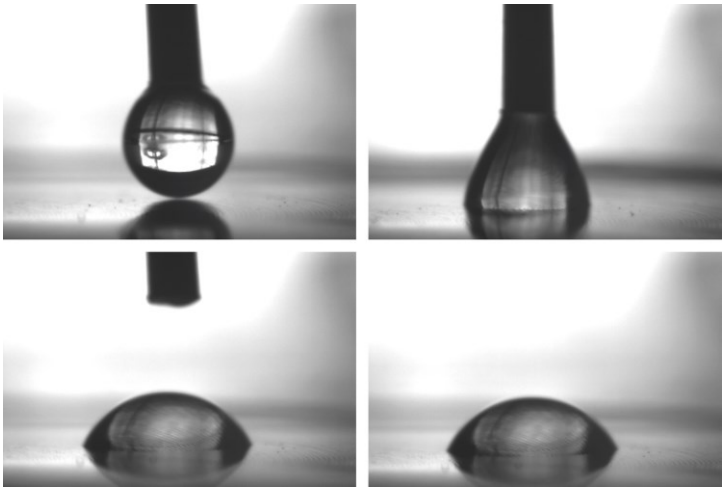


Bild 4.26
Absetzen der Prüfflüssigkeit auf der Substratoberfläche. Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 81.

Die Messung des Kontaktwinkels basiert auf der Analyse der Tropfenkontur[271] und muss unmittelbar nach dem Absetzen des Tropfens beginnen. Gemessen werden sowohl der linksseitige als auch der rechtsseitige Kontaktwinkel. Die Kontaktwinkelmessung wird an jeweils drei Prüfkörpern durchge-

[268] Vergleiche Norm EN 828.

[269] Das für das statische Verfahren in der Norm EN 828 vorgeschlagene Tropfenvolumen liegt für alle Prüfflüssigkeiten zwischen 2 und 6 Mikroliter. Die einzige Ausnahme stellt Diiodmethan mit einem Tropfenvolumen zwischen 2 und 3 Mikrolitern dar.

[270] Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 81.

[271] Die Konturanalyse erfolgt programmunterstützt. Dabei sind in Abhängigkeit von der Tropfenform und der Höhe des Kontaktwinkels verschiedene numerische Verfahren anzuwenden. Normativ wird auf die Kreisgleichung für Kontaktwinkel kleiner 20° sowie auf die Kegelschnittgleichung für Kontaktwinkel zwischen 20° und 110° verwiesen. Vergleiche KRÜSS 2002, KRÜSS 2008 und Norm EN 828.

führt. Für jeden Prüfkörper sind drei Kontaktwinkel zu messen. Ausgewertet wird das arithmetische Mittel der Kontaktwinkel für mehrere Prüfflüssigkeiten.

Eine der grundlegenden Annahmen für die nachfolgenden Berechnungen liegt in der Aufteilung der Oberflächenenergie in polare[272] und disperse[273] Anteile. Die Gleichung 4.13 und die Gleichung 4.14 zeigen die Aufteilung für Flüssigkeiten und für Festkörper.

$$\sigma_L = \sigma_L^D + \sigma_L^P$$ **Gleichung 4.13**

mit

σ_L Oberflächenspannung einer Flüssigkeit
σ_L^D disperser Anteil der Oberflächenspannung einer Flüssigkeit
σ_L^P polarer Anteil der Oberflächenspannung einer Flüssigkeit

$$\sigma_S = \sigma_S^D + \sigma_S^P$$ **Gleichung 4.14**

mit

σ_S freie Oberflächenenergie eines Festkörpers
σ_S^D disperser Anteil der freien Oberflächenenergie eines Festkörpers
σ_S^P polarer Anteil der freien Oberflächenenergie eines Festkörpers

Die Beziehung zwischen der freien Oberflächenenergie eines Festkörpers, der Oberflächenspannung einer Flüssig-

[272] Die polaren Anteile sind auf polare Wechselwirkungen an der Phasengrenze zurückzuführen. Zu diesen Wechselwirkungen zählen ionische Wechselwirkungen, Dipol-Dipol-Wechselwirkungen, Wasserstoffbrückenbindungen und Lewis-Säure-Base-Wechselwirkungen. Bei Molekülen beruhen diese Wechselwirkungen darauf, dass sie ein elektrisches Dipolmoment aufweisen. Das elektrische Dipolmoment ist dabei ein Maß für die Symmetrie der Ladungsverteilung, die sich zwischen dem Ladungsschwerpunkt der positiven Kernladung und dem Ladungsschwerpunkt der Elektronenverteilung ausbildet. Vergleiche Atkins 2006 und Norm DIN 55660-1.

[273] Die dispersen Anteile sind auf unpolare Wechselwirkungen an der Phasengrenze zurückzuführen. Diese sind als London'sche Wechselwirkungen bekannt. In Molekülen kommt sie durch Fluktuation der Elektronendichteverteilung zu Stande. Damit geht die Ausbildung fluktuierender Dipolmomente einher. Vergleiche Atkins 2006 und Norm DIN 55660-1.

keit, der Grenzflächenspannung zwischen fester und flüssiger Phase sowie dem Kontaktwinkel stellt Gleichung 4.15 her.

Gleichung 4.15

$$\sigma_S = \gamma_{SL} + \sigma_L \cdot \cos(\theta)$$

mit

γ_{SL}	Grenzflächenspannung zwischen fester und flüssiger Phase
θ	Kontaktwinkel

Das Verfahren nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK) definiert die Grenzflächenspannung zwischen fester und flüssiger Phase gemäß Gleichung 4.16. Hierfür wird zuerst die Summe der freien Oberflächenenergie eines Festkörpers und der Oberflächenspannung einer Flüssigkeit gebildet. Von dieser Summe werden die Wechselwirkungen an der Phasengrenze abgezogen. Die Wechselwirkungen werden bei OWRK als doppelte Summe aus dem geometrischem Mittelwert der dispersen Anteile und dem geometrischem Mittelwert der polaren Anteile berechnet.

Gleichung 4.16

$$\gamma_{SL} = \sigma_S + \sigma_L - 2 \cdot \left((\sigma_S^D \cdot \sigma_L^D)^{\frac{1}{2}} + (\sigma_S^P \cdot \sigma_L^P)^{\frac{1}{2}} \right)$$

Durch Zusammenführen der Gleichung 4.15 und Gleichung 4.16 und Anpassung an die allgemeine Geradengleichung folgt:

Gleichung 4.17

$$\frac{(1 + \cos(\theta)) \cdot \sigma_L}{2 \cdot (\sigma_L^D)^{\frac{1}{2}}} = (\sigma_S^P)^{\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{\sigma_L^P}{\sigma_L^D} \right)^{\frac{1}{2}} + (\sigma_S^D)^{\frac{1}{2}}$$

Mithilfe obiger Gleichung, durch Bestimmung des Kontaktwinkels mit verschiedenen Prüfflüssigkeiten sowie durch Gebrauch der tabellierten Kennwerte lassen sich der disperse und der polare Anteil der freien Oberflächenenergie des Substrates bestimmen.[274]

[274] Vergleiche Norm EN 828.

4.7 Methoden der Umweltsimulation

4.7.1 Einleitung

Das Langzeitverhalten einer Klebverbindung hängt unter anderem von der Beständigkeit der Klebstoffe und der Fügeteile gegenüber verschiedenen Umwelteinflüssen ab. Zu den chemisch-physikalischen Einwirkungen zählen etwa die Temperatur, die solare Strahlung, die Feuchte und verschiedene Schadmedien. Die Umwelteinflüsse können als einzelne Einwirkung oder als Einwirkungskombination zur Alterung[275] der Werkstoffe führen.

Für neuartige Werkstoffe und Konstruktionsformen kann in der Regel nicht auf Erfahrungswerte unter natürlichen Bedingungen zurückgegriffen werden. Um trotzdem vergleichende Aussagen zur Eignung der einzelnen Klebverbindungen treffen zu können, werden geeignete Prüfkörper unterschiedlichen Methoden der Umweltsimulationen ausgesetzt. Diese dienen zur Beurteilung der Auswirkungen der jeweiligen Methode auf bestimmte Eigenschaften. Ein direkter Rückschluss von den Laborergebnissen auf das Langzeitverhalten unter natürlichen Bedingungen kann allerdings nicht abgeleitet werden, da die reale Beanspruchung wesentlich vom Einsatzort und von der Exposition der Konstruktion gegenüber den Umwelteinflüssen abhängt. Des Weiteren wird zur Verkürzung der Beanspruchungsdauer eine Intensitätssteigerung der Parameter angesetzt, die zu teilweise unnatürlichen Schadensbildern führt.[276]

Die Beschreibung der Umweltsimulationsmethoden entspricht der in Tafel 3.14 gewählten Abfolge. Die verschiedenen Umweltsimulationsmethoden werden auf die in Kapitel 4.3 beschriebenen Glas-Metall-Prüfkörper und die in Kapitel 4.4 beschriebenen Glas-Glas-Prüfkörper angewendet. Die Umweltsimulationen orientieren sich an normativen Vorgaben. Detaillierte Angaben sind in den nachfolgenden Abschnitten zu finden.

Das grundsätzliche Vorgehen nach Ablauf einer Umweltsimulation ist für alle Klebstoffe identisch. Die Glas-Glas-Prüfkörper werden nach Beendigung der Umweltsimulation für

[275] Die Norm DIN 50035 enthält Erläuterungen zum Begriffskomplex der Alterung von polymeren Werkstoffen.

[276] Vergleiche weiterführend Brockmann 2005, Seite 136 ff. und Seite 161 ff., M. Kothe 2013, Seite 54 ff., Ehrenstein 2007.

24 Stunden unter dem Normalklimat 23/50 konditioniert. Anschließend werden der spektrale Transmissionsgrad gemessen und die visuelle Beurteilung vorgenommen. Die Glas-Metall-Prüfkörper werden für 24 Stunden unter den für die Zylinderzugprüfung geltenden Prüfbedingungen konditioniert. Nach Ablauf der Konditionierung wird die Restfestigkeit bestimmt und die Bruchbilder werden dokumentiert und auf Auffälligkeiten hin untersucht.

4.7.2 Kondenswasser-Konstantklima (FEU)

Die Prüfung unter Kondenswasser-Konstantklima (CH-Prüfung[277]) simuliert eine Umgebung mit höchster relativer Feuchte und mittlerer Temperatur. Die gegenüber dem Normalklima 23/50 erhöhte Temperatur beschleunigt die Feuchteaufnahme. Die Prüfung findet in einer dampfdicht verschlossen Prüfkammer[278] statt. Die Prüfkammer besitzt eine Bodenwanne, in der Wasser kontrolliert erwärmt wird. Die Prüfkammer muss die Voraussetzungen gemäß der Norm EN ISO 6270-2 erfüllen. Für die Erzeugung des Prüfklimas wird demineralisiertes Wasser verwendet. Das Wasser muss die Qualität 3 nach ISO 3696 aufweisen. Die geforderte Lufttemperatur von (+40 ± 3) °C ist auf Probenebene zu messen und wird über die Wassertemperatur gesteuert. Die sich in der Prüfkammer einstellende relative Luftfeuchtigkeit liegt nahe 100 %. Hierbei kommt es zum Betauen der Prüfkörperoberfläche. Bei der Anordnung der Prüfkörper ist auf einen Mindestabstand zueinander zu achten, so dass das Umströmen mit dem Prüfklima ungestört ist. Der Kontakt mehrerer Prüfkörper untereinander ist nicht zulässig. Die Prüfkörper sollen schräg – idealer Weise in einem Winkel von (60 ± 5)° zur Horizontalen – gelagert werden, um das Ablaufen des Kondensats sicherzustellen. Ein Abtropfen von Kondensat auf andere Prüfkörper ist zu unterbinden. Die Prüfung unter Kondenswasser-Konstantklima dauert 500 Stunden.[279]

[277] Die Norm EN ISO 6270-2 benennt drei Verfahren. Angewendet wird das CH-Verfahren (Condensation atmosphere with constant high Humidity).

[278] Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche VLM 2013a.

[279] Vergleiche Normen EN ISO 6270-2 und ISO 3696.

4.7.3 Gemäßigte Reinigungsmittelbeanspruchung (GEM)

Glasflächen werden üblicherweise in regelmäßigem zeitlichem Abstand gereinigt. Für die Reinigung kommen mit handelsüblichem Reinigungsmittel versetztes Wasser oder fertig gemischte Glasreiniger zum Einsatz. Während der Reinigung der Glasflächen können auch die Klebstoffe mit den verwendeten Reinigungsmitteln in Berührung kommen.

Die Prüfung erfolgt durch die Einlagerung der Prüfkörper in eine Prüfflüssigkeit. Dabei wird untersucht inwieweit die einzelnen Klebverbindungen eine ausreichende Beständigkeit gegenüber gemäßigter Reinigungsmittelbeanspruchung unter mittlerer Temperatur aufweisen. Für die gemäßigte Reinigungsmittellagerung setzt sich die Prüfflüssigkeit aus demineralisiertem Wasser der Qualität 3 nach ISO 3696 und einem Volumenanteil von 0,1 % eines synthetischen Reinigungsmittels[280] zusammen. Die Prüfkörper werden getrennt nach Klebstoffen in mit der Prüfflüssigkeit gefüllte Behälter gestellt. Die Prüfkörper werden so positioniert, dass die Klebschicht von der Prüfflüssigkeit bedeckt wird. Die verschlossenen Behälter werden in einem Universalwärmeschrank[281] eingebracht und bei einer Temperatur von (+45 ± 2) °C gelagert. Durch die leicht erhöhte Temperatur wird eine schnelle Aufnahme der Prüfflüssigkeit erzielt. Die Dauer der Prüfung mit gemäßigter Reinigungsmittelbeanspruchung beträgt 500 Stunden. Während dieser Phase wird die Prüfflüssigkeit in regelmäßigen Abständen überprüft und soweit erforderlich ergänzt beziehungsweise ersetzt. Nach Ablauf der Prüfung werden die Prüfkörper mit demineralisiertem Wasser gespült, um Reste des Reinigungsmittels zu entfernen.[282]

[280] Das als Prüfflüssigkeit verwendete Reinigungsmittel wurde aufgrund einer Recherche von Inhaltsstoffen handelsüblicher Haushaltsreinigungsmittel ausgewählt. Das Reinigungsmittel Pril Original der Firma Henkel enthält das anionische Tensid Sodium Laureth Sulfate und das amphotere Tensid Cocamidopropyl Betaine. Diese beiden Inhaltsstoffe sind in einer Vielzahl der recherchierten Reinigungsmittel enthalten. Vergleiche Kennzeichnung der Inhaltsstoffe gemäß Verordnung (EG) Nr. 648/2004 über Detergenzien für Pril Original mit Stand vom Juni 2013.

[281] Der programmgesteuerte Universalwärmeschrank verfügt über einen Temperaturbereich von +35 °C bis +250 °C. Weitere Leistungsmerkmale sind die forcierte Luftbewegung zur verbesserten Temperaturverteilung im Prüfraum und die regelbare Zuführung von vorgewärmter Frischluft. Vergleiche MEMMERT 2007.

[282] Die Durchführung der Prüfung unter gemäßigter Reinigungsmittelbeanspruchung orientiert sich an der Norm EN ISO 175. Die zugrunde gelegte Temperatur wurde der Norm EN 15434 entnommen.

4.7.4 Klimawechselbeanspruchung (KLI)

Temperatur und Feuchte zählen zu den Umwelteinwirkungen, denen Bauteile der Gebäudehülle regelmäßig ausgesetzt sind. Die Umweltsimulation zur Klimawechselbeanspruchung ist eine zyklische Kombination aus Temperatur- und Feuchtigkeitswechseln. Als Prüfvorrichtung dient eine programmierbare Klimaprüfkammer, die die Anforderungen der Norm EN ISO 9142 erfüllt. Der Prüfraum ist dampfdicht abgeschlossen und wärmegedämmt.

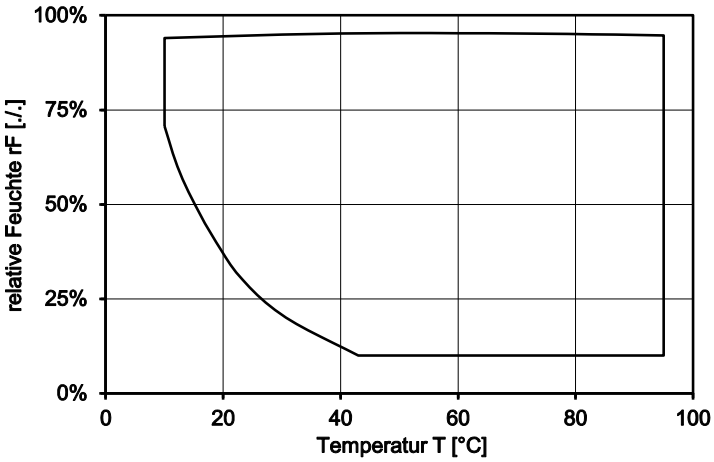


Bild 4.27
Garantierter Leistungsbereich der relativen Feuchte für die verwendete Klimaprüfkammer. Vergleich FEUTRON 2006.

Der Temperatur ist zwischen -70 °C bis +180 °C und die relative Feuchte zwischen 10 % und 95 % regelbar. Dabei hängt der garantierte Leistungsbereich (Bild 4.27) der relativen Feuchte von der Prüfraumtemperatur ab. Grundlegend ist eine Regelung zwischen +10 °C und +95 °C möglich. Bei Temperaturen von unter +40 °C ist der Regelbereich der relativen Feuchte beschränkt.[283]

Normativ sind verschiedene Zyklen beschrieben, wobei für diese Arbeit der Zyklus D3[284] gemäß EN ISO 9142 geringfügig modifiziert wird. Der gewählte Zyklus (Bild 4.28) besteht aus den nachfolgenden Abschnitten:

[283] Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche FEUTRON 2006.

[284] Der Zyklus D3 gemäß EN ISO 9142 wird hinsichtlich der Höchsttemperatur von (+70 ± 2) °C auf (+80 ± 2) °C verändert. Die Höchsttemperatur entspricht damit der oberen Grenze des Einsatztemperaturbereichs.

- Haltephase von 15 Stunden mit konstanter Temperatur von (+40 ± 2) °C und konstanter relativer Feuchte von (95 ± 5) %,
- Änderung der Temperatur auf (-20 ± 3) °C innerhalb einer Stunde bei weitgehend undefinierter Absenkung der relativen Feuchte,
- Haltephase von 2 Stunden mit konstanter Temperatur von (-20 ± 3) °C und weitgehend undefinierter relativer Feuchte,
- Änderung der Temperatur auf (+80 ± 2) °C und der relativen Feuchte auf (50 ± 5) % innerhalb einer Stunde,
- Haltephase von 4 Stunden mit konstanter Temperatur von (+80 ± 2) °C und konstanter relativer Feuchte von (50 ± 5) %,
- Änderung der Temperatur auf (+40 ± 2) °C und der relativen Feuchte auf (95 ± 5) % innerhalb einer Stunde.

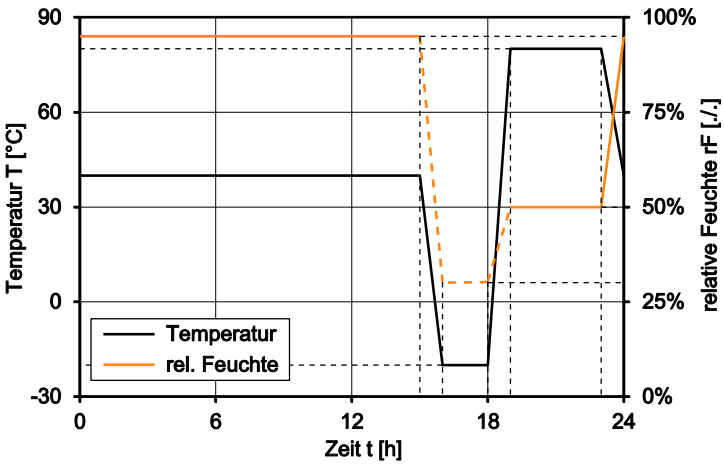


Bild 4.28
Zyklus der Klimawechselbeanspruchung in Anlehnung an den Zyklus D3 nach Norm EN ISO 9142. Die Regelung der relativen Feuchte bei tiefen Temperaturen (gestrichelter Teil der orangen Linie) ist nur eingeschränkt möglich.

Bei der Anordnung der Prüfkörper ist darauf zu achten, dass ein Mindestabstand zueinander besteht, so dass auftretendes Kondensat von den Prüfkörpern ablaufen kann ohne andere Prüfkörper zu treffen. Eine Prüfung umfasst 21 Zyklen und dauert 504 Stunden.[285]

[285] Vergleiche EN ISO 9142.

4.7.5 Korrosionsprüfung (KOR)

Für die Korrosionsprüfung in künstlicher Salzatmosphäre werden Verfahren mit unterschiedlichen Natriumchlorid-Lösungen normativ beschrieben. Diese Prüfverfahren dienen ursprünglich der Qualitätsprüfung eines metallischen Werkstoffs und dabei insbesondere der Analyse von dessen Korrosionsneigung. Für die Prüfung von Kleb- und Dichtstoffen wird auf das NSS-Verfahren[286] verwiesen. Die Simulation soll die Beständigkeit der Klebschicht gegenüber der Einwirkung Salzsprühnebel aufzeigen. Rückschlüsse zur Beständigkeit in anderen Medien sind nicht möglich. Die Prüfflüssigkeit für das NSS-Verfahren besteht aus einer Natriumchlorid-Lösung mit einem pH-Wert von 6,5 bis 7,2. Diese Lösung ist durch Zugabe von Natriumchlorid in analytischer Reinheit in demineralisiertes Wasser der Qualität 3 nach ISO 3696 herzustellen. Die Konzentration soll (50 ± 5) g/L betragen. Die Prüfkammer muss die Anforderungen der Norm EN ISO 9227 erfüllen. Die Prüfkörper werden über eine Sprühvorrichtung einem kontinuierlichen, gleichmäßig verteilten Salzsprühnebel ausgesetzt. Hierbei liegt die einzuhaltende Temperatur der künstlichen Atmosphäre bei (+35 ± 2) °C. Aufgrund des Sprühnebels kommt es zum Betauen der Prüfkörper. Die Prüfkörper sind so aufzustellen, dass die Natriumchlorid-Lösung von den Prüfkörpern abgeleitet werden kann. Die Dauer der Beanspruchung beträgt 21 Tage beziehungsweise 504 Stunden. Die einzelnen Prüfkörper sind vor der weiteren Konditionierung mit demineralisiertem Wasser von Salzrückständen zu befreien.[287,288]

4.7.6 Reinigungsmittelbeanspruchung (REI)

Die Simulation der Reinigungsmittelbeanspruchung zur Untersuchung der Beständigkeit der geklebten Verbindung ist mit dem in Kapitel 4.7.3 vorgestellten Prüfverfahren vergleichbar. Der wesentliche Unterschied liegt in der veränderten Wahl der Prüfflüssigkeit, die aus einem unverdünnten synthetischen Fassadenreinigungsmittel[289] besteht. Das gewählte Fassadenreinigungsmittel wird für die gewerbliche

[286] Die Korrosionsprüfung im NSS-Verfahren (Neutral Salt Spray) wird auch als neutrale Salzsprühnebelprüfung bezeichnet.

[287] Vergleiche Normen EN 15434 und EN ISO 9227.

[288] Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche KÖHLER 2007.

[289] Das als Prüfflüssigkeit verwendete Reinigungsmittel wurde aufgrund einer Recherche von Inhaltsstoffen in gewerblich verwendeten Fassaden-

Reinigung von Glas verwendet. Darüber hinaus sind die verwendeten Prüfeinrichtungen, die Prüfbedingungen und der Prüfablauf identisch.

4.7.7 Kondenswasser-Wechselklimaprüfung mit Schwefeldioxid enthaltender Atmosphäre (SO2)

Ein weiteres Korrosionsprüfverfahren ist die Kondenswasser-Wechselprüfung mit Schwefeldioxid (SO_2) enthaltender künstlicher Atmosphäre. Diese Umweltsimulation dient der vergleichenden Untersuchung der Korrosionsbeständigkeit. Die Beanspruchung der Prüfkörper mit diesem Schadmedium entspricht am ehesten den Umgebungsbedingungen in stark verkehrs- und industriebelasteten Gebieten. Eine programmgesteuerte Prüfkammer[290] gemäß Norm EN ISO 3231 muss einen hermetisch abschließenden Prüfraum mit einem Volumen von (300 ± 10) Liter, eine beheizbare Bodenwanne zur Aufnahme des Wassers sowie ein System zur dosierten Gaseinleitung[291] besitzen. In der Norm EN ISO 3231 werden zwei Konzentrationen an SO_2 für künstliche Atmosphären vorgeschlagen. Für Dicht- und Klebstoffe konkretisiert die Norm EN 15434 die SO_2-Menge auf 0,2 Liter innerhalb des Prüfraums. Für die Erzeugung des Prüfklimas wird demineralisiertes Wasser verwendet. Das Wasser muss die Qualität 3 nach ISO 3696 aufweisen. Das Temperieren des Prüfraumes erfolgt über die gesteuerte Erwärmung des Wassers. Die SO_2-haltige Atmosphäre soll eine Temperatur von (+40 ± 3) °C erreichen. Die sich in der Prüfkammer einstellende relative Luftfeuchtigkeit liegt bei etwa 100 %. Die Wechselklimaprüfung besteht aus 20 sich wiederholenden Zyklen, die sich aus folgenden Abschnitten zusammensetzen:

- Befüllen der Bodenwanne mit (2 ± 0,2) Liter Wasser der Qualität 3 gemäß Norm ISO 3696 und hermetisches Verschließen des Prüfraumes,
- Einleiten von 0,2 Liter SO_2,

reinigungsmitteln ausgewählt. Der CITOS Glasreiniger der Firma CITOS Chemie enthält den Alkohol Isopropanol und das anionische Tensid Sodium Laureth Sulfate. Beide Inhaltsstoffe sind typische Vertreter der Inhaltsstoffe der recherchierten gewerblich verwendeten Fassadenreinigungsmittel. Vergleiche Inhaltsstoffangabe gemäß Detergenzienverordnung für CITOS Glasreiniger vom 09.10.2007.

290 Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche VLM 2013a.

291 Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche VLM 2013b.

- Start der Heizphase und Temperaturänderung auf (+40 ± 3) °C innerhalb von höchstens 1,5 Stunden,
- Haltephase von 8 Stunden (beginnend mit dem Start der Heizphase) bei konstanter Temperatur,
- Abschalten der Heizvorrichtung und Austausch der künstlichen Atmosphäre mit Umgebungsluft durch forcierte Belüftung des Prüfraums für 16 Stunden,
- Entleerung der Bodenwanne.

Die Prüfkörper sind im Prüfraum so anzuordnen, dass das Ablaufen von Kondensat möglich ist und dass die Prüfkörper selbst nicht mit zusätzlichem Kondensat in Berührung kommen. Die Beanspruchungsdauer liegt bei 480 Stunden. Nach Ablauf aller Zyklen sind die Prüfkörper mit demineralisiertem Wasser zu reinigen.[292]

4.7.8 SUNTEST (SUN)

Die Beanspruchung mit Wärme, mit künstlichem Licht und mit Feuchte simuliert die Auswirkung von solarer Einstrahlung in Kombination mit natürlicher Bewitterung. Die Umweltsimulation wird mit dem in der Norm EN ISO 4892-2 beschriebenen Verfahren A im Zyklus 1[293] durchgeführt. Die Prüfvorrichtung[294] muss den Anforderungen der Norm EN ISO 4892-2 genügen. Als Leuchtmittel kommen Xenonbogenlampen zum Einsatz. Durch UV-Spezialglas wird das Licht der Xenonbogenlampe so gefiltert, dass eine Anpassung an die spektrale Verteilung der Globalstrahlung gemäß der Tabelle 4 der Norm CIE 085[295] erfolgt. Auf der Oberfläche der Prüfkörper ist eine Bestrahlungsstärke von (550 ± 75) W/m^2 im Wellenlängenbereich von 290 nm bis 800 nm einzustellen. Der erste Teil des Zyklus besteht aus einer Trockenphase und dauert 102 Minuten. Dabei werden die Prüfkörper der Beanspruchung aus Wärme und künstlichem Licht ausgesetzt. Als Schwarzstandardtemperatur

[292] Vergleiche Normen EN 15434, EN ISO 3231 und ISO 3696.

[293] Das Verfahren A, Zyklus 1 teilt die Beanspruchungsperiode in eine 102 Minuten dauernde Trockenphase und eine anschließende Benässung über 18 Minuten. Zur Temperaturkontrolle dient ein Schwarzstandardthermometer. Vergleiche EN ISO 4892-2.

[294] Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche ATLAS 1999.

[295] Die Basis für die Auslegung der Prüfvorrichtung und die Wahl der Leuchtmittel bilden heute solare Bestrahlungsstärken auf horizontale Flächen unter typischen atmosphärischen Bedingungen. Hierzu vergleiche etwa CIE 085. Neigungs- und richtungsabhängige Werte der Bestrahlungsstärke, die noch dazu auf realitätsnahen Witterungsbedingungen basieren, werden nicht berücksichtigt. Vergleiche Weller 2014b.

wurden (+65 ± 3) °C festgelegt. Diese wird durch forcierte Lüftung reguliert. Im Anschluss an die Trockenphase werden die Prüfkörper, die sich in einer Flutungswanne befinden, mit demineralisiertem Wasser der Qualität 3 nach ISO 3696 mit einer Wassertemperatur von (+45 ± 1) °C für 18 Minuten benässt. Die Prüfkörper sind so anzuordnen, dass die Klebschicht vom Wasser bedeckt wird und die Glasoberfläche mit dem Wasserspiegel abschließt. Die Beanspruchungsdauer umfasst 500 Stunden beziehungsweise 250 Zyklen.[296]

4.7.9 Beanspruchung mit hoher Temperatur (TEM)

Durch die Erwärmung kommt es in der Regel zum Erweichen der Klebstoffe und zur Zunahme des Verformungsvermögens. Des Weiteren kann eine über einen längeren Zeitraum anhaltende, hohe Temperatur zu chemischen Veränderungen (beispielsweise zur Nachpolymerisation oder zu Abbaureaktionen) oder zu physikalischen Veränderungen (beispielsweise Relaxationen oder Weichmacherverlust) führen. Diese gehen meist einher mit der Änderung mechanischer oder optischer Eigenschaften.[297]

Der Einsatztemperaturbereich von geklebten Konstruktionen erstreckt sich von -20 °C bis +80 °C. Als Prüftemperatur wird daher die nach oben eingrenzende Temperatur von (+80 ± 2) °C angesetzt. Die Simulation der erhöhten Temperatur findet in einem programmgesteuerten Universalwärmeschrank[298] statt. Die Prüfkörper sind im Prüfraum so anzuordnen, dass eine ungehinderte Luftzirkulation gegeben ist. Die Wärmelagerung erfolgt bei konstanter Temperatur für eine Dauer von 500 Stunden.[299]

4.7.10 Beanspruchung mit künstlichem Licht (UV)

Bei einer Beanspruchung mit künstlichem Licht werden die Prüfkörper sowohl einer Bestrahlung mit ultravioletter Strahlung als auch einer strahlungsindiziert erhöhten Temperatur

296 Vergleiche Richtlinie ETAG 002-1 sowie die Normen EN ISO 4892-1, EN ISO 4892-2 und EN ISO 11431.

297 Vergleiche DIN 50035.

298 Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche MEMMERT 2007.

299 Die Anforderungen der Norm EN 15434 an die Wärmelagerung mit einer Prüftemperatur von +100 °C bei einer Dauer von 7 Tagen wurden angepasst. Diese Temperatur übersteigt für einige Klebstoffe die von den Herstellern belegte Grenze der Temperaturstabilität.

ausgesetzt. Mit diesem Verfahren wird üblicherweise die Beständigkeit von Verbundglas und von Verbund-Sicherheitsglas untersucht. Die Prüfvorrichtung (Bild 4.29) besteht nach den Vorgaben der Norm EN ISO 12543-4 aus einer Probenebene, einem Gehäuse mit gut reflektierender Oberfläche und den Leuchtmitteln. Als Leuchtmittel werden 16 Stück OSRAM-Lampen des Typs ULTRA-VITALUX 300 W[300] eingesetzt. Die Leuchtmittel werden mit einem Abstand von 250 mm zueinander positioniert und bilden ein Quadrat. Während der Dauer der Beanspruchung sind die Leuchtmittel regelmäßig auf ihre Leistungsfähigkeit hin zu überprüfen. Bei unter einen Schwellenwert absinkender Bestrahlungsstärke sind sie auszutauschen.

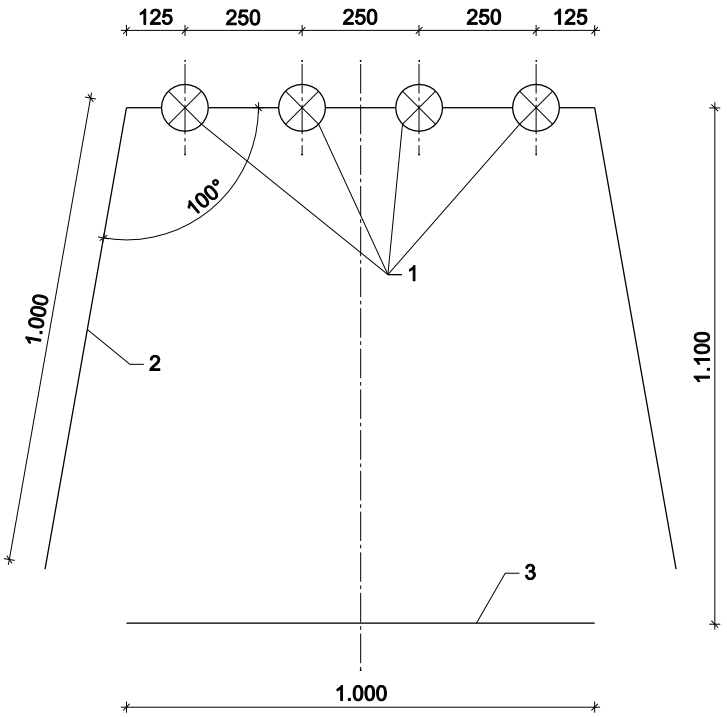


Bild 4.29
Schematische Darstellung der verwendeten Bestrahlungsvorrichtung. Vergleiche M. Kothe 2013 und Norm EN ISO 12543-4.

1 Leuchtmittel
2 Aluminiumfolie
3 Prüfkörperebene

Die Prüffläche ist quadratisch und hat eine Kantenlänge von 1.000 mm. Die Prüfkörper sind in der Prüfkörperebene so anzuordnen, dass eine hinreichende Belüftung möglich ist. Die Temperatur in Prüfkörperebene soll im Bereich von

[300] Das Produkt wird als Referenz in Anhang A der Norm 12543-4 benannt und wurde als Leuchtmittel für die experimentellen Arbeiten genutzt.

(+45 ± 5) °C liegen. Der Abstand zwischen den Leuchtmitteln und der Prüfkörperebene beträgt 1.100 mm. Die Beanspruchung erfolgt für eine Dauer von 2.000 Stunden.[301]

4.7.11 Beanspruchung mit Wasser (WAS)

Die Beanspruchung mit demineralisiertem Wasser bei einer mittleren Temperatur simuliert den zeitweisen direkten Kontakt mit Wasser. Die Temperaturerhöhung beschleunigt die Aufnahme des Wassers und führt damit verbunden zur schnelleren Einstellung eines Feuchtegleichgewichts. Als Prüfflüssigkeit kommt destilliertes Wasser mit der Qualität 3 nach ISO 3696 zum Einsatz. Die konstante Temperatur des Wassers soll (+45 ± 2) °C über die Dauer von 500 Stunden betragen. Die Prüfkörper werden nach Klebstoffen sortiert in Behälter eingebracht. Die Klebschicht der Prüfkörper soll während der Lagerung mit Wasser bedeckt bleiben. Die verschlossenen Behälter werden in einem Universalwärmeschrank[302] temperiert. Während der Lagerung werden die Behälter in regelmäßigen Abständen kontrolliert und soweit erforderlich wird das destillierte Wasser ergänzt beziehungsweise ersetzt.[303]

[301] Vergleiche M. Kothe 2013, Seite 84 f. und Weller 2014b sowie die Normen CIE 085, EN ISO 12543-4.

[302] Für weiterführende gerätespezifische Angaben vergleiche MEMMERT 2007.

[303] Vergleiche EN ISO 175 und ISO 3696.

5 Klebstoffauswahl

5.1 Einleitung

Die Voruntersuchungen umfassen die Charakterisierung und die Beurteilung von acht transparenten Epoxidharzklebstoffen. Die Basis für die Auswahl eines geeigneten Klebstoffs bildet das in Kapitel 5.2 erläuterte Bewertungsverfahren. Die Einzelergebnisse der Recherchen und der experimentellen Untersuchungen werden in den Kapiteln 5.3 und 5.4 diskutiert. Abschließend wird die eigentliche Auswahl des Klebstoffs für die weiterführenden Untersuchungen vorgestellt.

5.2 Bewertungsverfahren

5.2.1 Vorgehen

Für die Evaluierung der verschiedenen Klebstoffe wird eine Vielzahl an unterschiedlichen Qualitätsmerkmalen[304] herangezogen. Für eine bessere Strukturierung des Bewertungsverfahrens werden vier Themenfelder definiert, denen die einzelnen Qualitätsmerkmale zugeordnet werden. Die Themenfelder sind im Einzelnen:

- die Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe,
- die Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen,
- die thermische Stabilität der Klebstoffe sowie
- die Beständigkeit der Klebverbindungen.

Die einzelnen Qualitätsmerkmale beruhen überwiegend auf physikalischen Kenngrößen sowie zu einem kleinen Anteil auf den Ergebnissen der visuellen Beurteilung. Für die einzelnen Merkmale werden Zielbereiche sowie untere und obere Grenzwerte festgelegt. Für die weiterführende Bewertung werden die Qualitätsmerkmale in eine dimensionslose Hilfsgröße überführt. Eine Gewichtung der einzelnen Kriterien erfolgt mithilfe von Gewichtungsfaktoren.[305]

[304] Das Qualitätsmerkmal ist ein in den Bereichen Qualitätsmanagement und Produktentwicklung eingeführter Begriff. Ein Qualitätsmerkmal ist eine kontinuierliche Größe, mit deren Hilfe die Qualität eines beliebigen Systems beschrieben werden kann. Dabei muss sich das Qualitätsmerkmal dafür eignen, ein Entscheidungsproblem zu erfassen sowie gute und schlechte Systeme voneinander zu unterscheiden.

[305] Vergleiche Kühnapfel 2014, Lindemann 2009, Seite 178 ff., Zangemeister 1976.

5.2.2 Themenfelder und Qualitätsmerkmale

Nachfolgend werden die einzelnen Themenfelder und die ihnen zugeordneten Qualitätsmerkmale näher erläutert und die zugehörigen Grenz- und Zielwerte angegeben. Das erste Themenfeld wird mithilfe von Qualitätsmerkmalen beschrieben, die sowohl die Verarbeitbarkeit des Klebstoffs während des Dosier- und Fügeprozesses als auch die anschließende Aushärtung betreffen. Für die Dosierung des Klebstoffs und für das Fügen der der Fügeteile sind die Qualitätsmerkmale Viskosität und Verarbeitungszeit von Bedeutung. Mit Hinblick auf einen Produktionsablauf ist auch die Dauer bis zur Aushärtung von Bedeutung. Für die Aushärtung bei Normalklimat 23/50 erhöht sich der Bedarf an klimatisierter Lagerkapazität, da bis zum Erreichen der Mindestbruchfestigkeit mehrere Stunden vergehen. Der Einsatz erhöhter Temperatur beschleunigt die Aushärtung, erfordert allerdings zusätzliche Wärmeenergie. Die Dauer beider Varianten wird als Qualitätsmerkmal vereinbart. Die Qualitätsmerkmale und die zugehörigen Grenz- und Zielwerte sind in Tafel 5.1 zusammengefasst.

Qualitätsmerkmal	Einheit	Unterer Grenzwert	Unterer Zielwert	Oberer Zielwert	Oberer Grenzwert
Viskosität der Mischung	mPa·s	1.000	10.000	30.000	100.000
Verarbeitungszeit	min	5	30	–	–
Härtedauer bei Normalklimat 23/50	h	–	–	12	48
Härtedauer bei erhöhter Temperatur (+60 °C)	min	–	–	60	180

Tafel 5.1
Qualitätsmerkmale für das Themenfeld „Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe“ und Festlegung zugehöriger Grenz- und Zielwerte.

Das Themenfeld der Grundeigenschaften wird mithilfe verschiedener mechanische Kenngrößen und mithilfe einiger lichttechnischer und visueller Eigenschaften beschrieben. Der Zugelastizitätsmodul und die 0,2 %-Dehngrenze für die Prüftemperatur von +20 °C sind Qualitätsmerkmale, die aus dem gemittelten Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhalten der Klebstoffe abgeleitet werden. Das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit ist ein Qualitätsmerkmal für die mecha-

nische Beanspruchbarkeit der Klebverbindung im ungealterten Zustand. Als weitere Qualitätsmerkmale werden der Lichttransmissionsgrad sowie der visuelle Eindruck hinsichtlich Farbneutralität und Transparenz der Glas-Glas-Proben herangezogen. Die Grenz- und Zielwerte für die angesprochenen Merkmale sind in Tafel 5.2 tabelliert.

Qualitätsmerkmal	Einheit	Unterer Grenzwert	Unterer Zielwert	Oberer Zielwert	Oberer Grenzwert
Zugelastizitätsmodul bei +20 °C	N/mm^2	500	1.500	4.000	10.000
0,2 %-Dehngrenze bei +20 °C	N/mm^2	10	20	–	–
5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit	N/mm^2	4,8	8,5	–	–
Lichttransmissionsgrad	%	80	90	–	–
Farbneutralität	–	–	ja	–	–
Transparenz	–	–	ja	–	–

Tafel 5.2
Qualitätsmerkmale für das Themenfeld „Grundeigenschaften“ und Festlegung zugehöriger Grenz- und Zielwerte.

Als Qualitätsmerkmale für das Themenfeld der „Thermischen Stabilität der Klebstoffe“ werden thermomechanische und mechanische Kenngrößen herangezogen. Die experimentellen Untersuchungen der Klebstoffe beinhalten die Bestimmung der thermomechanischen Eigenschaften mithilfe der dynamisch-mechanischen Analyse sowie die Charakterisierung der Zugeigenschaften mithilfe des quasistatischen Zugprüfverfahrens über den unterstellten Einsatztemperaturbereich von -20 °C bis +80 °C. Die Berechnung der Hilfswerte für die Speichermoduln, die Zugelastizitätsmoduln und die 0,2 %-Dehngrenzen erfolgt einzeln für die Temperaturen -20 °C, +0 °C, +20 °C, +40 °C, +60 °C und +80 °C. Die Gewichtung erfolgt dann unter Verwendung des gemittelten Hilfswertes. In Tafel 5.3 sind die maßgebenden Grenz- und Zielwerte angegeben.

Qualitätsmerkmal	Einheit	Unterer Grenzwert	Unterer Zielwert	Oberer Zielwert	Oberer Grenzwert
Anfangstemperatur des Glasübergangs	°C	35	80	–	–
Speichermoduln im Temperaturbereich	N/mm^2	500	1.500	4.000	10.000
Zugelastizitätsmoduln im Temperaturbereich	N/mm^2	500	1.500	4.000	10.000
0,2 %-Dehngrenzen im Temperaturbereich	N/mm^2	10	20	–	–

Tafel 5.3
Qualitätsmerkmale für das Themenfeld „Thermische Stabilität der Klebstoffe“ und Festlegung zugehöriger Grenz- und Zielwerte.

Die Beständigkeit der Klebverbindung beschreibt sich sowohl über die nach verschiedenen Umweltsimulationsmethoden verbleibende Beanspruchbarkeit der Glas-Metall-Verbindung als auch über die Änderung des Erscheinungsbildes. Neben dem 5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeit wird auch der Anteil der Bruchbilder adhäsives Versagen[306] (AV) und nicht prüfbar[307] (NP) bezogen auf die Gesamtzahl der Prüfungen bestimmt.

An den Glas-Glas-Proben wurde vor und nach der Umweltsimulation die Transmission im Spektralbereich des sichtbaren Lichts gemessen, um die Änderung der Transmissionswerte zu bestimmen. Der Quotient der Transmissionsmessungen nach und vor der Umweltsimulation wird als Qualitätsmerkmal genutzt. Ergänzt werden diese Untersuchungen durch die visuelle Beurteilung des Erscheinungsbildes, die sich aus einer Fehleranalyse und der Überprüfung auf Farbabweichung zusammensetzt. Dabei wird in die drei Fehlerklassen Fehlerfreiheit, geringfügige Fehler und deutlich wahrnehmbare Fehler unterschieden. Als erstes Qualitätsmerkmal wird der prozentuale Anteil der fehlerfreien Proben an der Gesamtzahl der Proben herangezogen. Das zweite Qualitätsmerkmal berücksichtigt alle fehlerfreien Proben so-

[306] Berücksichtigt werden nur diejenigen Proben, die ausschließlich adhäsives Versagen zeigen. Mischbrüche bestehend aus einer Kombination verschiedener Bruchbilder werden nicht eingerechnet.

[307] Vereinzelt war die Beanspruchbarkeit der Proben durch die Umweltsimulation soweit herabgesetzt, dass sie nicht mehr prüfbar waren.

wie alle Proben mit geringfügigen Fehlerbildern und geringfügigen Farbänderungen, wiederum bezogen auf die Gesamtzahl der Proben.

Qualitätsmerkmal	Einheit	Unterer Grenzwert	Unterer Zielwert	Oberer Zielwert	Oberer Grenzwert
5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeiten	N/mm^2	3,6	6,4	–	–
Anteil der Bruchbilder AV und NP	%	–	–	5	25
Quotient der relativen Transmissionen	%	95	98	102	105
Anteil der Proben ohne sichtbare Fehlerbilder und ohne Farbänderung	%	0	100	–	–
Anteil der Proben mit höchstens geringfügigen Fehlerbildern und Farbänderung	%	0	100	–	–

Tafel 5.4
Qualitätsmerkmale für das Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindungen“ und Festlegung zugehöriger Grenz- und Zielwerte.

Die Berechnung der Hilfswerte für das 5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeit und für den Quotienten der Transmissionsmessungen erfolgt einzeln für jede der zehn Umweltsimulationsmethoden. Die Gewichtung nutzt den gemittelten Hilfswert dieser Einzelergebnisse.

5.2.3 Berechnungsgrundlagen

Der dimensionsbehaftete Ergebniswert y jedes Qualitätsmerkmals wird in einen dimensionslosen Hilfswert D $\{D \in \mathbb{R} | 0 \leq D \leq 1\}$ überführt, um eine weiterführende Betrachtung zu ermöglichen. Der Hilfswert stellt dabei ein Maß für die Zielerfüllung dar und nimmt einen Wert von 0 bis 1 an. Die unteren beziehungsweise oberen Grenzwerte gelten als diejenigen Schwellenwerte, bei denen das Qualitätsmerkmal einen unzureichenden Wert annimmt. Unterschreitet der Wert des Qualitätsmerkmals die festgesetzte untere Grenze y_1, so wird der Hilfswert 0. Analog gilt dies bei der Überschreitung des oberen Grenzwerts y_4. Übersteigt der Wert eines Qualitätsmerkmals den unteren Zielwert y_2 oder unterschreitet den oberen Zielwert y_3, so erfüllt das Qualitätsmerkmal die Anforderungen umfänglich. Der Hilfswert entspricht in diesem Fall dem Wert 1. Gleiches gilt, wenn ein Zielbereich von y_2 bis y_3 vereinbart wurde und der Wert des Qualitätsmerkmals sich innerhalb dieses Bereichs befindet.

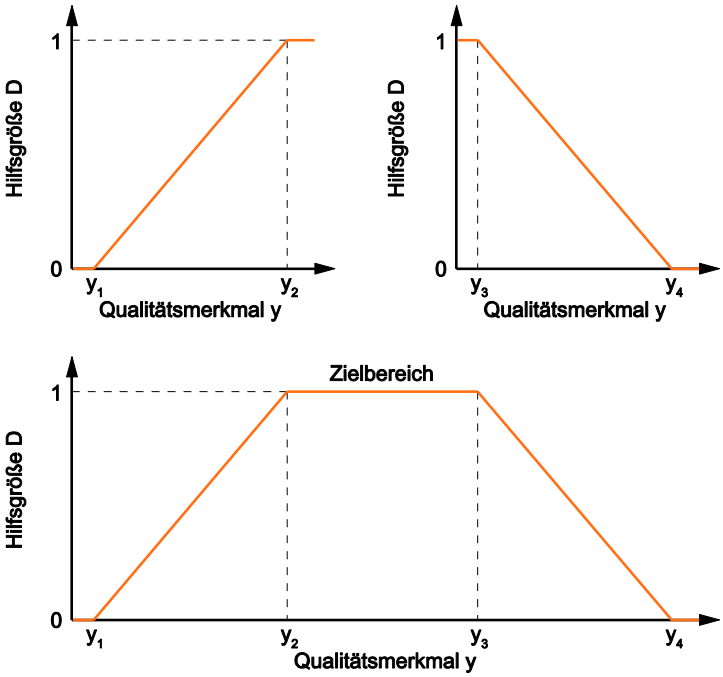


Bild 5.1
Rampenfunktionen zur Abbildung eines Qualitätsmerkmals als dimensionslosen Hilfswert. Vergleiche Siebertz 2010, Seite 132.

Die Grenz- und Zielwerte fungieren als Anfangs- und Endpunkte von Rampenfunktionen, wobei jeweils ein linearer Funktionsverlauf angenommen wird. Für die Rampenfunktionen sind drei Varianten anzutreffen. Bei der maximierenden Rampenfunktion (Bild 5.1, linke Seite oben) steigt der Hilfswert mit zunehmendem Wert des Qualitätsmerkmals. Das Gegenstück ist die minimierende Rampenfunktion (Bild 5.1, rechte Seite oben), bei der sich der Hilfswert kontinuierlich verringert. Für die dritte Variante (Bild 5.1, unten) soll das Qualitätsmerkmal einen definierten Zielbereich erreichen. Die Berechnung des Hilfswerts erfolgt über eine Fallunterscheidung. Exemplarisch ist die Berechnung bei maximierender Rampenfunktion durch Gleichung 5.1 beschrieben.

Gleichung 5.1

$$D = \begin{cases} 0 & \forall \quad y \le y_1 \\ \dfrac{y - y_1}{y_2 - y_1} & \forall \quad y_1 < y < y_2 \\ 1 & \forall \quad y \ge y_2 \end{cases}$$

mit

y	Wert des Qualitätsmerkmals
y_1	Unterer Grenzwert
y_2	Unterer Zielwert

In gleicher Weise kann bei den beiden verbleibenden Varianten vorgegangen werden.

Eine Sonderstellung nimmt die Überprüfung des Wahrheitswertes[308] einer Aussage – etwa hinsichtlich Vorhandenseins von Fehlerbildern bei der visuellen Beurteilung – ein. Die Fallunterscheidung reduziert sich auf eine zweiwertige logische Fragestellung. Ist die Aussage bezogen auf das Qualitätsmerkmal „wahr“, dann nimmt der Hilfswert den Wert 1 an. Ist die Aussage „falsch“, dann wird der Hilfswert 0.

5.2.4 Gewichtung der Qualitätsmerkmale

Mit dem im vorangehenden Kapitel beschriebenen Vorgehen können für jedes Qualitätsmerkmal zugehörige Hilfswerte berechnet werden. Dabei haben ausschließlich die vereinbarten Grenz- und Zielwerte einen Einfluss auf die Analyse der Daten. Die Qualitätsmerkmale sollen nachfolgend einer Gewichtung[309] unterzogen werden, da die einzelnen Qualitätsmerkmale von unterschiedlicher Bedeutsamkeit für den Auswahlprozess sind. Die Gewichtung erfolgt über den Gewichtungsfaktor G. Der Nutzwert N eines Klebstoffs bestimmt sich dann aus der Gleichung:

Gleichung 5.2

$$N = \sum_{i=1}^{n} G_i \cdot D_i$$

mit

n	Anzahl der Qualitätsmerkmale
G_i	Gewichtungsfaktor des Qualitätsmerkmals
D_i	dimensionsloser Hilfswert des Qualitätsmerkmals

Die Festlegung der Gewichtungsfaktoren ist in Tafel 5.5 zusammengestellt. Zusätzlich zu den Gewichtungsfaktoren der

[308] Der Wahrheitswert ist ein logischer Wert. Wahre Aussagen haben den Wahrheitswert „wahr“ und falsche Aussagen den Wahrheitswert „falsch“.

[309] Die Gewichtung der einzelnen Qualitätsmerkmale basiert auf der subjektiven Beurteilung der Bedeutsamkeit der einzelnen Merkmale. Die Gewichtung erfolgt über die Festlegung von Gewichtungsfaktoren. Neben der Auswahl der Qualitätsmerkmale und der Festlegung der Grenz- und Zielwerte nimmt die Festlegung von Gewichtungsfaktoren unmittelbaren Einfluss auf die Konditionierung des Bewertungsverfahrens. Für weiterführende Information zur Gewichtung innerhalb einer gewichteten Punktbewertung oder innerhalb einer Nutzwertanalyse vergleiche beispielsweise Kühnapfel 2014, Zangemeister 1976.

Qualitätsmerkmale sind auch die Summen dieser Faktoren für die vier Themenfelder angegeben.

Themenfeld	Qualitätsmerkmal	Gewichtungs-faktoren	Zwischen-summe
Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe	Viskosität der Mischung	1	4
	Verarbeitungszeit	1	
	Härtedauer bei Normalklimat 23/50	1	
	Härtedauer bei erhöhter Temperatur (+60 °C)	1	
Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen	Zugelastizitätsmodul bei +20 °C	2	10
	0,2 %-Dehngrenze bei +20 °C	2	
	5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit	2	
	Lichttransmissionsgrad	2	
	Farbneutralität	1	
	Transparenz	1	
Thermische Stabilität der Klebstoffe	Anfangstemperatur des Glasübergangs	4	10
	Speichermoduln im Temperaturbereich	2	
	Zugelastizitätsmoduln im Temperaturbereich	2	
	0,2 %-Dehngrenzen im Temperaturbereich	2	
Beständigkeit der Klebverbindungen	5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeiten	6	16
	Anteil der Bruchbilder AV und NP	2	
	Änderung der Lichttransmission	2	
	Anteil der Proben ohne sichtbare Fehlerbilder und ohne Farbänderung	3	
	Anteil der Proben ohne wahrnehmbare bzw. mit geringfügigen Änderungen	3	
	Gesamt	40	40

Tafel 5.5
Faktoren zur Gewichtung der Qualitätsmerkmale.

Dem ersten Themenfeld „Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe“ wird eine Gewichtung von 10 % innerhalb der gesamten Klebstoffauswahl zugeordnet. Die einzelnen Qualitätsmerkmale dieses Themenfeldes werden für die Klebstoffauswahl als gleichwertig betrachtet. Eine genaue Zeit- und Kostenanalyse sowie der Bestand an technischer Ausstattung können bei einer innerbetrieblichen Betrachtung zu einer abweichenden Gewichtung führen.

Das Themenfeld „Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen“ wird mit einem Anteil von 25 % an

der Gesamtbewertung berücksichtigt. Die Summe der Gewichtungsfaktoren ist für jene Qualitätsmerkmale sechs, die auf mechanischen Kenngrößen basieren. Dies wird durch die Gewichtung der Qualitätsmerkmale ergänzt, die auf der Messung der Lichttransmission und der visuellen Beurteilung der Klebverbindung beruhen. Die zugehörigen Gewichtungsfaktoren summieren sich auf vier.

Mit einem Anteil von ebenfalls 25 % wird das Themenfeld „Thermische Stabilität der Klebstoffe“ berücksichtigt. Die Bedeutsamkeit dieses Themenfelds resultiert aus der Problematik, dass die untersuchten transparenten Epoxidharze innerhalb des gewünschten Einsatztemperaturbereiches von -20 °C bis +80 °C eine ausgeprägte Temperaturabhängigkeit ihrer Eigenschaften zeigen. Bei temperaturstabilen Klebstoffen könnte die Gewichtung verringert werden.

Dem Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindung“ kommt in Bezug auf die Anwendbarkeit der transparenten Epoxidharzklebstoffe im Konstruktiven Glasbau eine besondere Bedeutung zu. Dem wird mit einer Summe der Gewichtungsfaktoren von 16 beziehungsweise einem Anteil von 40 % innerhalb der Bewertung Rechnung getragen. Innerhalb des Themenfeldes werden die Gewichtungsfaktoren gleichmäßig zwischen den Qualitätsmerkmalen zur Beständigkeit der mechanischen Eigenschaften und den Qualitätsmerkmalen zur Beständigkeit der optischen Eigenschaften verteilt.

5.3 Klebstoffuntersuchungen

5.3.1 Dynamisch-mechanische Analyse der Klebstoffe

Die dynamisch-mechanische Analyse wird zur Charakterisierung der Klebstoffe hinsichtlich ihrer thermomechanischen Eigenschaften herangezogen. Die gezeigten Mittelwertkurven bestehend aus jeweils drei Mehrfrequenzmessungen für den Speichermoduls E' und den Verlustfaktor tan δ. Die Mehrfrequenzmessungen berücksichtigen Messfrequenzen zwischen 0,1 Hz und 10 Hz.[310] Der dargestellte Temperaturbereich orientiert sich an der zu erwartenden Einsatztemperatur und umfasst Temperaturen von -20 °C bis +80 °C. Die Klebstoffe sind nachfolgend hinsichtlich ihrer temperatur-

[310] Die Messfrequenzen sind 0,1 Hz, 0,2 Hz, 0,5 Hz, 1 Hz, 2 Hz, 5 Hz und 10 Hz. Diese werden aufeinander folgend und sich wiederholend verwendet. Um eine hinreichende Auflösung der Mehrfrequenzmessung zu erreichen, wird die Heizrate auf 1 K/min festgelegt. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A3.2 nachgewiesen.

und frequenzabhängigen Steifigkeit sowie hinsichtlich der Art und der Gestalt ihres Glasübergangsbereichs beschrieben.

Die nachfolgenden acht Thermogramme enthalten die Ergebnisse der dynamisch-mechanischen Analyse. Allen Klebstoffen gemeinsam ist, dass sie bei Temperaturen unterhalb des Glasübergangsbereichs den energieelastischen Zustand aufweisen. Der Glasübergang ist geprägt durch eine Modulstufe des Speichermoduls. Der Glasübergang führt zu einer drastischen Erweichung. Unterschiede ergeben sich hinsichtlich der Anfangstemperatur des Glasübergangs und hinsichtlich der Ausprägung des Glasübergangsbereichs.

Nachstehend werden die Ergebnisse für die beiden Epoxidharzklebstoffe der Firma Huntsman vorgestellt. Die Speichermoduln des Klebstoffs Araldite 2011 zeigen am Anfang eine kontinuierliche Verringerung bei geringfügig abfallendem Kurvenverlauf. Das thermomechanische Verhalten ist in geringem Maße frequenzabhängig. Die Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs liegt frequenzabhängig bei +17 °C bis +24 °C. Der Glasübergangsbereich[311] erstreckt sich über einen Bereich von 36 K und ist durch eine Modulstufe gekennzeichnet. Die Frequenzabhängigkeit nimmt im Glasübergangsbereich zu. Das aus technologischer Sicht unbedeutende entropieelastische Plateau wird bei Temperaturen von +50 °C bis +60 °C erreicht.

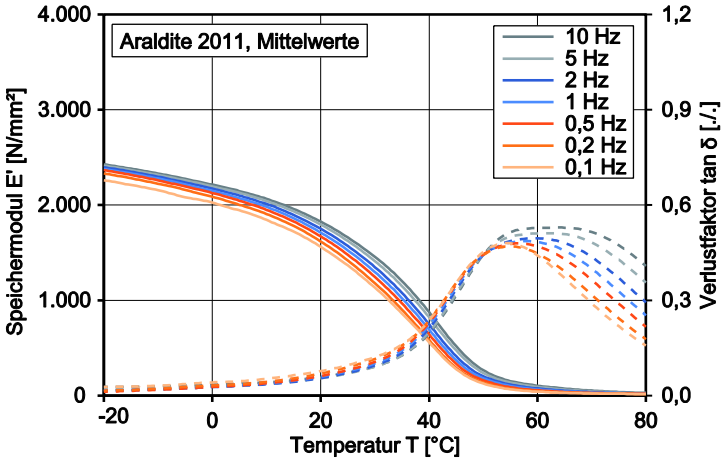


Bild 5.2
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Araldite 2011 der Firma Huntsman. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

[311] Der Glasübergangsbereich definiert sich als Intervall zwischen der Anfangstemperatur T_{g0} (lin.) und der Endtemperatur T_g (tan δ). Die Auswertung erfolgt für eine Anregungsfrequenz von 1 Hz. Für weiterführende Informationen vergleiche Kapitel 3.2.2.

Der Klebstoff Araldite 2020 weist Anfangstemperaturen des Glasübergangs zwischen +25 °C und +31 °C auf. Der Glasübergangsbereich erstreckt sich auf etwa 28 K. Der Steifigkeitsverlust findet somit innerhalb eines geringen Temperaturbereichs statt.

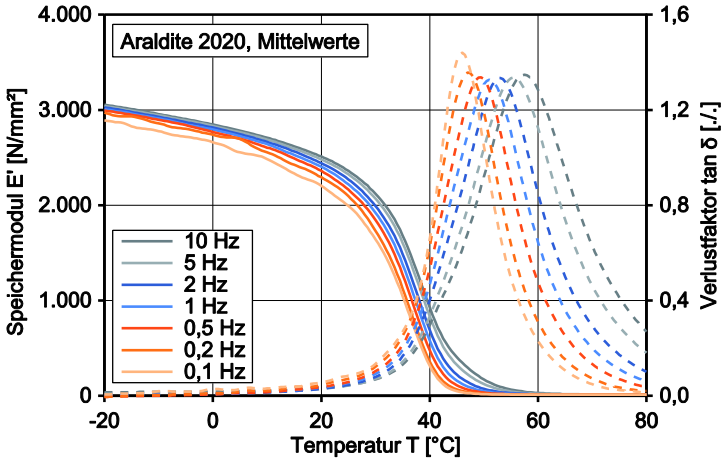


Bild 5.3
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Araldite 2020 der Firma Huntsman. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

Die nachfolgenden Thermogramme zeigen die Ergebnisse der drei untersuchten Epoxidharzklebstoffe der Firma Henkel. Eine Frequenzabhängigkeit der Steifigkeit ist im energieelastischen Bereich nur geringfügig gegeben und nimmt erst mit dem Beginn der Glasübergänge zu. Die Anfangstemperaturen des Glasübergangs liegen beim Klebstoff Loctite Hysol 3430 zwischen +27 °C und +31 °C. Für den Klebstoff Loctite Hysol 9483 betragen diese Temperaturen +41 °C bis +45 °C. Für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL ergibt sich die frequenzabhängige Anfangstemperatur zwischen +44 °C und +47 °C. Die Glasübergangsbereiche dehnen sich dabei über 20 K, 19 K beziehungsweise 17 K aus. Die Neigungen der Steilabfälle sind bei allen drei Klebstoffen mit dem Gefälle des Klebstoffs Araldite 2020 vergleichbar.

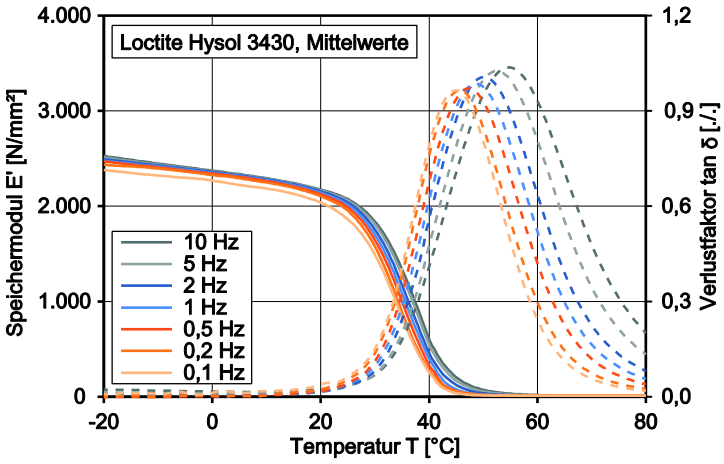


Bild 5.4
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Loctite Hysol 3430 der Firma Henkel. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

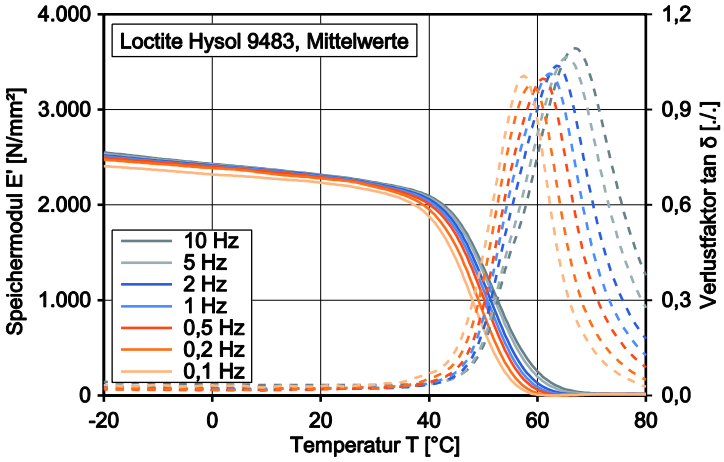


Bild 5.5
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Loctite Hysol 9483 der Firma Henkel. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

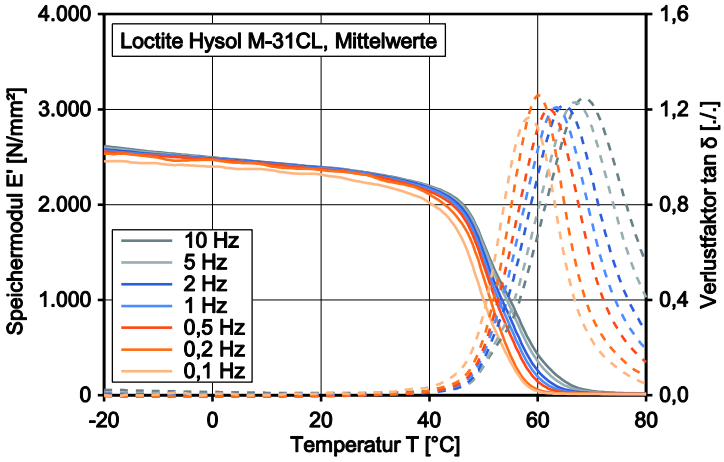


Bild 5.6
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL der Firma Henkel. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

In Bild 5.7 bis Bild 5.9 sind die Ergebnisse für die Klebstoffe Scotch-Weld DP 100, Scotch-Weld DP 105 und Scotch-Weld DP 110 dargestellt. Bei diesen drei Klebstoffen ist eine Frequenzabhängigkeit der Speichermoduln im energieelastischen Zustand zu beobachten. Diese setzt sich oberhalb der Anfangstemperaturen des Glasübergangs deutlich fort. Der Klebstoff Scotch-Weld DP 100 erreicht Anfangstemperaturen des Glasübergangs von +28 °C bis +32 °C. Das Temperaturintervall des Glasübergangsbereichs beträgt 31 K.

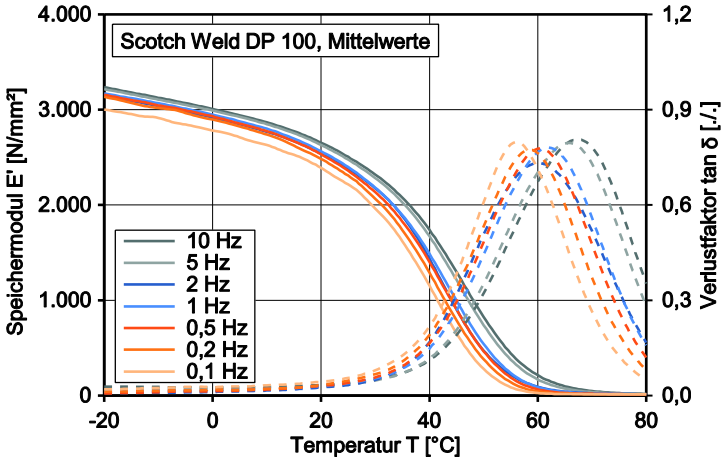


Bild 5.7
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Scotch-Weld DP 100 der Firma 3M. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

Beim Klebstoff Scotch-Weld DP 105 wurden Anfangstemperaturen des Glasübergangs zwischen -5 °C und -1 °C ermittelt. Der Glasübergangsbereich erstreckt sich über 26 K.

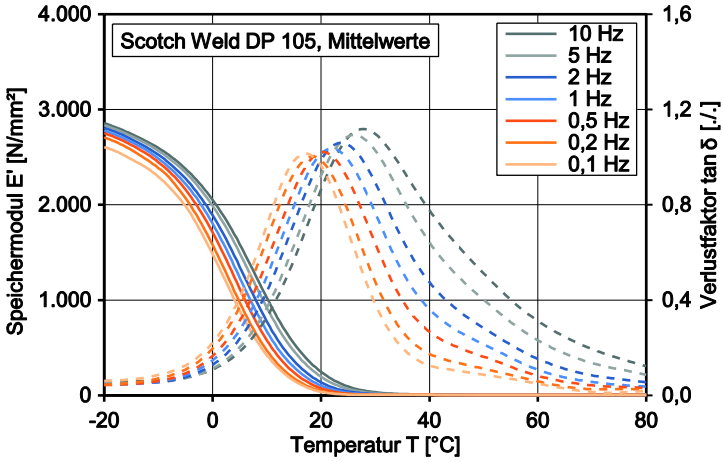


Bild 5.8
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Scotch-Weld DP 105 der Firma 3M. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

Der Klebstoff Scotch-Weld DP 110 ist durch Anfangstemperaturen des Glasübergangs zwischen +16 °C und +23 °C und einen Glasübergangsbereich von 28 K gekennzeichnet.

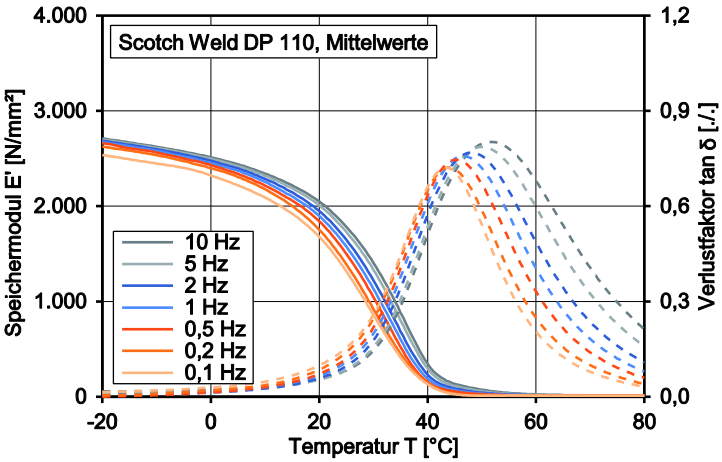


Bild 5.9
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Scotch-Weld DP 110 der Firma 3M. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

In Bild 5.10 sind die Anfangstemperaturen des Glasübergangsbereichs für die untersuchten Epoxidharzklebstoffe zusammengefasst. Die als Balken dargestellten Temperaturbereiche erstrecken sich von der mittleren Anfangstemperatur der Messfrequenz 0,1 Hz bis hin zur mittleren Anfangstemperatur der Messfrequenz 10 Hz. Die Frequenzabhängigkeit ist im Vergleich mit anderen Klebstoffgruppen als eher moderat einzustufen. Die untere Grenze für die Glasübergangstemperatur wurde auf +35 °C festgesetzt. Dies entspricht der thermischen Beanspruchung einer Innenraumanwendung. Der Zielwert liegt hingegen bei +80 °C.

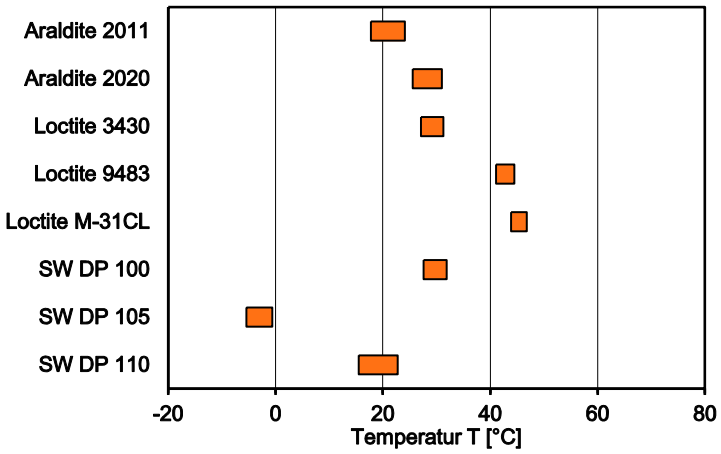


Bild 5.10
Vergleich der mittleren Anfangstemperaturen des Glasübergangs T_{g0}(lin.) ermittelt im Tangentenverfahren. Dargestellt ist der Temperaturbereich für die Messfrequenzen zwischen 0,1 Hz und 10 Hz.

Lediglich die Anfangstemperaturen der Klebstoffe Loctite 9483 und Loctite M31CL übersteigen den unteren Grenzwert. Dagegen liegen die Anfangstemperaturen des Klebstoffs Araldite 2011 sowie der beiden Klebstoffe Scotch-Weld DP 105 und DP 110 unterhalb der Raumtemperatur.

5.3.2 Zugeigenschaften der Klebstoffe

Die Zugeigenschaften der Klebstoffe werden mithilfe des uniaxialen Zugprüfverfahrens[312] bestimmt. Die Prüftemperaturen[313] wurden gleichmäßig auf den erwarteten Einsatztemperaturbereich von -20 °C bis +80 °C aufgeteilt. Wie aus den Ergebnissen der thermomechanischen Untersuchungen zu erwarten war, ist das Deformationsverhalten der untersuchten Klebstoffe innerhalb des geplanten Einsatztemperaturbereichs temperaturabhängig. Auf Grundlage des Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhaltens werden verschiedene gemittelte Kennwerte wie etwa der Zugelastizitätsmodul, die Bruchspannung und die 0,2 %-Dehngrenze berechnet.

Das Zugspannungs-Längsdehnungs-Verhalten der zur Auswahl stehenden Klebstoffe wird nachfolgend beschrieben. Die gemittelten Zugeigenschaften leiten sich aus fünf Einzelmessungen[314] ab. Alle Diagramme besitzen einen identischen Abbildungsbereich[315], um die Vergleichbarkeit zwischen den einzelnen Diagrammen zu ermöglichen. Kommt es bei Proben einer Serie zum Versagen, dann wird die Darstellung der Mittelwertkurve bei der niedrigsten erreichten Längsdehnung unterbrochen.

Der Klebstoff Araldite 2011 (Bild 5.11) befindet sich bei den Temperaturen von -20 °C und +0 °C noch im energieelastischen Zustand. Er verformt sich näherungsweise linear und versagt mit sprödem Bruch bei mittleren maximalen Zugspannungen von 42,5 N/mm^2 bzw. 51,8 N/mm^2. Bei einer Temperatur von +20 °C reagiert der Klebstoff bereits duktil. Er verformt sich nichtlinear und bildet eine Streckgrenze aus. Die mittlere maximale Zugspannung erreicht 32,7 N/mm^2. Bei einer Temperatur von +40 °C kommt es zu einer weiteren Erweichung des Klebstoffs. Die mittlere maximale Zugspannung erreicht noch 18,4 N/mm^2, da sich der Klebstoff durch einen breiten Glasübergangsbereich auszeichnet. Eine Streckgrenze ist noch erkennbar. Bei Temperatu-

[312] Eine Beschreibung des Prüfverfahrens, der Prüfbedingungen und der Auswertung der Ergebnisse findet sich in Kapitel 4.3.1.

[313] Prüftemperaturen sind -20 °C, +0 °C, +20 °C, +40 °C, +60 °C, +80 °C.

[314] Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A3.3 nachgewiesen.

[315] Die Abszissenachse zeigt einen Längsdehnungsbereich von 0 % bis 50 %. Die Ordinatenachse stellt einen Zugspannungsbereich von 0 N/mm² bis 80 N/mm² dar. Die obere Auswertegrenze der Längsdehnung liegt bei 50 %.

ren oberhalb von +40 °C befindet sich der Klebstoff im entropieelastischen Zustand. Die zunehmende Erweichung führt zu sinkender Steifigkeit und zu maximalen Zugspannungen von 4,8 N/mm² bei +60 °C beziehungsweise 1,2 N/mm² bei +80 °C. Bei einer Temperatur von +80 °C nimmt die Bruchdehnung deutlich ab.

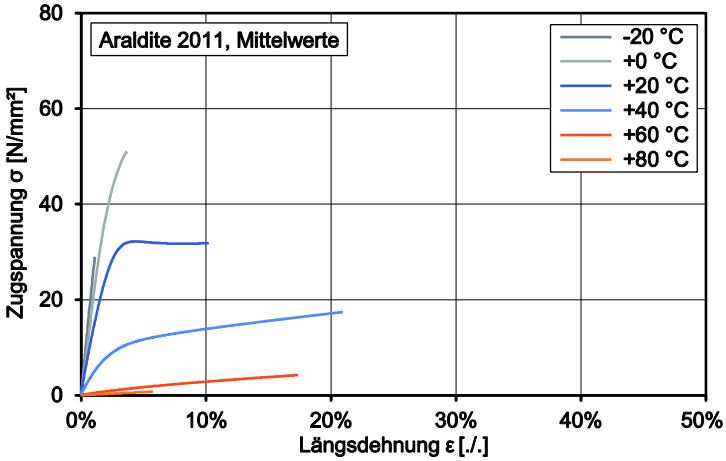


Bild 5.11
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Araldite 2011 der Firma Huntsman. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Das nachfolgende Diagramm in Bild 5.12 zeigt die Ergebnisse für den Klebstoff Araldite 2020. Bei Temperaturen von -20 °C bis +20 °C befindet sich der Klebstoff im energieelastischen Zustand. Die einzelnen Proben brechen entweder direkt oder kurz nach der Ausbildung einer Streckgrenze. Der Zugelastizitätsmodul geht in diesem Temperaturbereich von 2.887 N/mm² auf 2.312 N/mm² zurück. Durch die Steigerung der Prüftemperatur kommt es zur weiteren Absenkung des Zugelastizitätsmoduls und das Deformationsverhalten wird zunehmend duktil. Bei Temperaturen von +40 °C und +60 °C bildet sich jeweils eine Streckgrenze aus. Der entropieelastische Zustand ist bei einer Temperatur von +80 °C erreicht, wobei der Kurvenverlauf näherungsweise linear ist. Die mittlere maximale Zugspannung bei einer Temperatur von -20 °C beträgt 47,9 N/mm² und hat bei +0 °C einen Wert von 56,5 N/mm². Mit steigender Temperatur fällt die mittlere maximale Zugspannung von 47,3 N/mm² über 27,2 N/mm² und 19,7 N/mm² auf 4,6 N/mm² bei +80 °C.

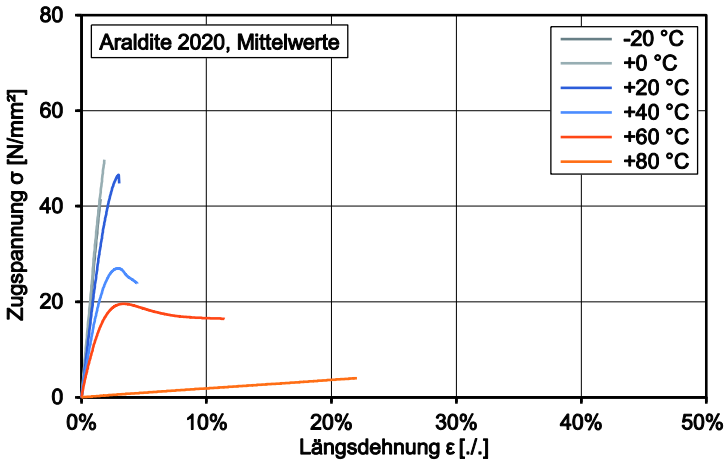


Bild 5.12
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Araldite 2020 der Firma Huntsman. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Der Klebstoff Loctite Hysol 3430 (Bild 5.13) befindet sich bis zu einer Temperatur von +20 °C im energieelastischen Zustand. Der Klebstoff versagt bei -20 °C und +0 °C noch mit sprödem Bruch. Bei einer Temperatur von +20 °C ist die Ausbildung einer Streckgrenze zu erkennen. Die einzelnen Proben brechen entweder direkt vor oder kurz nach der Ausbildung einer Streckgrenze. Daran anschließend führt der Glasübergangsbereich zu einem signifikanten Steifigkeitsverlust und zur Zunahme der Bruchdehnung. Bei +60 °C und +80 °C ist neben der weiteren Materialerweichung auch eine Reduktion der Bruchdehnung zu beobachten. Bei den drei niedrigsten Temperaturen bewegen sich die mittleren maximalen Zugspannungen mit Werten zwischen 60,4 N/mm^2 und 48,5 N/mm^2 auf hohem Niveau. Bei einer Temperatur von +40 °C reduziert sich der Wert auf nur noch 6,4 N/mm^2. Mit weiter steigender Prüftemperatur sinken die erreichten Zugspannungen auf 1,2 N/mm^2 bzw. 0,5 N/mm^2.

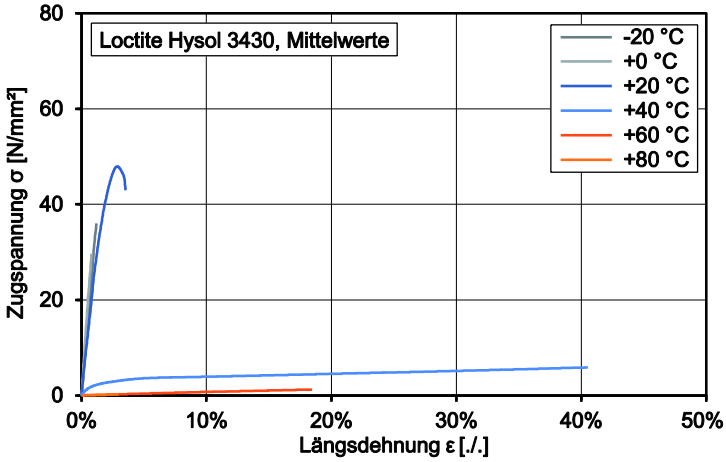


Bild 5.13
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Loctite Hysol 3430 der Firma Henkel. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Die Zugeigenschaften der Klebstoffe Loctite Hysol 9483 (Bild 5.14) und Loctite Hysol M-31CL (Bild 5.15) stimmen näherungsweise überein und unterscheiden sich im Wesentlichen durch die höhere Glasübergangstemperatur des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL. Bei Temperaturen von -20 °C bis +20 °C verhalten sich beide Materialien energieelastisch. Das Materialversagen tritt spröd oder unmittelbar nach Ausbildung einer Streckgrenze auf. Die Zugelastizitätsmoduln sinken bei +40 °C nur geringfügig. Dabei ist bei einzelnen Proben eine Streckgrenze vorhanden. Der Klebstoff Loctite Hysol 9483 ist bei +60 °C durch einen deutlichen Abfall der Steifigkeit und durch deutliche Zunahme der Verformbarkeit gekennzeichnet. Hingegen ist beim Klebstoff Loctite Hysol M-31CL eine geringere Abnahme der Steifigkeit bei +60 °C zu verzeichnen. Der Kurvenverlauf ist durch eine Streckgrenze charakterisiert. Bei +80 °C sinken die Zugelastizitätsmoduln beider Klebstoffe auf ein geringes Niveau. Die mittleren maximalen Zugfestigkeiten für den Klebstoff Loctite 9483 betragen, geordnet nach aufsteigender Prüftemperatur, 81,9 N/mm^2, 67,0 N/mm^2, 56,9 N/mm^2, 32,5 N/mm^2, 10,0 N/mm^2 und 1,7 N/mm^2. Für den Klebstoff M-31CL ergeben sich die Werte 75,4 N/mm^2, 59,5 N/mm^2, 50,7 N/mm^2, 33,5 N/mm^2, 21,6 N/mm^2 und 4,5 N/mm^2.

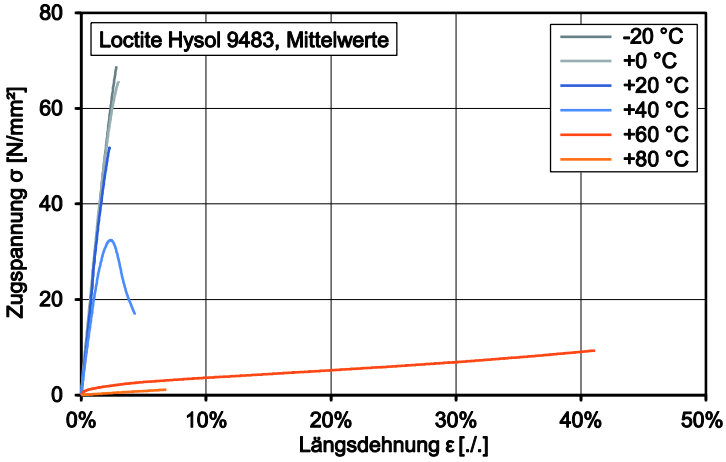


Bild 5.14
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Loctite Hysol 9483 der Firma Henkel. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

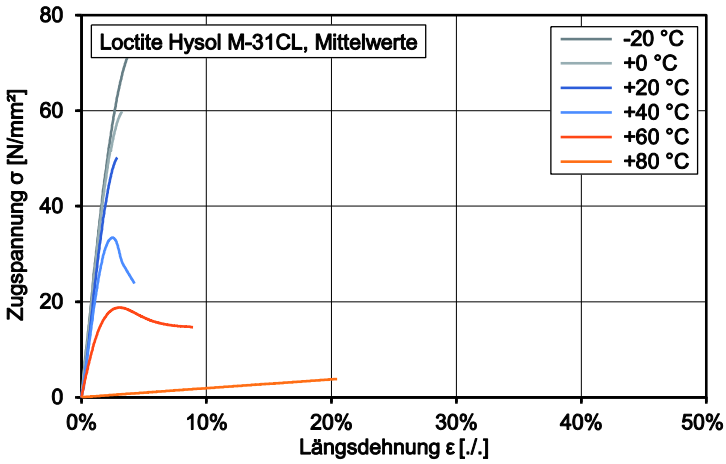


Bild 5.15
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL der Firma Henkel. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Das nachfolgende Diagramm (Bild 5.16) zeigt die Ergebnisse für den Klebstoff Scotch-Weld DP 100. Auch dieser Klebstoff reagiert bei tiefen Temperaturen mit weitgehend linearem Verformungsverhalten und sprödem Versagen. Mit zunehmender Temperatur verbleibt der Zugelastizitätsmodul auf hohem Niveau wobei einzelne Proben eine Streckgrenze ausbilden. Dabei reicht die mittlere maximale Zugspannung von 56,0 N/mm² bei -20 °C bis zu 47,3 N/mm² bei +20 °C. Erst bei einer Prüftemperatur von +40 °C sind ein deutlicher Rückgang des Zugelastizitätsmoduls und eine Zunahme des Verformungsvermögens zu erkennen. Die mittlere maximale Zugspannung liegt bei 29,8 N/mm². Bei den Temperaturen von +60 °C und +80 °C liegt der Klebstoff im entropieelastischen Zustand vor. Entsprechend reduzieren sich die Werte der Zugspannungen auf 2,5 N/mm² und 0,6 N/mm². Dabei liegt die Bruchdehnung bei +80 °C wieder deutlich unter der Bruchdehnung bei +60 °C.

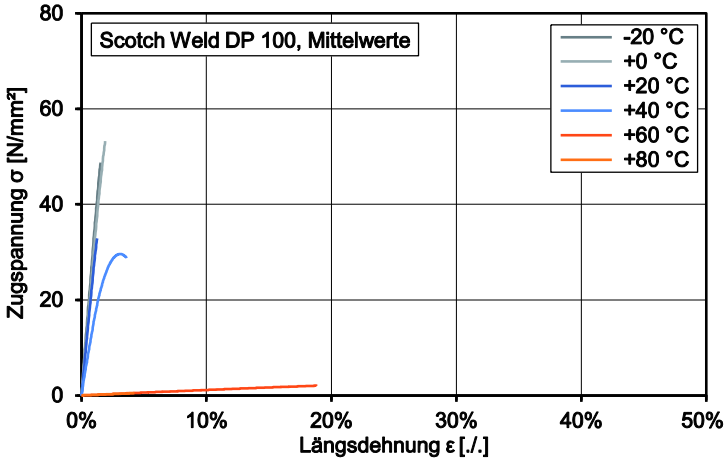


Bild 5.16
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Scotch-Weld DP 100 der Firma 3M. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Für den Klebstoff Scotch-Weld DP 105 (Bild 5.17) liegen die ermittelten Anfangstemperaturen des Glasübergangs zwischen -5 °C und -1 °C und sind damit vergleichsweise niedrig. Bei einer Temperatur von -20 °C zeichnet sich der Klebstoff durch einen hohen Zugelastizitätsmodul und durch die Ausbildung einer Streckgrenze vor dem Bruch aus. Die mittlere maximale Zugspannung beträgt 55,0 N/mm^2. Mit steigender Temperatur gewinnt das Material an Verformungsvermögen, wobei die Steifigkeit und die Streckspannung bei +0 °C deutlich abfallen. Die mittlere maximale Zugspannung fällt auf 25,8 N/mm^2. Bei Temperaturen oberhalb von +20 °C herrscht der entropieelastische Zustand vor. Die erzielten Zugspannungen reduzieren sich von 3,2 N/mm^2 auf 0,1 N/mm^2. Die mittlere Bruchdehnung sinkt von 43 % bei +20 °C auf etwa 2 % bei +80 °C.

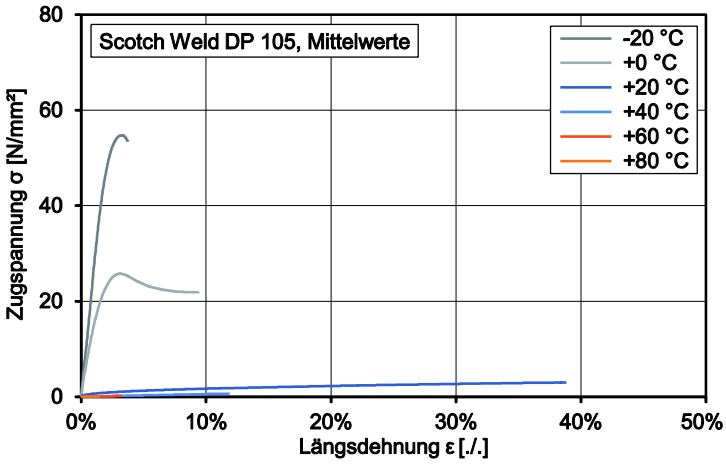


Bild 5.17
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Scotch-Weld DP 105 der Firma 3M. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Der Klebstoff Scotch-Weld DP 110 (Bild 5.18) ist bei -20 °C und +0 °C ein hochmoduliger und spröder Werkstoff[316]. Die mittlere maximale Zugspannung beträgt 43,5 N/mm^2 beziehungsweise 29,6 N/mm^2. Bei +20 °C zeigt der Klebstoff bei einer Einzelprobe auch duktiles Verhalten. Der Glasübergangsbereich führt zwischen +20 °C und +40 °C zu einer deutlichen Erweichung, die mit steigender Temperatur noch zunimmt. Die Zugspannungen fallen in diesem Temperaturbereich von 15,6 N/mm^2 auf 0,4 N/mm^2. Die mittlere Bruchdehnung erreicht ihr Maximum mit 35 % bei +40 °C. Auch bei diesem Klebstoff ist mit weiter zunehmender Temperatur

[316] Die Darstellung in Bild 5.18 kann das Verformungsverhalten nur bedingt abbilden, da einzelne Prüfkörper bei Temperaturen zwischen -20 °C und +20 °C frühzeitig spröd versagten. Vergleiche Anhang, Kapitel A3.3.

eine Abnahme der mittleren Bruchdehnung im entropieelastischen Zustand festzustellen.

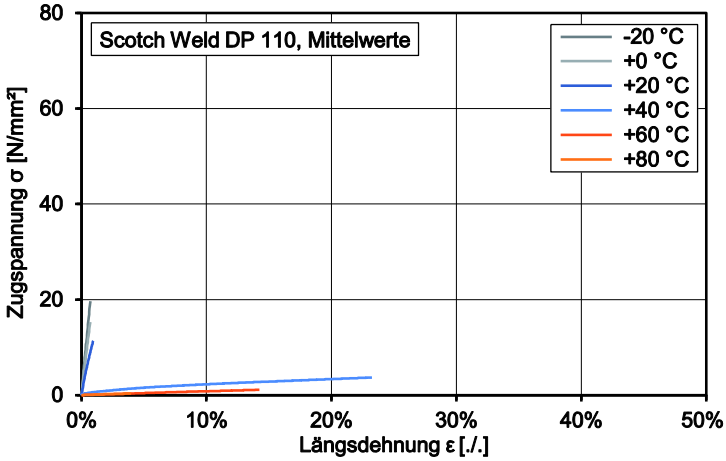


Bild 5.18
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm für den Klebstoff Scotch-Weld DP 110 der Firma 3M. Mittelwertkurven im Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C.

Das nachfolgende Diagramm (Bild 5.19) fasst die Ergebnisse des mittleren Zugelastizitätsmoduls für die acht zur Auswahl stehenden Epoxidharzklebstoffe zusammen. Grundsätzlich folgen die ermittelten Werte den Ergebnissen der dynamisch-mechanischen Analyse. Erwartungsgemäß sind die Zugeigenschaften stark temperaturabhängig. Der Zielbereich für den Zugelastizitätsmodul umfasst Werte zwischen 1.500 N/mm^2 und 4.000 N/mm^2. Kein Klebstoff erreicht über den gesamten Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C Modulwerte, die zwischen dem unteren und oberen Zielwert liegen. Beim Vergleich der Klebstoffe untereinander fallen vor allem die Klebstoffe Araldite 2020 und Loctite Hysol M-31CL auf. Beide erreichen bei einer Prüftemperatur von +60 °C Zugelastizitätsmoduln von etwa 1.200 N/mm^2. Für eine Prüftemperatur von +80 °C werden von keinem Klebstoff Modulwerte in nennenswerter Größe erreicht.

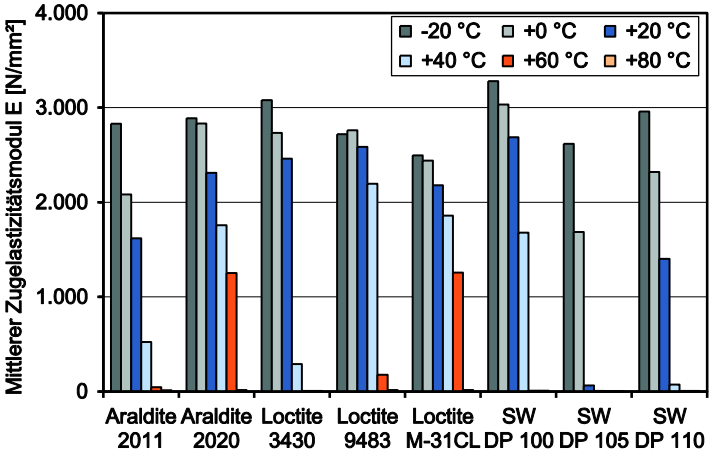


Bild 5.19
Zugeigenschaften. Vergleich der mittleren Zugelastizitätsmoduln. Auswertung der Ergebnisse für die Temperaturen -20 °C, +0 °C, +20 °C, +40 °C, +60 °C und +80 °C.

In Bild 5.20 sind die 0,2 %-Dehngrenzen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Aufgrund des teilweise linearen Kurvenverlaufs war es nicht möglich, in jedem Fall eine 0,2 %-Dehngrenze zu bestimmen. In diesen Fällen wird die maximale Zugspannung dargestellt. Die Beurteilung der Klebstoffe erfolgt anhand der Zielgröße von 20 N/mm^2 und der unteren Grenze von 10 N/mm^2. Bei einer Prüftemperatur von +20 °C erfüllen fünf der untersuchten Klebstoffe den Zielwert. Drei dieser Klebstoffe erreichen den Zielwert auch für die Prüftemperatur +40 °C. Die 0,2 %-Dehngrenzen der Klebstoffe Araldite 2020 und Loctite Hysol M-31CL liegen bei einer Prüftemperatur von +60 °C noch zwischen dem unteren Grenzwert und dem Zielwert. Die Werte der 0,2 %-Dehngrenze fallen bei +80 °C für alle Klebstoffe deutlich unter den Grenzwert ab.

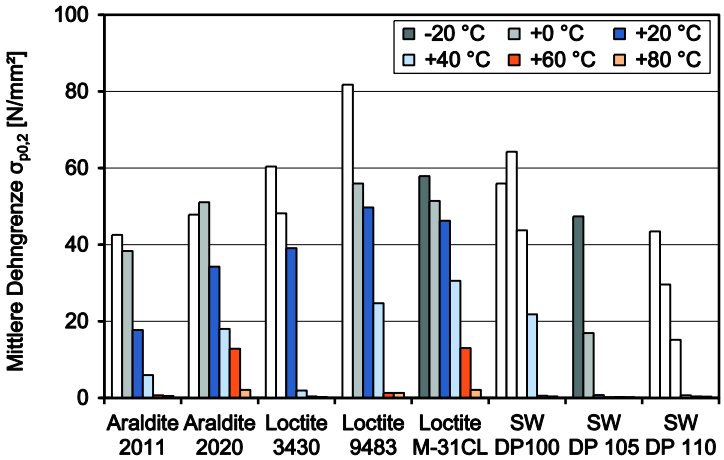


Bild 5.20
Zugeigenschaften. Vergleich der mittleren 0,2 %-Dehngrenzen. Auswertung der Ergebnisse für die Temperaturen -20 °C, +0 °C, +20 °C, +40 °C, +60 °C und +80 °C. Bei nicht bestimmbarer 0,2 %-Dehngrenze wird alternativ die mittlere maximale Zugspannung (weiße Säulen) angegeben.

5.4 Untersuchung an In-Situ-Prüfkörpern

5.4.1 Stumpf geklebte Zylinderzugproben

Die Versuche zur Haftfestigkeit der Glas-Metall-Verbindungen wurden mit stumpf geklebten Zylinderzugproben durchgeführt. Die Referenzserie bestand aus nicht künstlichen gealterten Prüfkörpern. Zum Vergleich wurden die Prüfkörper insgesamt zehn unterschiedlichen Methoden der Umweltsimulation[317] ausgesetzt. Jede Stichprobe hatte einen Umfang von zehn Prüfkörpern. Die anschließenden Zylinderzugprüfungen fanden ausschließlich bei Raumtemperatur statt. Die Ergebnisse für die Anfangsbruchfestigkeit und die Restbruchfestigkeit nach Umweltsimulation sind in Bild 5.21 bis Bild 5.28 als Box-Whisker-Plot[318] dargestellt. Der Anhang enthält neben der Dokumentation der Ergebnisse auch die statistische Auswertung und die statistische Prüfung der einzelnen Stichproben. Am Ende wird in Bild 5.29 und Bild 5.30 eine Zusammenfassung der 5 %-Fraktile der Festigkeit für die untersuchten Klebstoffe gegeben.

Das nachfolgende Diagramm in Bild 5.21 fasst die Ergebnisse der Zylinderzugprüfung für den Klebstoff Araldite 2011 zusammen. Das dominierende Bruchbild für diesen Klebstoff ist der Mischbruch bestehend aus kohäsivem und adhäsivem Versagen. Dieses Bruchbild war neben der Versuchsserie zur Anfangsbruchfestigkeit, nachfolgend als AF gekennzeichnet, bei den Restbruchfestigkeiten nach SUN, TEM und UV zu erkennen. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit bewegten sich für diese Versuchsserien zwischen 5,2 N/mm^2 und 7,9 N/mm^2. Ein adhäsives Versagen war vor allem im Zusammenhang mit Feuchtigkeit oder Schadmedien zu beobachten. Dieses Bruchverhalten geht in der Regel mit verminderten Restbruchfestigkeiten einher. Aus-

[317] Hinsichtlich der Art und des Umfangs der Umweltsimulationen vergleiche Kapitel 4.7. Die verwendeten Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 zu finden.

[318] Der Box-Whisker-Plot besitzt eine zentrale Box, die vom oberen und unteren Quartil begrenzt wird. Die in der Box befindliche Linie kennzeichnet den Median. Der Interquartilsabstand ergibt sich aus der Differenz des oberen und unteren Quartils. Die Whisker stellen entweder die extremen Beobachtungswerte der Stichprobe oder alternativ den 1,5-fachen Interquartilsabstand dar. Beobachtungswerte die außerhalb der Whisker liegen sind potentielle Ausreißer und werden einzeln dargestellt. In der Literatur finden sich zum Teil abweichende Definitionen zur Darstellung der Whisker. Für weiterführende Informationen vergleiche beispielsweise Cleff 2011, Seite 55 ff. und Sachs 2004, Seite 66 f. Weiterführende Informationen sind auch im Anhang, Kapitel A6 zu finden.

schließlich adhäsives Versagen war bei den Umweltsimulationen REI und SO2 anzutreffen. Das 5 %-Fraktil der Festigkeit für die Umweltsimulation SO2 betrug 2,4 N/mm^2. Statistische Auffälligkeiten hinsichtlich der Verteilungsannahmen oder hinsichtlich ausreißerverdächtiger Extremwerte waren vor allem bei jenen Prüfserien zu beobachten, bei denen sich Mischbrüche und adhäsives Versagen mit ihren variierenden Festigkeitsniveaus abwechselten. Besonders die Umweltsimulationen FEU, GEM, KLI und WAS führten zu unterschiedlich starker Schädigung der Prüfkörper innerhalb der jeweiligen Stichprobe. Die Einzelergebnisse lassen sich dann nur ungenügend durch eine einzelne Verteilungsannahme abbilden. Die erzielten 5 %-Fraktile der Festigkeit lagen zwischen 0,4 N/mm^2 und 6,2 N/mm^2. Bei den Umweltsimulationen REI und WAS kam es zum Versagen[319] je eines Prüfkörpers während der Umweltsimulation.

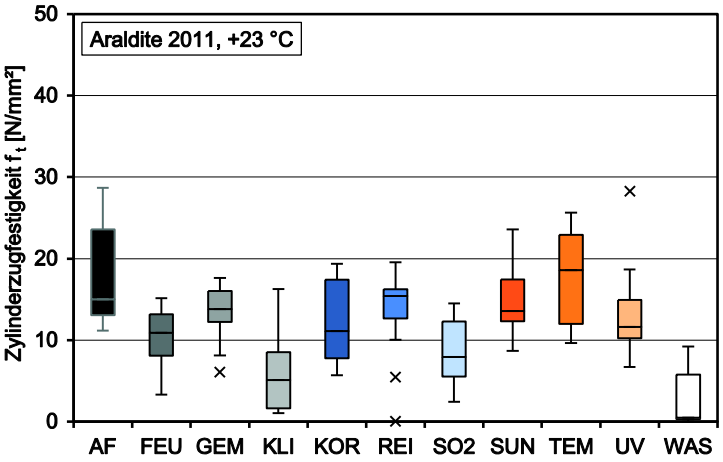


Bild 5.21
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Araldite 2011 der Firma Huntsman.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Das Bild 5.22 zeigt die Ergebnisse der Zylinderzugprüfung für den Klebstoff Araldite 2020. Für diesen Klebstoff ist das Auftreten verschiedener Bruchbilder innerhalb einer Stichprobe kennzeichnend. Zu beobachten waren neben Mischbrüchen und adhäsivem Versagen auch Substratbrüche des Glases. Zwischen den einzelnen Versuchsserien sind deutliche Festigkeitsunterschiede zu erkennen. Wobei die Stichproben mit größeren 5 %-Fraktilen der Festigkeit – insbesondere die Versuchsserien zur Anfangsbruchfestigkeit sowie die Restfestigkeiten nach den Umweltsimulationen KLI

[319] Die nicht prüfbaren Proben werden mit einer Bruchspannung von 0 N/mm^2 dokumentiert. Eine statistische Betrachtung dieser Stichproben ist allerdings nicht möglich, da hierfür die transformierten Werte der logarithmischen Normalverteilung benötigt werden.

und TEM – auch eine zunehmende Streuung der Einzelergebnisse zeigen. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit für diese Versuchsserien schwanken zwischen 9,4 N/mm² und 15,0 N/mm². Die Umweltsimulationen in Verbindung mit künstlichem Licht führen zu Ergebnissen mit erhöhter Varianz. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit reduzieren sich daher auf Werte von 1,4 N/mm² für die Umweltsimulation SUN und 3,5 N/mm² für die Umweltsimulation UV. Die Versuchsserien, die vermehrt Feuchtigkeit beziehungsweise auch Schadmedien ausgesetzt waren, zeigen neben einer verringerten Restbruchfestigkeit auch eine verminderte Streuung. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit nach den Umweltsimulationen FEU, GEM, KOR, REI und SO2 liegen zwischen 1,2 N/mm² und 2,9 N/mm². Innerhalb der Versuchsserie WAS führt ein Extremwert von 0,1 N/mm² zu einer deutlichen Herabsetzung des 5 %-Fraktils der Restbruchfestigkeit auf 0,2 N/mm².

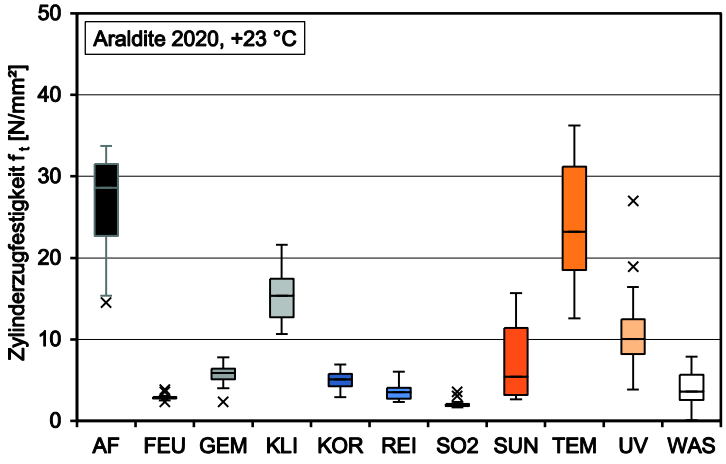


Bild 5.22
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Araldite 2020 der Firma Huntsman.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Der Klebstoff Loctite Hysol 3430 zeigt eine vergleichsweise gute Beständigkeit gegenüber den verschiedenen Umweltsimulationen. Die meisten Restbruchfestigkeiten liegen auf beziehungsweise über dem Niveau der Anfangsbruchfestigkeit. Lediglich die Restbruchfestigkeiten nach den Umweltsimulationen FEU, GEM und WAS sind reduziert. Das charakteristische Bruchbild für die Versuchsserien zur Anfangsbruchfestigkeit sowie zur Restfestigkeit nach den Umweltsimulationen REI, SUN, TEM und UV ist der Mischbruch. Die 5 %-Fraktile dieser Versuchsserien variieren von 6,9 N/mm² bis 15,7 N/mm². Für die Versuchsserien FEU, KLI, KOR und SO2 sind innerhalb der Stichproben zur einen Hälfte Misch-

brüche zu beobachten. Für die zweite Hälfte ist die Bruchursache auf adhäsives Versagen oder Substratbruch des Glases zurückzuführen. Das 5 %-Fraktil der Festigkeit für die Umweltsimulation FEU liegt aufgrund der hohen Varianz bei nur 2,4 N/mm^2. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit für die anderen drei Serien schwankt zwischen 6,7 N/mm^2 und 12,6 N/mm^2. Auffällig ist die Verteilung der Ergebnisse für die Umweltsimulation GEM. Die Bruchspannungen der sechs Prüfkörper, bei denen Mischbruch zu beobachten war, liegen deutlich höher als bei den vier Prüfkörpern, die adhäsiv versagen. Dadurch hat die statistische Auswertung nur eine begrenzte Gültigkeit. Das zugehörige 5 %-Fraktil der Festigkeit berechnet sich zu 0,8 N/mm^2. Die Versuchsserie WAS reagiert nach der Umweltsimulation ausschließlich mit adhäsivem Versagen. Das zugehörige 5 %-Fraktil der Festigkeit ist 1,4 N/mm^2.

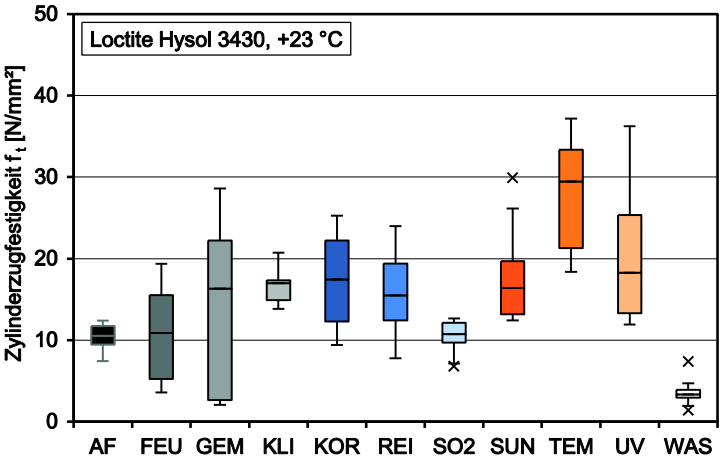


Bild 5.23
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Loctite Hysol 3430 der Firma Henkel.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Das Diagramm in Bild 5.24 zeigt die Ergebnisse der Zylinderzugprüfung für den Klebstoff Loctite Hysol 9483. Die Ergebnisse der Versuche zur Anfangsbruchfestigkeit waren überwiegend von Mischbrüchen begleitet. Die grafisch dargestellten Extremwerte wurden nach statistischer Prüfung als nicht ausreißerverdächtig eingestuft. Das 5 %-Fraktil der Festigkeit beträgt für die ungealterte Versuchsserie 9,6 N/mm^2. Die durch Feuchtigkeit und Schadmedien hervorgerufenen Veränderungen führen bei den Umweltsimulationen FEU, GEM, KLI, KOR, REI, SO2 und WAS zur Reduktion der Restbruchfestigkeit gegenüber der Anfangsbruchfestigkeit. Die Werte des 5 %-Fraktils reichen von 1,5 N/mm^2 bis 6,0 N/mm^2. Neben Mischbrüche sind auch

Substratbrüche des Glases und adhäsives Versagen zu dokumentieren. Die Anzahl des rein adhäsiven Versagens beschränkt sich aber auf höchstens zwei Prüfkörper je Stichprobe. Diese Anzahl ist vergleichsweise gering und deutet auf eine gute adhäsive Verbindung hin. Die erhöhte Temperatur der Umweltsimulation TEM führt zur Anhebung der Bruchspannungen und ist durch eine deutliche Zunahme der Substratbrüche gekennzeichnet. Das 5 %-Fraktil der Festigkeit von 11,1 N/mm^2 übersteigt den Wert der Anfangsbruchfestigkeit. Die Umweltsimulationen SUN und UV erreichen 5 %-Fraktile der Festigkeit von 3,5 N/mm^2 und 4,1 N/mm^2.

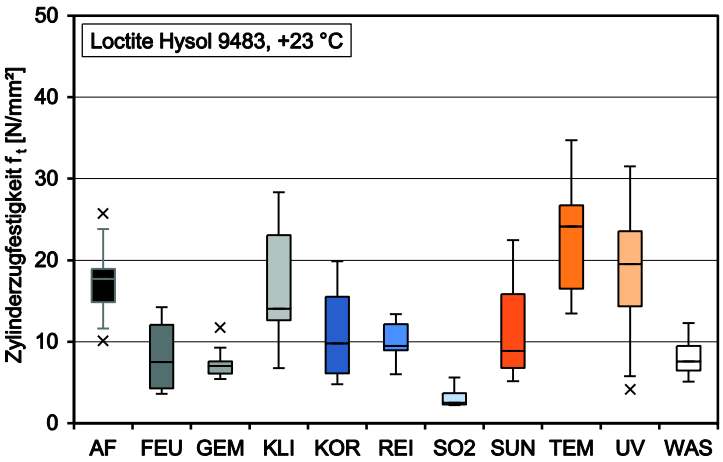


Bild 5.24
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Loctite Hysol 9483 der Firma Henkel.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Die Ergebnisse für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL sind in Bild 5.25 dargestellt. Das 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit erreicht einen Wert von 10,9 N/mm^2. Dabei trat überdurchschnittlich häufig Substratbruch des Glases auf. Der Mischbruch als Versagensart war hauptsächlich bei den Umweltsimulationen FEU, GEM, KOR, REI und WAS zu erkennen. Die Einzelergebnisse für diese Stichproben zeigten gegenüber der Anfangsbruchfestigkeit abfallende Bruchspannungen bei moderater Streuung. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit liegen dabei zwischen 3,8 N/mm^2 und 7,2 N/mm^2. Die weiteren Untersuchungsserien zeigten unterschiedliche Bruchbilder innerhalb einer Stichprobe. Dies führt zu einer Zunahme der Streuung bei den Umweltsimulationen SO2, SUN, TEM und UV. Besonders auffällig ist die Zunahme der Streuung bei der Umweltsimulation KLI, deren Bruchspannungen im Bereich von 5,6 N/mm^2 bis 34,7 N/mm^2 schwanken. Die erreichten 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit betragen 1,6 N/mm^2 bis 7,4 N/mm^2.

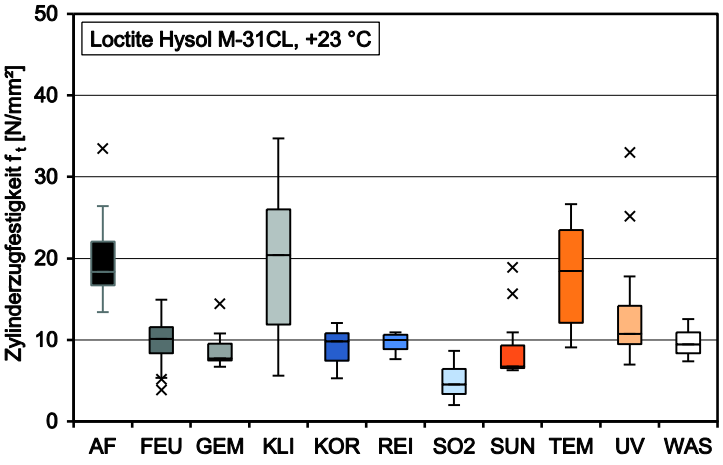


Bild 5.25
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL der Firma Henkel.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

In Bild 5.26 sind die Ergebnisse für den Klebstoff Scotch-Weld DP 100 zusammengefasst. Das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit beträgt 5,4 N/mm². Dabei sind sowohl Mischbrüche als auch adhäsives Versagen zu beobachten. Der Mischbruch ist das charakteristische Bruchbild für die Umweltsimulationen SUN und TEM. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit liegen bei 8,4 N/mm² und 14,0 N/mm². Die Versuchsserie UV erreicht ein 5 %-Fraktil der Festigkeit von 5,2 N/mm², wobei kein charakteristisches Bruchbild erkennbar ist. Der Einfluss von Feuchtigkeit oder Schadmedien führt zu einer erkennbaren Minderung der Restbruchfestigkeit. Dabei nimmt der Anteil des adhäsiven Versagens im Vergleich mit den vorab genannten Versuchsserien zu. Die 5 %-Fraktile der Festigkeit reichen von 0,1 N/mm² für die Umweltsimulation WAS bis 3,7 N/mm² für die Umweltsimulation SO2.

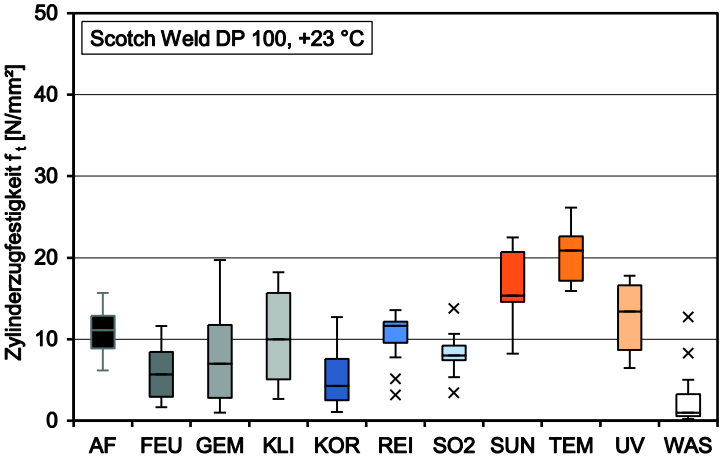


Bild 5.26
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Scotch-Weld DP 100 der Firma 3M.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Nachfolgend sind die Ergebnisse für den Klebstoff Scotch-Weld DP 105 zusammengefasst. Die Glas-Metall-Verbindungen mit diesem Klebstoff versagten überwiegend adhäsiv. Das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit liegt bei 5,4 N/mm^2. Bei den Umweltsimulationen SUN und UV erreichten die 5 %-Fraktile der Festigkeit nach dem Einfluss von künstlichem Licht 1,0 N/mm^2 beziehungsweise 4,4 N/mm^2. Für die Versuchsserie TEM lag das 5 %-Fraktil der Festigkeit mit 5,6 N/mm^2 am höchsten. Die Umweltsimulationen unter Einfluss von Feuchtigkeit und Schadmedien setzen die Restbruchfestigkeit bei diesem Klebstoff deutlich herab. Nach fünf Umweltsimulationen (GEM, KOR, REI, SO2 und WAS) konnte kein 5 %-Fraktil der Festigkeit bestimmt werden, da einzelne oder mehrere Prüfkörper einer Stichprobe bereits vor der Zylinderzugprüfung adhäsiv versagt hatten. Bei den Versuchsserien FEU und KLI sind die erreichten 5 %-Fraktile kaum nennenswert.

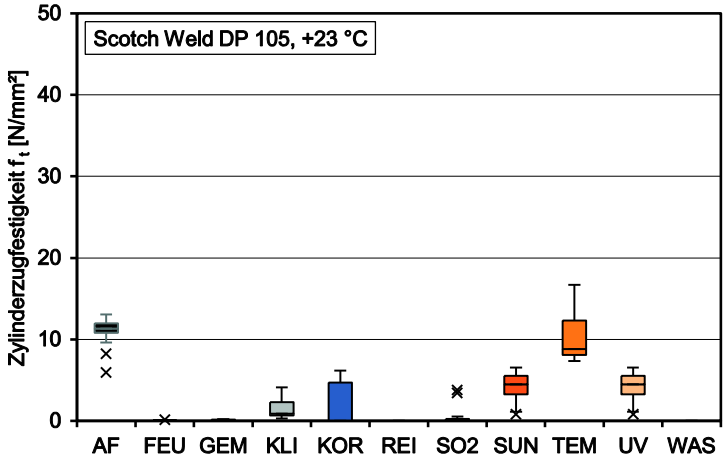


Bild 5.27
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Scotch-Weld DP 105 der Firma 3M.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Das Bild 5.28 stellt die Ergebnisse für den Klebstoff Scotch-Weld DP 110 dar. Die Bestimmung der Anfangsbruchfestigkeit ergibt ein 5 %-Fraktil der Festigkeit von 11,0 N/mm^2. Die Prüfkörper versagten überwiegend mit einem Mischbruch. Damit vergleichbar sind die Restbruchfestigkeiten für die Versuchsserien FEU, SUN, TEM und UV. Ihre 5 %-Fraktile der Festigkeit liegen zwischen 11,8 N/mm^2 und 13,3 N/mm^2 und das charakteristische Bruchbild für diese Stichproben ist der Mischbruch. Lediglich die Prüfkörper der Umweltsimulation TEM versagten zum Teil auch rein kohäsiv. Im Vergleich verringerte Restbruchfestigkeiten waren bei den Umweltsimulationen KLI, KOR und SO2 zu beobachten. Die 5 %Fraktile der Festigkeit lagen zwischen 4,1 N/mm^2 und 6,4 N/mm^2.

Die drei Versuchsserien GEM, REI und WAS beinhalteten jeweils mehrere Prüfkörper, die während der Umweltsimulation ohne Krafteinwirkung adhäsiv versagten. Daher konnte keine statistische Auswertung erfolgen.

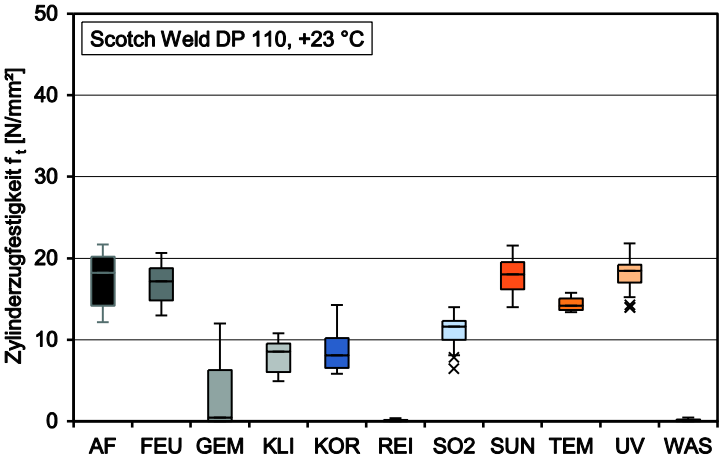


Bild 5.28
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff Scotch-Weld DP 110 der Firma 3M.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Die 5 %-Fraktile der Zylinderzugfestigkeit sind in Bild 5.29 und Bild 5.30 zusammengefasst. Der Zielwert stellt jene Grenze dar, die eine ausreichende Festigkeit berücksichtigt. Dieser Zielwert des 5 %-Fraktils der Anfangsbruchfestigkeit wurde mit 8,5 N/mm^2 festgelegt. Der untere Grenzwert bestimmt die mindestens notwendige Festigkeit. Der zugehörige untere Grenzwert liegt bei 4,8 N/mm^2. Nach der Prüfung der Anfangsbruchfestigkeit überschreiten vier Klebstoffe den Zielwert. Den unteren Grenzwert erreichen alle Klebstoffe.

Für die Restbruchfestigkeit nach Umweltsimulation soll der Zielwert des 5 %-Fraktils 6,4 N/mm^2 erreichen. Der untere Grenzwert des 5 %-Fraktils beträgt 3,6 N/mm^2. Bei der Bewertung der einzelnen Klebstoffe bleibt festzustellen, dass kein Klebstoff mit uneingeschränkter Beständigkeit identifiziert werden konnte. Alle Klebstoffe reagieren mehr oder weniger stark auf die Beanspruchung der unterschiedlichen Umweltsimulationsverfahren.

Die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit waren für den Klebstoff Araldite 2011 bei zwei Versuchsserien höher als der Zielwert von 6,4 N/mm^2. Für drei weitere Versuchsserien lagen sie zwischen dem unteren Grenzwert von 3,6 N/mm2 und dem Zielwert.

Beim Klebstoff Araldite 2020 überschritt das 5 %-Fraktil der Festigkeit in zwei Fällen den Zielwert. Bei den weiteren Versuchsserien lag es unterhalb des vorgegeben Grenzwerts.

Der Klebstoff Loctite Hysol 3430 erreichte nach sieben Umweltsimulationsverfahren 5 %-Fraktile der Festigkeit, die den Zielwert überstiegen. Die Ergebnisse der drei verbleibenden Versuchsserien überschritten den unteren Grenzwert nicht.

Nur einmal überstieg das 5 %-Fraktil der Festigkeit den Zielwert für den Klebstoff Loctite Hysol 9483. Weitere fünf Versuchsserien erreichten den unteren Grenzwert.

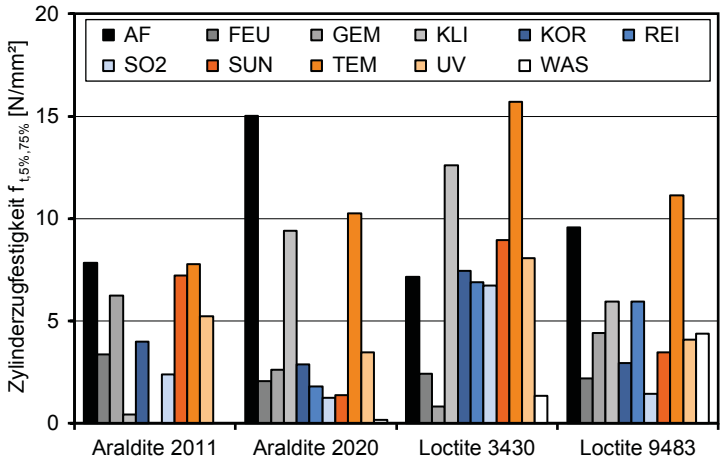


Bild 5.29
Zylinderzugversuch. Erster Teil des Vergleichs der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

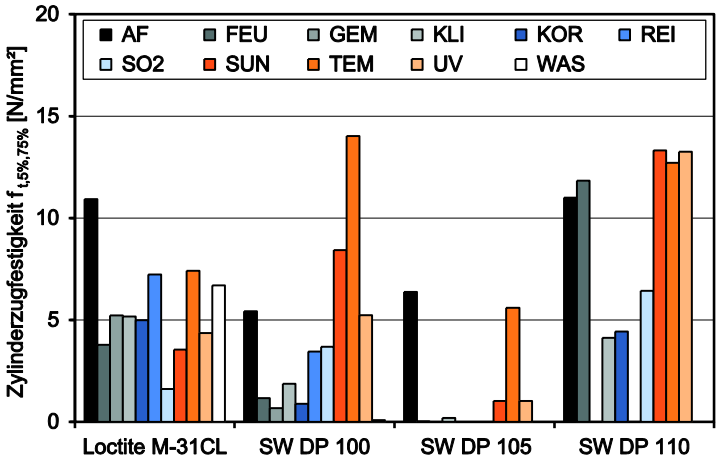


Bild 5.30
Zylinderzugversuch. Zweiter Teil des Vergleichs der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL waren nur bei drei Umweltsimulationsverfahren größer als der Zielwert. Allerdings lagen fünf weitere

5 %-Fraktile zwischen dem unterem Grenzwert und dem Zielwert.

Jeweils zwei Stichproben des Klebstoffs Scotch-Weld DP 100 erzielten Ergebnisse, die entweder größer als der Zielwert waren oder sich zwischen dem unteren Grenzwert und dem Zielwert ansiedelten.

Für den Klebstoff Scotch-Weld DP 105 erreichte nur eine Versuchsserie den unteren Grenzwert. Bei allen weiteren Stichproben dieses Klebstoffs befanden sich die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit unterhalb des Grenzwerts.

Beim Klebstoff Scotch-Weld DP 110 konnte nach fünf verschiedenen Umweltsimulationsverfahren ein 5 %-Fraktil der Festigkeit von mehr als 6,4 N/mm^2 beobachtet werden. Bei zwei weiteren Untersuchungen verblieb das 5 %-Fraktil der Festigkeit zwischen unterem Grenzwert und Zielwert.

Über alle Versuche betrachtet gab es drei Klebstoffe, bei denen einige Prüfkörper nach der Umweltsimulation nicht mehr prüfbar waren. Dadurch konnten die zugehörigen Versuchsserien statistisch nicht ausgewertet werden. Dies betraf die Klebstoffe Araldite 2011, Scotch-Weld DP 100 und Scotch-Weld DP 110.

Bei übergeordneter Betrachtung der Versuchsergebnisse ist festzustellen, dass nur in etwa einem Viertel aller Versuchsserien der Zielwert erreicht wurde. Bei einem weiteren Viertel lagen die Ergebnisse zwischen dem unteren Grenzwert und dem Zielwert. Bei etwas weniger als der Hälfte aller Stichproben wird der untere Grenzwert nicht erreicht oder die Versuchsserien sind statistisch nicht auswertbar.

Die Dauerhaftigkeit der Epoxidharzklebstoffe gegenüber Feuchtigkeit und Schadmedien ist nur bedingt gegeben. Nur bei acht von 56 Versuchsserien, die in diese Zuordnung fallen, wurde der Zielwert überschritten. In nur 12 weiteren Fällen konnte der untere Grenzwert erreicht werden. Entsprechend hoch war die Anzahl der Stichproben, die kein ausreichendes 5 %-Fraktil der Festigkeit erzielten. So lagen bei den Umweltsimulationen FEU und WAS jeweils sechs Klebstoffe unterhalb des Grenzwerts. Bei den Versuchsserien GEM, REI und SO2 war das Resultat mit jeweils fünf Klebstoffen ähnlich schlecht.

Im Vergleich mit den weiteren Untersuchungsergebnissen fällt die Umweltsimulation TEM besonders auf. Die dauerhaft erhöhte Temperatur wirkt sich erkennbar positiv auf die Restbruchfestigkeit aus. Sieben Epoxidharzklebstoffe überschreiten nach dieser Beanspruchung den gewünschten Zielwert. Bei fünf Klebstoffen liegen die Werte der Restbruchfestigkeit sogar oberhalb der Werte der Anfangsbruchfestigkeit.

Bei den Versuchsserien SUN und UV führte die Beanspruchung mit künstlichem Licht nur teilweise zu guten Restbruchfestigkeiten. Nach der Umweltsimulation SUN überstieg das 5 %-Fraktil der Festigkeit für vier Klebstoffe den Zielwert. Bei den weiteren vier Klebstoffen wurde hingegen der untere Grenzwert nicht erreicht. Das Umweltsimulationsverfahren UV führt in zwei Fällen zur Überschreitung des Zielwerts sowie bei fünf weiteren Fällen zur Überschreitung des unteren Grenzwertes.

5.4.2 Lichttechnische Eigenschaften und visuelle Beurteilung des Erscheinungsbilds

Das Erscheinungsbild der Epoxidharze ist, mit Ausnahme der Produkte Araldite 2011 und Scotch-Weld DP 110, farbneutral und klar. Der Klebstoff Araldite 2011 ist transparent. Allerdings tendiert seine Farbe ins Gelbliche. Der Klebstoff Scotch-Weld DP 110 ist bei einer Klebschichtdicke von 1 mm nur noch transluzent. Das Erscheinungsbild kann als elfenbeinfarben beschrieben werden.

Das Bild 5.31 und das Bild 5.32 zeigen die spektrale Verteilung der Transmissionsmessung. Der dargestellte Spektralbereich umfasst neben der UV-A- und UV-B-Strahlung (280 nm bis 380 nm) auch das sichtbare Licht (380 nm bis 780 nm). Die leicht farbigen Klebstoffe Araldite 2011 und Scotch-Weld DP 110 fallen durch einen abweichenden Kurvenverlauf auf. Dabei absorbiert der Klebstoff Araldite 2011 bis etwa 500 nm große Teile der ultravioletten Strahlung und des sichtbaren Lichts. Der Klebstoff Scotch-Weld DP 110 absorbiert die ultraviolette Strahlung fast vollständig. Auch im verbleibenden Spektralbereich des sichtbaren Lichts kommt es zu einer deutlichen Abminderung der Transmission. Darüber hinaus fällt der Klebstoff Scotch-Weld DP 100 durch seinen hohen Absorptionsgrad bei ultravioletter Strahlung auf.

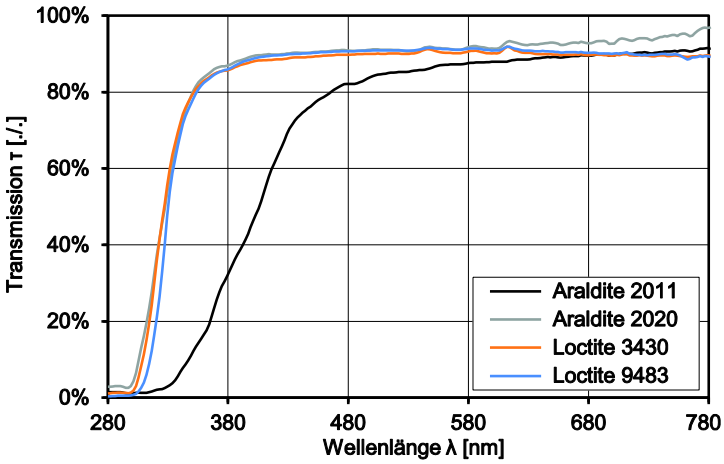


Bild 5.31
Erster Teil des Vergleichs der Transmissionsmessungen im ungealterten Zustand.

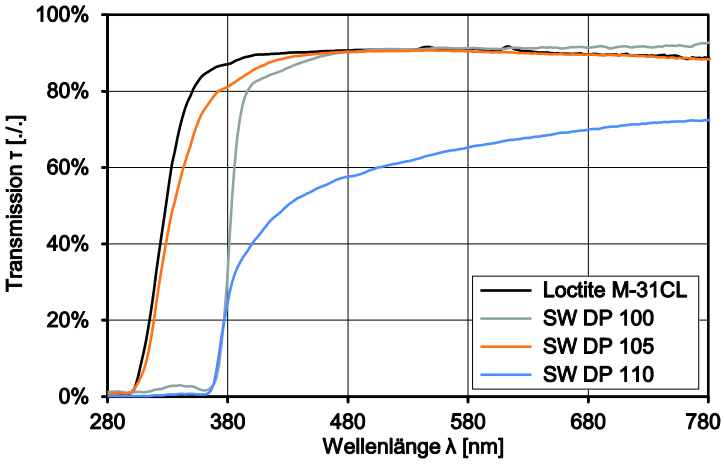


Bild 5.32
Zweiter Teil des Vergleichs der Transmissionsmessungen im ungealterten Zustand.

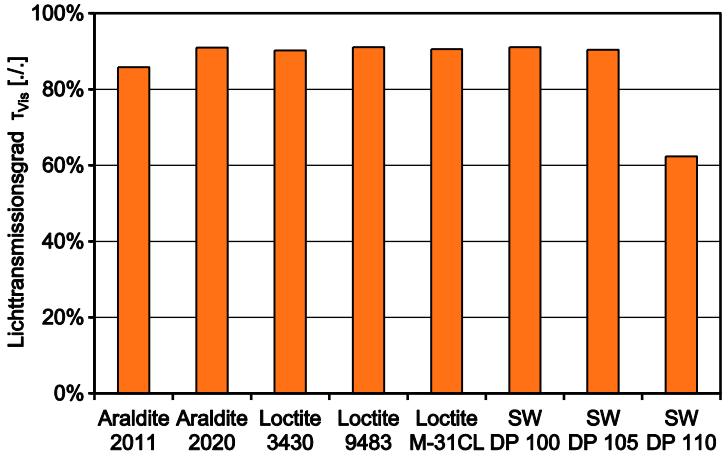


Bild 5.33
Transmissionsmessung. Vergleich der Lichttransmissiongrade im ungealterten Zustand.

Im Bild 5.33 sind die rechnerisch bestimmten Lichttransmissionsgrade zusammengefasst. Der überwiegende Teil der Klebstoffe übersteigt den Zielwert für den Lichttransmissionsgrad von 90 %. Die Lichttransmissionsgrade für die Klebstoffe Araldite 2011 und Scotch-Weld DP 110 betragen 86 % beziehungsweise 62 %.

Neben der Dauerhaftigkeit der Klebverbindung in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften wurde die Beständigkeit der optischen Eigenschaften und des Erscheinungsbilds untersucht. Die angegebene Änderung der relativen Transmission stellt den Quotienten aus der ermittelten Transmission nach der Umweltsimulation und der ermittelten Transmission vor der Umweltsimulation dar. Die Tafel 5.6 beinhaltet die durch die Umweltsimulationen hervorgerufenen Änderungen. In Tafel 5.7 sind darüber hinaus die Ergebnisse der visuellen Beurteilung zusammengestellt, wobei für die Fehlerbilder die in Tafel 4.4 eingeführten Abkürzungen Verwendung finden. Nachfolgend werden die einzelnen Klebstoffe hinsichtlich der durch die Umweltsimulationsverfahren hervorgerufenen Änderungen beschrieben.

Nach der Umweltsimulation REI war für den Klebstoff Araldite 2011 eine großflächige Delamination (Fehlerart D) am Prüfkörper zu beobachten. Der Klebstoff reagierte auf die Umweltsimulationen SUN, TEM und UV mit einer deutlichen Farbabweichung (Fehlerart V). Für diese Versuche verblieben nach den Umweltsimulationen 88 % beziehungsweise 89 % der anfänglichen relativen Transmission. Sie lagen damit unterhalb des unteren Grenzwertes von 95 %. Die anderen Umweltsimulationsverfahren führten zu keiner nennenswerten Änderung der relativen Transmission. Die Ergebnisse lagen innerhalb des Zielbereichs von 98 % bis 102 %.

Änderungen des Erscheinungsbilds sind für den Klebstoff Araldite 2020 in drei Fällen zu beobachten. Deutliche Farbabweichungen ergaben sich infolge der Umweltsimulationen SUN und UV. Nach diesen Umweltsimulationen reduzierten sich die Werte der relativen Transmission auf 88 % und 82 % des Ursprungswerts. Eine geringfügige Farbabweichung (Fehlerart v) betraf die Versuchsserie TEM. Dabei ergab sich durch die Umweltsimulation einen Quotienten der relativen Transmission von 97 %. In den weiteren Versuchsserien blieb der Klebstoff unauffällig.

Bezeichnung	FEU	GEM	KLI	KOR	REI	SO2	SUN	TEM	UV	WAS
Araldite 2011	101 %	98 %	98 %	100 %	98 %	100 %	88 %	89 %	89 %	101 %
Araldite 2020	101 %	100 %	97 %	98 %	101 %	100 %	88 %	97 %	82 %	99 %
Loctite Hysol 3430	100 %	99 %	98 %	100 %	98 %	100 %	72 %	98 %	74 %	100 %
Loctite Hysol 9483	101 %	100 %	98 %	100 %	100 %	100 %	80 %	99 %	76 %	100 %
Loctite Hysol M-31CL	101 %	101 %	98 %	101 %	100 %	100 %	86 %	97 %	75 %	101 %
Scotch-Weld DP 100	101 %	96 %	84 %	101 %	99 %	99 %	55 %	82 %	63 %	96 %
Scotch-Weld DP 105	94 %	–	97 %	96 %	–	92 %	96 %	100 %	83 %	–
Scotch-Weld DP 110	105 %	101 %	97 %	102 %	99 %	99 %	73 %	107 %	77 %	103 %

Tafel 5.6
Quotient der relativen Transmissionen vom gealterten Prüfkörper zum ungealterten Prüfkörper.

Bezeichnung	FEU	GEM	KLI	KOR	REI	SO2	SUN	TEM	UV	WAS
Araldite 2011	v*	v*	v*	v*	D, v*	v*	V	V	V	v*
Araldite 2020	–	–	–	–	–	–	V	v	V	–
Loctite Hysol 3430	–	–	–	–	–	–	V	v	V	–
Loctite Hysol 9483	–	–	–	–	–	–	V	–	V	–
Loctite Hysol M-31CL	–	–	–	–	–	–	V	v	V	–
Scotch-Weld DP 100	d, v	d, V	V	d	d, V	v	V	V	V	d, V
Scotch-Weld DP 105	D	**D**	D	D	**D**	D	v	–	V	**D**
Scotch-Weld DP 110	v*	d, v*	v*	v*	d, V	T, v*	T, V	v*	V	d, v*

Tafel 5.7
Ergebnisse der visuellen Beurteilung des Erscheinungsbildes. Dokumentation der Fehlerbilder und Farbänderungen infolge der Umweltsimulationen.[320]

Die Klebstoffe Loctite Hysol 3430, Loctite Hysol 9483 und Loctite Hysol M-31CL waren hinsichtlich ihrer Beständigkeit gegenüber den Umweltsimulationen miteinander vergleichbar. Die Änderungen des optischen Erscheinungsbilds betrafen die Versuchsserien SUN, TEM und UV. Die dauerhaft erhöhte Temperatur des Verfahrens TEM führte bei zwei

[320] Die Klebstoffe Araldite 2011 und Scotch-Weld DP 110 sind nicht farblos. Die mit (*) gekennzeichneten Proben weisen keine Farbveränderung zur Grundfarbe der nicht gealterten Referenzprobe auf.

Klebstoffen zu geringfügigen Farbabweichungen. Mit einer Verringerung der Transmission auf 97 % des Ausgangswertes lag nur der Klebstoff Loctite Hysol M-31CL unterhalb des Zielwerts. Hingegen reagierten alle drei Klebstoffe auf die Beanspruchung mit künstlichem Licht mit deutlichen Farbabweichungen. Die Werte der relativen Transmission lagen in einem Bereich von 72 % bis 86 % verglichen mit den ursprünglichen Messergebnisse. Bei den verbleibenden Versuchsserien war keine Veränderung erkennbar.

Der Klebstoff Scotch-Weld DP 100 reagierte auf alle Beanspruchungen, mit Ausnahme der Umweltsimulation KOR, mit mehr oder minder stark ausgeprägten Farbabweichungen. Am deutlichsten ausgeprägt war die Veränderung durch die Bestrahlung mit künstlichem Licht. Die zu Beginn klaren und farbneutralen Prüfkörper änderten bei den Versuchsserien SUN und UV ihre Farbe nach Braun. Darüber hinaus wurde in fünf Fällen eine geringfügige Delamination festgestellt.

Bei sieben Versuchsserien mit dem Klebstoff Scotch-Weld DP 105 traten großflächige Delaminationen auf. Dabei delaminierten die Prüfkörper während der Durchführung von drei dieser Umweltsimulationsverfahren sogar vollständig (Fehlerart **D**). Eine Bestimmung der Lichttransmission war daher nicht mehr möglich. Des Weiteren waren bei der Versuchsserie SUN geringfügige Farbabweichungen und bei der Versuchsserie UV deutliche Farbabweichungen erkennbar. Die Transmission, soweit messbar, verringerte sich auf 83 % bis 97 % der ursprünglichen Transmission. Lediglich bei der Versuchsserie TEM wurde keine Beeinträchtigung des Erscheinungsbilds wahrgenommen und die gemessene Transmission entsprach dem Ausgangszustand.

Der Klebstoff Scotch-Weld DP 110 ist nicht farblos und wirkt in der Nenndicke der Klebschicht von 1 mm opak. Deutliche Abweichungen vom ursprünglichen farblichen Erscheinungsbild waren nach den Umweltsimulationsverfahren SUN und UV zu erkennen. Die relative Transmission der Prüfkörper reduzierte sich auf 73 % beziehungsweise 77 % des Ausgangswertes. Auch die Umweltsimulation REI führte neben einer geringfügigen Delamination zu einer deutlichen Farbabweichung. Allerdings war diese durch die Auswertung der relativen Transmission kaum nachzuvollziehen. Geringfügige Delaminationen waren auch für die Versuchsserien

GEM und WAS zu verzeichnen. Änderungen der Homogenität der Erscheinungsbilder durch Trübung (Fehlerart T) waren an den Prüfkörpern nach der Umweltsimulation SO2 und SUN gegeben. Bei der weiteren Beurteilung des visuellen Erscheinungsbilds waren für die Umweltsimulationen FEU, KLI, KOR und TEM keine nennenswerten Abweichungen im Vergleich mit der nicht gealterten Referenz erkennbar. Bei der Bestimmung der Lichttransmission dieser Prüfkörper waren sowohl die Zunahme als auch die Abnahmen der Ergebniswerte zu verzeichnen. Am deutlichsten fiel die Änderung bei der Umweltsimulation TEM aus. Dabei wurde eine Zunahme der Transmission auf 107 % des Werts im ungealterten Zustand erreicht.

5.5 Bewertung und Klebstoffauswahl

In der nachfolgenden Tafel 5.8 ist die Auswertung der Nutzwertanalyse[321] nach Themenfeldern geordnet zusammengefasst. Die Tafel 5.9 setzt die Ergebnisse der Nutzwertanalyse ins Verhältnis zu den maximal erreichbaren Punkten und stellt damit ein Maß für die prozentuale Zielerfüllung dar. Im Themenfeld „Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe“ schnitt der Klebstoff Araldite 2011 mit 3,4 Punkten am besten ab. Dies entspricht einer Zielerfüllung von 85 % für dieses Themenfeld. Gefolgt wird er von den Klebstoffen Loctite Hysol M-31CL mit 2,8 Punkten (70 % Zielerfüllung) sowie Loctite 9483 mit 2,5 Punkten (63 % Zielerfüllung).

Drei Klebstoffe erreichen im Themenfeld „Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen“ die volle Punktzahl von 10,0 Punkten. Bei diesen drei Klebstoffe handelt es sich um Araldite 2020, Loctite Hysol 9483 und Loctite Hysol M-31CL.

Alle Klebstoffe zeigen eine deutliche Temperaturabhängigkeit ihrer Eigenschaften. Mit 5,6 Punkten (56 % Zielerfüllung) erreicht der Klebstoff Loctite Hysol M-31CL das beste Ergebnis im Themenfeld „Thermische Stabilität der Klebstoffe“. Den zweitbesten Wert erzielt der Klebstoff Loctite Hysol 9483 mit 5,1 Punkten (51 % Zielerfüllung). Mit jeweils 4,0 Punkten (40 % Zielerfüllung) belegen die Klebstoffe Araldite 2020 und Scotch-Weld DP 100 den dritten Rang in diesem Themenfeld.

[321] Vergleiche hierzu Kapitel 5.2.

Die besten Ergebnisse im Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindung“ erreichen die drei Loctite Hysol Klebstoffe. Der Klebstoff Loctite Hysol 3430 schneidet mit 10,3 Punkten (64 % Zielerfüllung) geringfügig besser ab als Loctite Hysol M-31CL mit 10,2 Punkten (64 % Zielerfüllung) und Loctite Hysol 9483 mit 10,0 Punkten (63 % Zielerfüllung).

Themenfeld	Araldite 2011	Araldite 2020	Loctite 3430	Loctite 9483	Loctite M-31CL	SW DP 100	SW DP 105	SW DP 110
Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe	3,4	1,6	2,0	2,5	2,8	1,9	1,5	1,6
Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen	4,2	10,0	9,3	10,0	10,0	8,3	4,9	4,8
Thermische Stabilität der Klebstoffe	2,4	4,0	3,0	5,1	5,6	4,0	1,9	2,8
Beständigkeit der Klebverbindungen	5,4	7,1	10,3	10,0	10,2	3,3	1,8	6,2
Nutzwert	15,4	22,7	24,6	27,6	28,6	17,5	10,1	15,4

Tafel 5.8
Übersicht der Nutzwertanalyse geordnet nach Themenfeldern.

Themenfeld	Araldite 2011	Araldite 2020	Loctite 3430	Loctite 9483	Loctite M-31CL	SW DP 100	SW DP 105	SW DP 110
Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe	85 %	40 %	50 %	63 %	70 %	48 %	38 %	40 %
Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen	42 %	100 %	93 %	100 %	100 %	83 %	49 %	48 %
Thermische Stabilität der Klebstoffe	24 %	40 %	30 %	51 %	56 %	40 %	19 %	28 %
Beständigkeit der Klebverbindungen	34 %	44 %	64 %	63 %	64 %	21 %	11 %	39 %
Zielerfüllung	39 %	57 %	62 %	69 %	72 %	44 %	25 %	39 %

Tafel 5.9
Übersicht der prozentualen Zielerfüllung innerhalb der Nutzwertanalyse geordnet nach Themenfeldern.

Der Nutzwert für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL beträgt 28,6. Dies entspricht einer Zielerfüllung von 72 %. Da dieser Klebstoff im Vergleich mit den anderen Klebstoffen das beste Ergebnis innerhalb der Nutzwertanalyse erhält, werden die weiteren Untersuchungen mit diesem Klebstoff durchgeführt. Abgeleitet aus den bisherigen Resultaten konzentrieren sich die weiterführenden Untersuchungen vor allem auf die thermische Stabilität des Klebstoffs und auf die Beständigkeit der Klebverbindung.

6 Verarbeitungsbedingungen

6.1 Klebstoffhärtung

6.1.1 Reaktionsabläufe

Die Harzkomponente des ausgewählten Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL besteht aus dem Diglycidylether des Bisphenol-A (DGEBA). Die Härterkomponente des Klebstoffs enthält das Diamin 4,7,10-Trioxa-1,13-tridecandiamin (TTDD). Dieser Härter besitzt endständig zwei primäre Aminogruppen[322]. Der wesentliche Reaktionsmechanismus, welcher der Klebstoffhärtung zugrunde liegt, wird in Kapitel 3.2.2 beschrieben. Die beiden Hauptreaktionen der Aminhärtung sind in Bild 6.1 und Bild 6.2 dargestellt. Bei der ersten Reaktion zwischen der Epoxidgruppe und der primären Aminogruppe entstehen eine Hydroxylgruppe und eine sekundäre Aminogruppe. Durch eine erneute Reaktion mit einer weiteren Epoxidgruppe geht die sekundäre Aminogruppe in eine tertiäre Aminogruppe über. Dabei bildet sich eine weitere Hydroxylgruppe.[323]

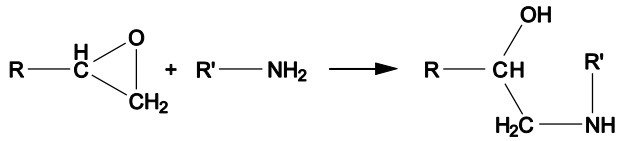


Bild 6.1
Aminhärtung mit Übergang vom primären zum sekundären Amin. Vergleiche May 1988, Seite 293 ff.

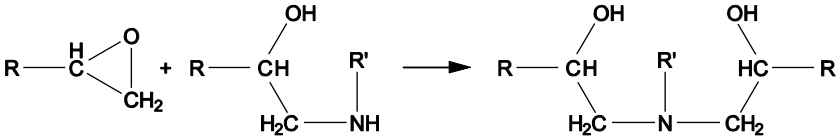


Bild 6.2
Aminhärtung mit Übergang vom sekundären zum tertiären Amin. Vergleiche May 1988, Seite 293 ff.

Der Ablauf dieser beiden Reaktionen kann gut an der Entwicklung des jeweiligen Anteils der Amine abgelesen werden. Das Bild 6.3 zeigt beispielhaft den Verlauf der Härtung

[322] Amine werden abhängig von der Anzahl der Wasserstoffatome, die durch eine organische Molekülgruppe (R) ausgetauscht wurden, in primäre ($R–NH_2$), sekundäre (R–NHR) und tertiäre Amine ($R–NR_2$) unterschieden.

[323] Vergleiche weiterführend Barton 1985, Dusek 1986, Lüttgert 1976, May 1988, Petrie 2006, Rozenberg 1985.

eines Epoxidharz-Diamin-Systems[324]. Die erste Reaktion (Bild 6.1) wird bei Reaktionsbeginn bevorzugt und führt zur Bildung und Verlängerung der Polymerketten. Die Netzwerkbildung wird durch die verzögert einsetzende zweite Reaktion (Bild 6.2) erreicht, da hierbei bis zu vier Epoxidgruppen mit dem Diamin reagieren können.

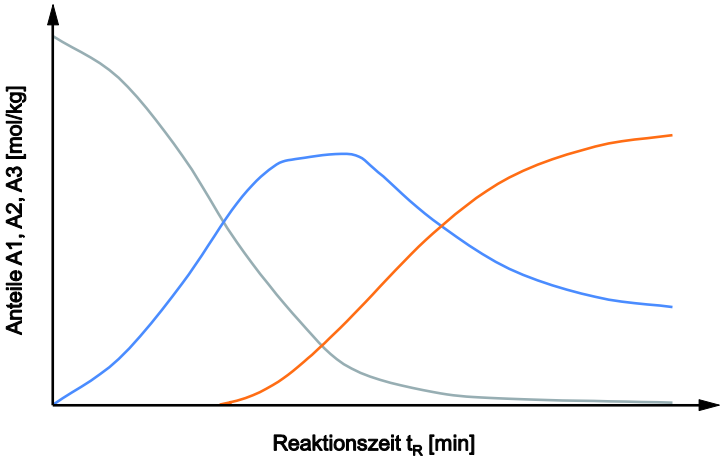


Bild 6.3
Typische Entwicklung des Anteils der primären (A1 graue Linie), sekundären (A2 blaue Linie) und tertiären (A3 orange Linie) Amine während der Härtung von DGEBA mit Diamin. Vergleiche Gonzalez 2003, Seite 115.

In geringerem Umfang sind auch Nebenreaktionen der Epoxidgruppe und der Hydroxylgruppe möglich. Die Etherbildung (Bild 6.4) wurde vor allem bei hohen Temperaturen oder einem Überschuss der Harzkomponente beobachtet und hängt zusätzlich von der Funktionalität des Amins ab. Ein nennenswerter Überschuss an Epoxidgruppen[325] ist bei kommerziell erhältlichen kalthärtenden Systemen nicht zu erwarten.[326]

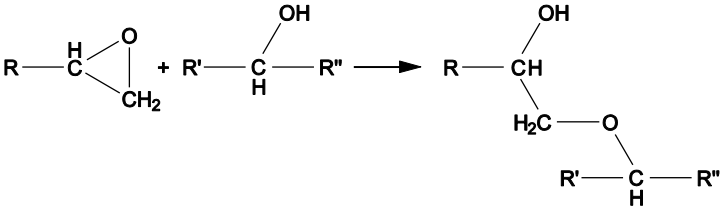


Bild 6.4
Etherbildung als Nebenreaktion der Epoxidharzhärtung. Vergleiche May 1988, Seite 293 ff.

[324] Dargestellt ist die Härtung des Harzes DGEBA mit dem Härter m-Xylylendiamin bei einer Temperatur von +80 °C. Vergleiche Gonzalez 2003, Seite 115.

[325] Grundsätzlich ist davon auszugehen, dass das Verhältnis der Funktionalitäten von Harz und Härter aufeinander abgestimmt ist. Sinnvollerweise stehen die beiden Komponenten in einem stöchiometrischen korrekten Verhältnis zueinander. Ein Überschuss an Harz und damit auch an Epoxidgruppen ist schon aufgrund einer möglichen Gesundheitsgefährdung nicht anzunehmen.

[326] Vergleiche beispielsweise May 1988, Seite 293 ff.

6.1.2 Härtungstemperatur und Reaktionsdauer

Der Einfluss der Härtungstemperatur und der Reaktionsdauer auf den Reaktionsverlauf zweikomponentiger Epoxidharzklebstoffe lässt sich anhand eines Time-Temperature-Transformation-Diagramms[327] (TTT-Diagramm) erläutern. Die morphologischen Phasen, die der Klebstoff während der Härtung durchläuft, werden als Sol[328], Sol-Gel[329] und Gel[330] bezeichnet. Charakteristische Kurven innerhalb des TTT-Diagramms sind die Gellinie[331], die maximale Aushärtegradlinie[332] sowie die Glasübergangslinie[333].

In Bild 6.5 sind drei Fälle der isothermen Härtung als gestrichelte Linien markiert. Im ersten Fall liegt der Klebstoff nach Mischung als flüssiges Sol vor. Die Härtungsreaktion ist zu

[327] Dem TTT-Diagramm liegt die theoretische Annahme einer isothermen Härtungstemperatur zugrunde. Die Bezeichnung Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (ZTU) ist für Reaktionsharze ungebräuchlich. Vergleiche Wacker 2010.

[328] Als Sol (englisch: sol ursprünglich abgeleitet von solution = „Lösung“) wird die flüssige oder glasartige Phase der Harz-Härter-Mischung bezeichnet, bei dem eine vollständige Extraktion der Bestandteile in Lösungsmittel möglich ist. Vergleiche Wacker 2010.

[329] Das Sol-Gel besteht aus einer Mischung löslicher und unlöslicher makromolekularer Teile beim Übergang zwischen den Phasen Sol und Gel während der Vernetzung. Vergleiche Wacker 2010.

[330] Als Gel wird die morphologische Phase definiert, bei der das Reaktionsharz den maximalen Aushärtegrad erreicht hat und vollständig unlöslich ist. Vergleiche Wacker 2010.

[331] Die Gellinie entsteht durch die Verbindung von isothermal bestimmten Gelierzeitpunkten. Der Gelierzeitpunkt ist auf makromolekularer Ebene mit der Bildung vereinzelter großformatiger Moleküle verbunden. In der Theorie geht man von einem „unendlichen Netzwerk“ aus. Aus phänomenologischer Sicht ist der Gelierzeitpunkt durch einen signifikanten Anstieg der Viskosität und den Verlust der Fließfähigkeit gekennzeichnet, so dass nicht mehr von einem Sol ausgegangen werden kann. Die Definition des Gelierzeitpunkts variiert in Abhängigkeit von den verwendeten Prüfverfahren. Vergleiche Wacker 2010 sowie hinsichtlich der Prüfverfahren die Normen ASTM D 4473, DIN 16945, EN ISO 9396.

[332] Die Aushärtegradlinie kennzeichnet abhängig von der Härtungstemperatur den Zeitpunkt, zu welchem ein bestimmter prozentualer Umsatz erreicht wird. Als maximaler Aushärtegrad wird der praktisch erreichbare Zustand beschrieben, bei dem keine löslichen Bestandteile mehr vorliegen. Vergleiche Wacker 2010.

[333] Die Glasübergangstemperatur steigt mit fortlaufender Härtungsreaktion an. Die Glasübergangslinie stellt dabei die Verbindung jener Zeitpunkte dar, bei denen die isotherme Härtungstemperatur und die Glasübergangstemperatur des gegenwertigen Aushärtegrades den gleichen Wert annehmen. Sie trennt den glasartigen, energieelastischen Bereich vom flüssigen bzw. entropieelastischen Bereich.

Beginn chemisch kontrolliert und autokatalytisch[334]. Sie verläuft infolge der vergleichsweise geringen Härtungstemperatur mit reduzierter Umsatzrate. Mit fortschreitender Reaktionsdauer geht der Klebstoff – noch vor Erreichen des Gelierpunkts – in ein glasartiges Sol über. Durch diese Verglasung oder auch Vitrifizierung kommt es zur Einschränkung der Teilchenbewegung und die Umsatzrate der Härtereaktion reduziert sich deutlich.

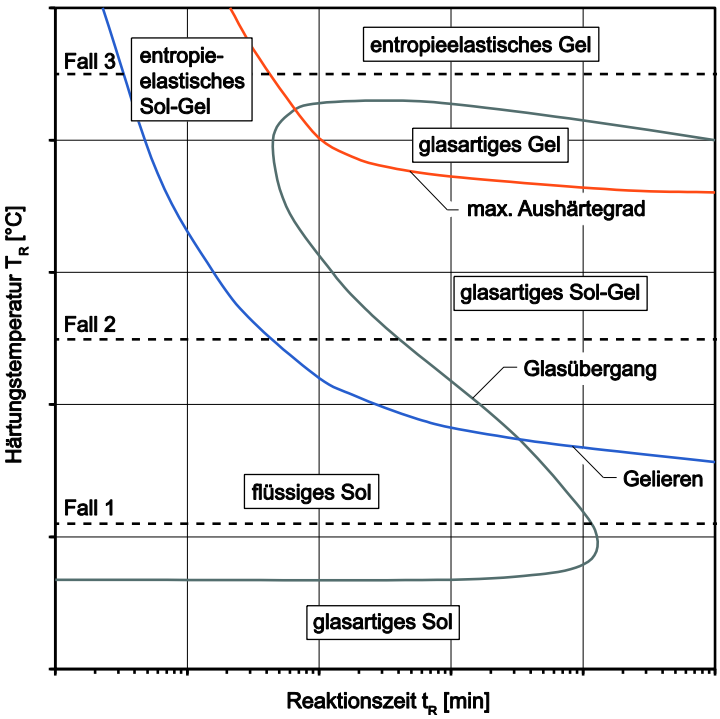


Bild 6.5
Schematische Darstellung der Härtung von Reaktionsharzen als TTT-Diagramm. Vergleiche Wacker 2010, Seite 2.

Der zweite Fall ist typisch für die Härtungsreaktion von kalthärtenden Systemen bei Raumtemperatur. Der Klebstoff geht nach Erreichen des Gelierpunkts von einem flüssigen Sol zu einem Sol-Gel im entropieelastischen Zustand über. Die Umsatzrate wird hierdurch nicht oder kaum beeinflusst. Mit voranschreitender Vernetzung erreicht der Klebstoff die Glasübergangslinie. Erst nach Erstarren des Klebstoffs und dem Übergang zu einem glasartigen Sol-Gel sinkt die Umsatzrate. Die Härtungsreaktion ist in dieser Phase diffusions-

[334] Bei autokatalytischen (griechisch: autós… = „selbst…“ und …katalýein = „…auflösen“) chemischen Reaktionen entsteht ein Produkt, dass katalytisch (beschleunigend) auf die Reaktion wirkt. Im Falle der Epoxidharz-Amin-Reaktion sind dies die entstehenden Hydroxylgruppen. Vergleiche May 1988, Seite 1131 f.

kontrolliert. Der maximale Aushärtegrad und damit verbunden der Übergang zum glasartigen, energieelastischen Gel wird, wenn überhaupt, nur nach entsprechend langer Reaktionszeit erreicht.

Im dritten Fall liegt die Härtungstemperatur über der höchstens erreichbaren Glasübergangstemperatur. Für kalthärtende Systeme reicht hier in der Regel eine moderate Temperaturerhöhung. Für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL liegt diese Temperatur bei etwa +70 °C. Die moderate Temperaturerhöhung führt zu einer Beschleunigung der ablaufenden Reaktionen. Nach vergleichsweise kurzer Zeit geht das flüssige Sol in ein Sol-Gel im entropieelastischen Zustand über, um nach maximaler Aushärtung ein Gel zu werden.

Der letztgenannte Fall wird grundsätzlich bevorzugt, um eine unter praktischen Bedingungen möglichst vollständige Härtung in einer vertretbaren Zeitspanne zu realisieren. Dabei wird innerhalb dieser Arbeit auf Härtungstemperaturen oberhalb von +80 °C verzichtet, um Nebenreaktionen während der Härtung sowie mechanische Spannungen innerhalb der Klebschicht infolge thermischer Ausdehnung der Substrate und Schwindung des Klebstoffs so weit wie möglich zu vermeiden.

6.1.3 Experimentelle Untersuchungen

Die Aushärtebedingungen werden auf Grundlage der nachfolgend vorgestellten experimentellen Untersuchungen festgelegt. Die infrarotspektrometrische Analyse (IR-ATR-Verfahren) ermöglicht die direkte Verfolgung der Reaktionsabläufe als Funktion der Zeit. Als indirekte Methoden gelten die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) und die dynamisch-mechanische Analyse (DMA). Für die Bewertung werden die Zusammenhänge zwischen kalorimetrischen Phänomenen und der Reaktionskinetik beziehungsweise die Wechselwirkung zwischen dem Vernetzungsgrad und der Temperaturlage des Glasübergangs herangezogen.

Die Fourier-Transformations-Infrarot-Spektrometrie[335,336] (FTIR) gehört zu den molekülspektrometrischen Methoden. Analytisch wird dabei die Wechselwirkung zwischen der elektromagnetischen Strahlung – hier im Spektralbereich der infraroten Strahlung – und dem untersuchten Molekül genutzt. Eine erweiterte Technik der FTIR-Spektrometrie stellt die abgeschwächte Totalreflexion (ATR)[337,338] dar, die häufig bei der Analyse von schwierig zu präparierenden Feststoffen zum Einsatz kommt. Sie ermöglicht in Kombination mit einer beheizbaren Platte die direkte Verfolgung der isothermen Härtungsreaktion. Verfahrensbedingt wurde die IR-ATR-Messung nur für den Spektralbereich der mittlere infraroten Strahlung (Wellenzahlbereich von 4000 cm^{-1} bis 200 cm^{-1}) angewendet[339]. Als charakteristische Schwingungsbanden bei der Betrachtung der Epoxidharz-Amin-Reaktion sind der Wellenzahlbereich von 950 cm^{-1} bis 815 cm^{-1} für die Epoxidgruppe[340], der Wellenzahlbereich von 3.500 cm^{-1} bis 3.200 cm^{-1} für die Hydroxylgruppe[341] sowie der Wellenzahlbereich von 3.500 cm^{-1} bis 3.300 cm^{-1} für die primären und sekundären Amine[342] zu nennen.

335 Durch die Absorption der infraroten Strahlung werden innerhalb der Molekülstruktur Rotationen und Schwingungen ausgelöst. Das entstehende Spektrum weist für die Molekülstruktur charakteristische Absorptionsbanden auf. Die Lage und Intensität der Absorptionsbanden ermöglichen Rückschlüsse auf die einzelnen Strukturelemente wie beispielsweise Einfach- und Mehrfachverbindungen, funktionelle Gruppen oder aliphatische und aromatische Verbindungen. Somit gelingt in vielen Fällen die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung des untersuchten Materials. Vergleiche weiterführend Günzler 2003, Skoog 2013, Seite 427 ff.

336 Die FTIR-Spektrometrie nutzt anstelle eines Prismen- oder Gittermonochromators ein so genanntes Michelson-Interferometer. Anschließend an die Strahlenteilung durch das Interferometer folgt die wellenlängenabhängige Strahlungsmodulation mithilfe beweglicher Spiegel. Aufgrund der Zweistrahlinterferenz werden die Interferogramme erzeugt. Aus diesen lassen sich durch eine Fouriertransformation die gewünschten Absorptionsspektren berechnen. Vergleiche weiterführend beispielsweise Skoog 2013, Seite 435 ff.

337 Vergleiche weiterführend Günzler 2003, Seite 123 ff., Skoog 2013, Seite 464 ff.

338 Das verwendete FTIR-Spektrometer verfügt über eine ATR-Einheit mit beheizbarer Platte und erlaubt hierdurch die zeitaufgelöste Spektralanalyse der isothermen Härtung. Vergleiche PERKIN ELMER 2007.

339 Bei der Untersuchung der Härtung des anfangs flüssigen Klebstoffs muss auf den bei Feststoffen üblichen Anpressdruck während der Analyse verzichtet werden. Dadurch kann sich der Klebstoff möglicherweise während der Härtung vom Diamanten lösen. Dies führt dann zu veränderter Intensität und zur Verzerrung der Banden gegenüber herkömmlichen Absorptionsspektren. Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 113 ff.

340 Vergleiche Pretsch 2010, Seite 294.

341 Vergleiche Pretsch 2010, Seite 291.

342 Vergleiche Pretsch 2010, Seite 296 f.

Nachfolgend werden die Ergebnisse der zeitlich aufgelösten spektrometrischen Untersuchungen für verschiedene Härtungstemperaturen vorgestellt. Untersucht wurden die Temperaturen +40 °C, +60 °C und +80 °C. Die Reaktionszeit wurde auf höchstens 300 Minuten beschränkt. Bei der Auswertung der spektrometrischen Untersuchungen wurde wie erwartet festgestellt, dass sich die Banden der Hydroxylgruppe und der Amine überlagern. Allerdings ist die Bande der Hydroxylgruppe in ihrer Intensität deutlich ausgeprägter, so dass an dieser Stelle im Spektrum die Entstehung der Hydroxylgruppen nicht aber die Reaktion der Amine während der Härtung beobachtet werden konnte. Das Diagramm in Bild 6.6 zeigt den Einfluss der Härtungstemperatur auf die zeitliche Entwicklung des Reaktionsumsatzes[343].

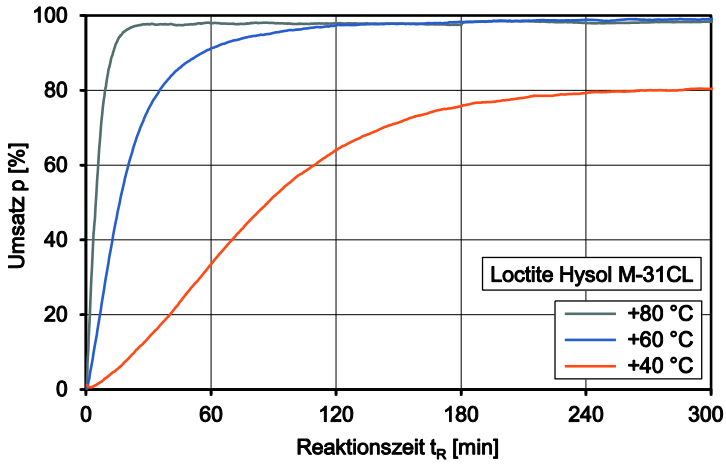


Bild 6.6
Zeitlicher Verlauf des Umsatzes in Abhängigkeit von der Härtungstemperatur für den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL. Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 115 und Weller 2011, Seite 673.

Wie die Ergebnisse zeigen, lässt sich die Härtung des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL mit ansteigender Temperatur beschleunigen. Die Erhöhung der Temperatur auf +40 °C genügt allerdings nicht, um während der untersuchten Reaktionsdauer einen vollständigen Umsatz zu erreichen. Im Laufe der Aushärtung übersteigt die Glasübergangstemperatur die Härtungstemperatur. Dies hat deutlich erkennbare

[343] Das dargestellte Diagramm wurde aus der Dissertation C. Kothe 2013, Seite 115 entnommen. Der Reaktionsumsatz wurde mithilfe des Flächeninhalts der Hydroxylbande berechnet. Dabei wurden der Flächeninhalt der Bande zum jeweiligen Reaktionszeitpunkt mit dem Flächeninhalt der Bande bei vollständiger Aushärtung (100 % Umsatz) ins Verhältnis gesetzt. Zur Normierung der einzelnen Spektren wurden die Banden des Kohlenstoff-Wasserstoff-Grundgerüsts verwendet. Hinsichtlich der experimentellen Durchführung sowie zur Auswertung der Spektren vergleiche weiterführend C. Kothe 2013, Seite 113 ff.

Auswirkungen auf den Reaktionsverlauf. Die Änderungsrate[344] des Reaktionsumsatzes steigt stetig innerhalb der ersten 40 Minuten auf ein vergleichsweise geringes Niveau. Der Umsatz erreicht zu diesem Zeitpunkt etwa 15 %. Nach 90 Minuten bei einem zugehörigen Umsatz von etwa 45 % beginnt die Änderungsrate zu sinken. Bei einem Umsatz von annähernd 80 % kommt die Reaktion weitestgehend zum Erliegen.

Auch bei einer Härtungstemperatur von +60 °C kommt es während der Reaktion zur Vitrifizierung. Die Temperaturdifferenz zwischen Härtungstemperatur und Glasübergangstemperatur ist allerdings so gering, dass die diffusionskontrollierte Reaktion weiterläuft und ein nahezu vollständiger Umsatz innerhalb des Untersuchungszeitraums erreicht wird. Die Reaktion beschleunigt sich in den ersten zehn Minuten und erreicht bei einem Umsatz von etwa 25 % einen Höchstwert seiner Änderungsrate. Anschließend steigt der Umsatz bei sinkender Änderungsrate weiter. Nach 120 Minuten sind mit diesem Analyseverfahren kaum noch Änderungen des Umsatzes zu erkennen.

Die Härtung bei +80 °C verläuft ausschließlich im flüssigen beziehungsweise im entropieeleastischen Zustand. Wobei die Reaktion eine nochmalige Beschleunigung erfährt. Der Höchstwert der Änderungsrate wird bereits nach 4 Minuten mit einem zugehörigen Umsatz von etwa 25 % erreicht. Nach 20 Minuten liegt der Umsatz bereits bei 95 % und ändert sich anschließend nur noch geringfügig.

Die DSC[345] kann sowohl die bei der Härtereaktion freiwerdende Wärme als auch die mit dem Phänomen des Glasübergangs einhergehende Änderung der Wärmekapazität mit hoher Präzision detektieren. Das Untersuchungsprogramm umfasst die Wärmestrommessung innerhalb einer isothermen Haltephase zur Bestimmung der Reaktionsenthalpie sowie die Wärmestrommessung im direkt anschließenden dynamischen Temperaturzyklus zur Charakterisie-

[344] Die Änderungsrate des Reaktionsumsatzes wird aus der Änderung des Reaktionsumsatzes im Verhältnis zum zugehörigen Intervall der Reaktionszeit errechnet.

[345] Sowohl das Verfahren der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) als auch die untersuchten kalorimetrischen Phänomene sind in Kapitel 4.2.2 näher erläutert.

rung des Glasübergangs und zur Bestimmung der Restenthalpie.

Die Untersuchungen unter isothermen Bedingungen betreffen die Härtungstemperaturen +40 °C, +60 °C und +80 °C. Die DSC-Messungen wurden bei Umgebungsbedingungen gestartet[346]. Anschließend wurde die Probe auf die definierte Temperatur erwärmt. Der isotherme Abschnitt der Untersuchung dauert 300 Minuten. Die Wärmeströme wurden für je drei Proben aufgezeichnet und im Anfangsbereich angepasst[347]. Das Bild 6.7 zeigt die gemittelten Ergebnisse. Zur Veranschaulichung ist der Darstellungsbereich in Bild 6.8 auf die ersten 60 Minuten begrenzt.[348]

Die Reaktionswärme und die messbaren Wärmeströme sind bei allen Härtungstemperaturen gut zu detektieren. Das Wärmestromniveau ist bei einer Härtungstemperatur von +40 °C vergleichsweise niedrig. Der Maximalwert des Wärmestromes und damit verbunden die höchste Änderungsrate des Umsatzes werden nach 30 Minuten erreicht. Der Wärmestrom nimmt anschließend kontinuierlich ab. Die Vitrifizierung nach etwa 180 Minuten hemmt die Härtereaktion deutlich. Geringfügige Wärmeströme sind bis zum Versuchsende bei 300 Minuten noch messbar. Bei den Härtetemperaturen +60 °C und +80 °C werden die höchsten Änderungsraten während oder unmittelbar nach dem Einstellen des Temperaturgleichgewichts erreicht. Anschließend sinken die Wärmeströme unterschiedlich schnell ab, wobei nach etwa 180 Minuten (Härtung bei +60 °C) beziehungsweise nach etwa 90 Minuten (Härtung bei +80 °C) geringfügige Wärmeströme nachweisbar sind. Für beide Temperaturen kann nach einer Messzeit von 300 Minuten von einem weitestgehend vollständigen Reaktionsumsatz ausgegangen werden.

[346] Während der vorbereitenden Tätigkeiten (Dosierung, Wägung, Platzierung in die DSC-Messzelle) fehlen die Messinformationen. Allerdings ist der Reaktionsumsatz bei Raumtemperatur in dieser frühen Phase vernachlässigbar klein.

[347] Verfahrensbedingt ist das Messsignal bis zum Erreichen des thermischen Gleichgewichts gestört. Das Vorgehen bei der Anpassung der Messkurve wird in Kapitel 4.2.2 näher beschrieben.

[348] Die Einzelergebnisse der isothermen und der dynamischen Messungen sind im Anhang, Kapitel A4.2 nachgewiesen.

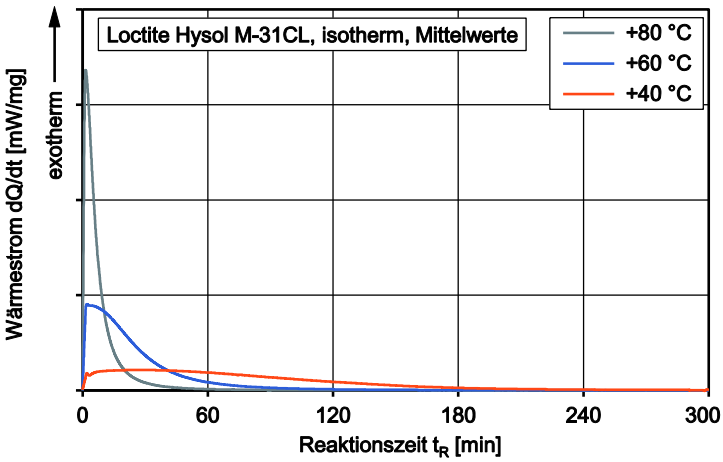


Bild 6.7
Thermogramm (DSC) der isothermen Messungen bei verschiedenen Härtungstemperaturen am Klebstoff Loctite Hysol M-31CL.

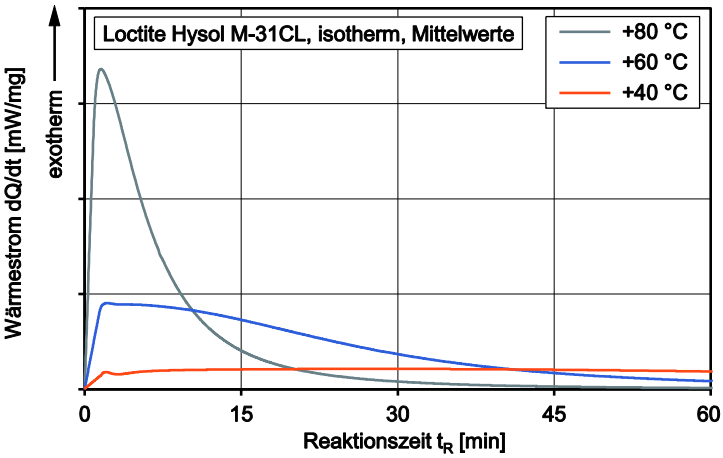


Bild 6.8
Ausschnittsweise Darstellung der isothermen Messungen bei verschiedenen Härtungstemperaturen. Klebstoff Loctite Hysol M-31CL.

Die folgenden drei Diagramme (Bild 6.9 bis Bild 6.11) zeigen die Ergebnisse der dynamischen DSC-Messung bei einer Heizrate von 10 K/min. Sowohl die Temperaturlage des Glasübergangs als auch die Restenthalpie sind gut bestimmbar. Die ausgewählten Reaktionsdauern der isothermen Lagerung betragen 15, 30, 60, 120 und 300 Minuten. Darüber hinaus ist in jedem Diagramm der gemittelte Wärmestrom der frisch angesetzten Epoxidharzmischung angegeben.

Bei einer isothermen Härtung mit +40 °C verläuft die Reaktion kontinuierlich über einen längeren Zeitraum und ist auch nach 300 Minuten nicht vollständig abgeschlossen. Daher ist für alle Messungen eine Restenthalpie feststellbar. Die mittlere Anfangstemperatur des Glasübergangs nimmt von anfänglich -35 °C für die nicht gehärtete Harzmischung auf +50 °C nach 300 Minuten zu. Nach etwa 180 Minuten setzt

die Vitrifizierung ein und die Anfangstemperatur des Glasübergangs übersteigt die Härtetemperatur. Hierauf ist letztendlich auch die nach 300 Minuten Reaktionsdauer sichtbare Enthalpierelaxation zurückzuführen.

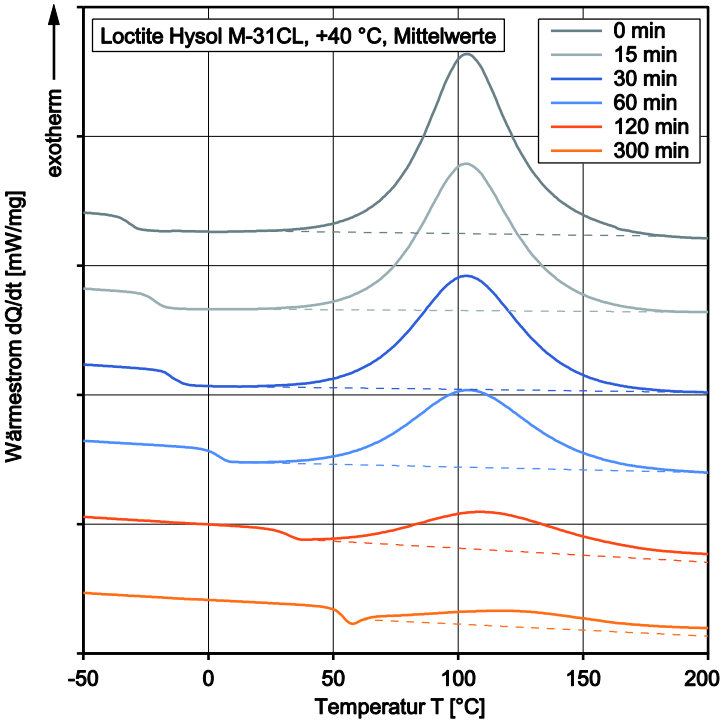


Bild 6.9
Thermogramm (DSC) der dynamischen Messung (Heizrate 10 K/min) für verschiedene Reaktionsdauern bei einer Härtungstemperatur von +40 °C. Der Verlauf des Wärmestroms ist als durchgezogene Linie und der Verlauf der Basislinie ist als gestrichelte Linie dargestellt. Klebstoff Loctite Hysol M-31CL. Die Wärmestromkurven sind der Übersichtlichkeit halber zueinander versetzt dargestellt.

Von den in Bild 6.10 dargestellten dynamischen Messungen zeigen nur die ersten drei eine signifikante Restenthalpie. Damit müsste ab einer Haltedauer von 120 Minuten – dies gilt auch aus Sicht der isothermen Messung – die Härtereaktion weitestgehend abgeschlossen sein. Trotzdem ändert sich zwischen der 120. und der 300. Minute die Temperaturlage der extrapolierten Anfangstemperatur des Glasübergangs von +57 °C auf +62 °C. Dieser Befund deckt sich mit der in der Literatur[349] geäußerten Vermutung, dass zum Ende der Härtereaktion vergleichsweise wenige Einzelreaktionen zu einer deutlichen Beeinflussung der Netzwerkstruktur und damit auch der physikalischen Eigenschaften beitragen. Die begrenzte Enthalpierelaxation nach einer Reaktionsdauer von 300 Minuten deutet auf die zu diesem Zeitpunkt erfolgte Vitrifizierung hin.

[349] Vergleiche weiterführend Lüttgert 1976.

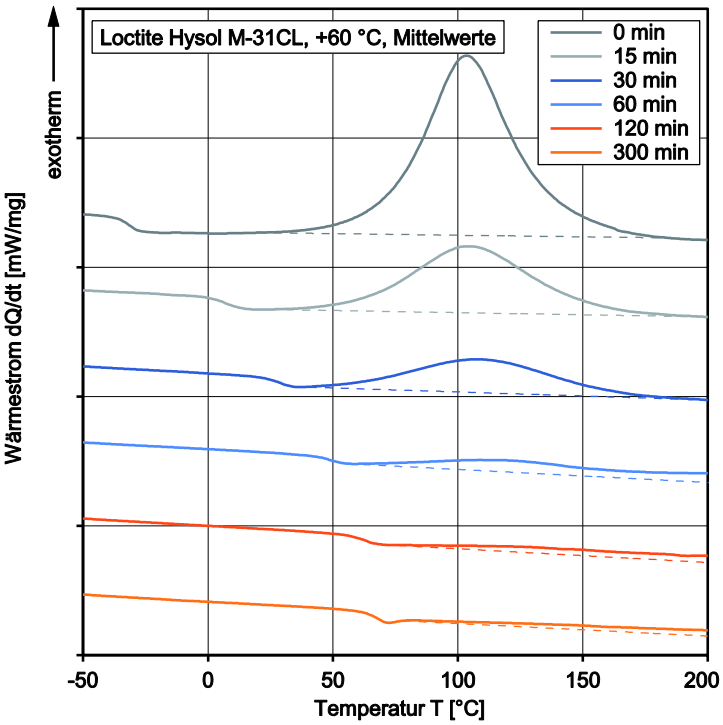


Bild 6.10
Thermogramm (DSC) der dynamischen Messung (Heizrate 10 K/min) für verschiedene Reaktionsdauern bei einer Härtungstemperatur von +60 °C. Der Verlauf des Wärmestroms ist als durchgezogene Linie und der Verlauf der Basislinie ist als gestrichelte Linie dargestellt. Klebstoff Loctite Hysol M-31CL. Die Wärmestromkurven sind der Übersichtlichkeit halber zueinander versetzt dargestellt.

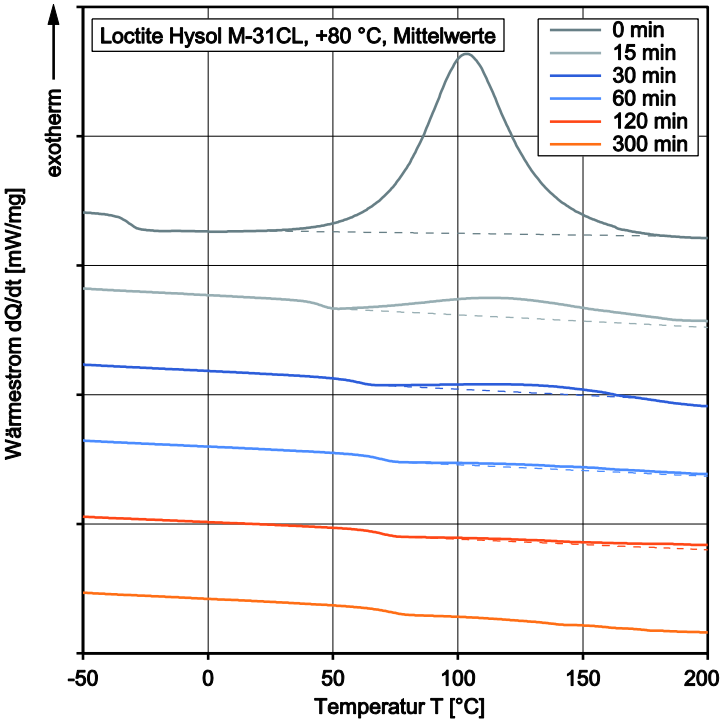


Bild 6.11
Thermogramm (DSC) der dynamischen Messung (Heizrate 10 K/min) für verschiedene Reaktionsdauern bei einer Härtungstemperatur von +80 °C. Der Verlauf des Wärmestroms ist als durchgezogene Linie und der Verlauf der Basislinie ist als gestrichelte Linie dargestellt. Klebstoff Loctite Hysol M-31CL. Die Wärmestromkurven sind der Übersichtlichkeit halber zueinander versetzt dargestellt.

Bei einer Härtungstemperatur von +80 °C wird die Reaktion anfänglich stark beschleunigt. Nach einer Reaktionsdauer von 60 Minuten ist die verbleibende Restenthalpie unbedeutend. Auch die Anfangstemperatur des Glasübergangs steigt im selben Zeitraum auf +61 °C an. Diese ändert sich anschließend nur noch unwesentlich auf +63 °C beziehungsweise auf +64 °C.

Eine Übersicht über den zeitlichen Verlauf der Härtungsreaktion liefert Bild 6.12. Der Reaktionsumsatz (dargestellt als Kurve) kann mithilfe der im Laufe einer isothermen Haltephase gemessenen Reaktionsenthalpie bestimmt werden. Für die notwendige Normierung der Kurven werden die auf der Restenthalpie basierenden Berechnungsergebnisse (dargestellt als Punkte) nach definierter Haltezeit genutzt. Die Temperaturanregung beschleunigt die Härtung zu Reaktionsbeginn unterschiedlich stark. Mit zunehmender Sättigung nimmt die Änderungsrate des Umsatzes wieder ab beziehungsweise kommt mit Erreichen der Vitrifizierung weitestgehend zum Erliegen. Letzteres betrifft insbesondere die Härtungstemperatur von +40 °C. Die ermittelten Kurvenverläufe konvergieren nahezu mit den in Bild 6.6 gezeigten Ergebnissen der IR-ATR-Analyse.[350]

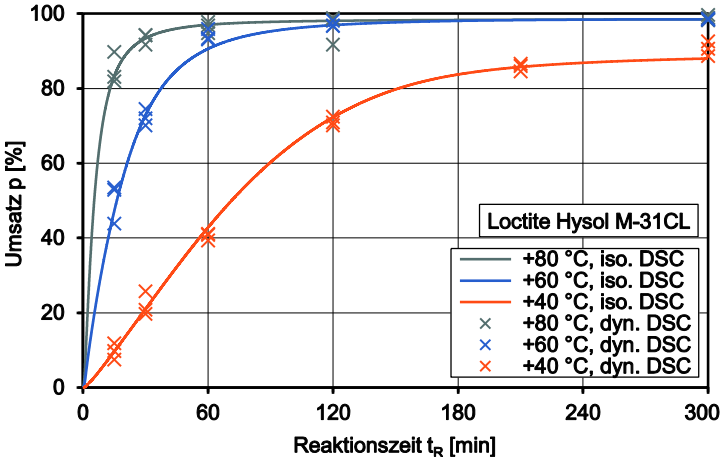


Bild 6.12
Zeitlicher Verlauf des Umsatzes in Abhängigkeit von der Härtungstemperatur. Die Kurven basieren auf der Berechnung der zeitlichen Entwicklung der gemittelten Reaktionsenthalpie bei isothermer Messung des Wärmestroms. Die Punktwerte basieren auf der Auswertung der jeweiligen Restenthalpie bei dynamischer Messung des Wärmestroms.

Ergänzend zu den infrarotspektrometrischen und differenzkalorimetrischen Untersuchungen wurden die Klebstoffproben nach der Härtung mittels der dynamisch-mechanischen Analyse untersucht. Hierbei wurden die Parameter Här-

[350] Hinsichtlich der Berechnungsverfahren vergleiche Kapitel 4.2.2.

tungstemperatur (+40 °C, +60 °C und +80 °C) und Reaktionsdauer (60, 120, 180, 240 und 300 Minuten) variiert. Der Klebstoff wurde bei Normalklimat 23/50 verarbeitet und anschließend in einem vorgeheizten Universalwärmeschrank gehärtet. Nach Ablauf der Reaktionsdauer wurden die Proben dem Universalwärmeschrank entnommen und ungeregelt auf Rautemperatur (+23 ± 1) °C gekühlt. Vor der Prüfung fand eine Konditionierung aller Proben für mindestens 24 und höchstens 32 Stunden bei Normalklimat statt.

Nachfolgend sind drei Thermogramme dargestellt, die sich hinsichtlich der gewählten Härtungstemperatur unterscheiden. Der betrachtete Temperaturbereich reicht von -20 °C bis +80 °C. Den in den Thermogrammen enthaltenen Kurven liegen jeweils drei Einzelmessungen zugrunde.[351]

Bei der isothermen Klebstoffhärtung mit +40 °C (Bild 6.13) ändert sich die Charakteristik der dargestellten Zugspeichermodulkurven kaum. Dies betrifft sowohl Werte des Zugspeichermoduls im energieelastischen Zustand als auch die Ausprägung der Modulstufe. Die Verschiebung der Anfangstemperatur des Glasübergangs ist auch mit zunehmender Reaktionsdauer nur gering. Sie steigt von anfänglich +42,4 °C auf +44,6 °C. Allerdings ist die Aushärtung nach 60[352] und 120[353] Minuten nur unzureichend fortgeschritten, so dass die Härtung durch die nachgelagerte Konditionierung beeinflusst wird. Diese beiden Kurven sind daher mit Proben vergleichbar, die bei Raumtemperatur ausgehärtet wurden. Nach 180 Minuten hat die Anfangstemperatur des Glasübergangs die Härtungstemperatur überschritten, so dass auch mit zunehmender Reaktionsdauer kein nennenswerter Reaktionsfortschritt mehr zu beobachten ist.

Bei einer Härtungstemperatur von +60 °C (Bild 6.14) ändert sich mit zunehmender Reaktionsdauer der Kurvenverlauf des Zugspeichermoduls. Neben reduzierten Modulwerten im

[351] Die Messfrequenz wurde auf 1 Hz und die Heizrate wurde auf 3 K/min festgelegt. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A4.3 nachgewiesen.

[352] Nach einer Haltezeit von 60 Minuten bei +40 °C ist der Gelierzeitpunkt noch nicht erreicht. Der Härtereaktion findet zu wesentlichen Teilen während der angeschlossenen Konditionierungsphase statt.

[353] Nach 120 Minuten ist die Gelierung abgeschlossen. Der Glasübergang liegt zu diesem Zeitpunkt bei etwa +25 °C. Insbesondere die diffusionsgetriebene Phase der Härtung findet bei Rautemperatur statt.

Bild 6.13
Thermogramm (DMA) für verschiedene Reaktionsdauern. Die Härtungstemperatur beträgt +40 °C. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt. Messfrequenz 1 Hz.

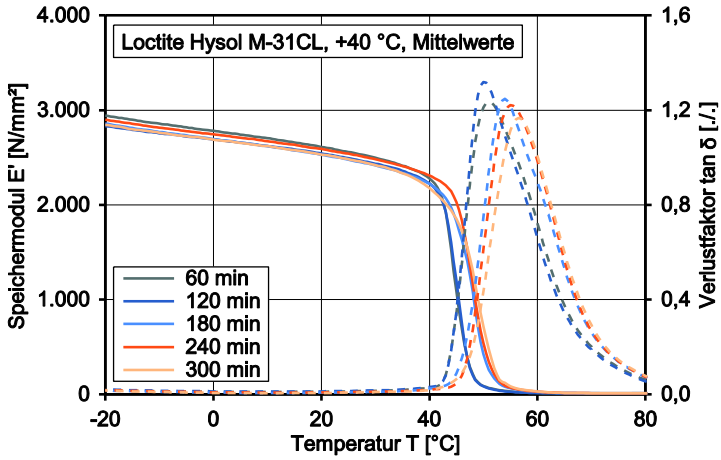


Bild 6.14
Thermogramm (DMA) für verschiedene Reaktionsdauern. Die Härtungstemperatur beträgt +60 °C. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt. Messfrequenz 1 Hz.

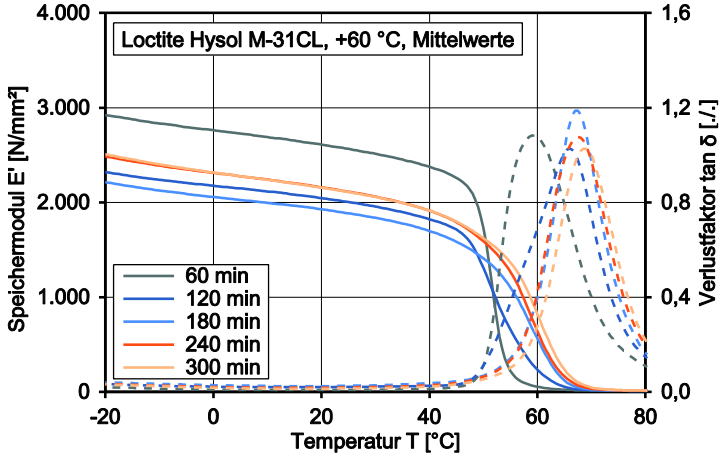
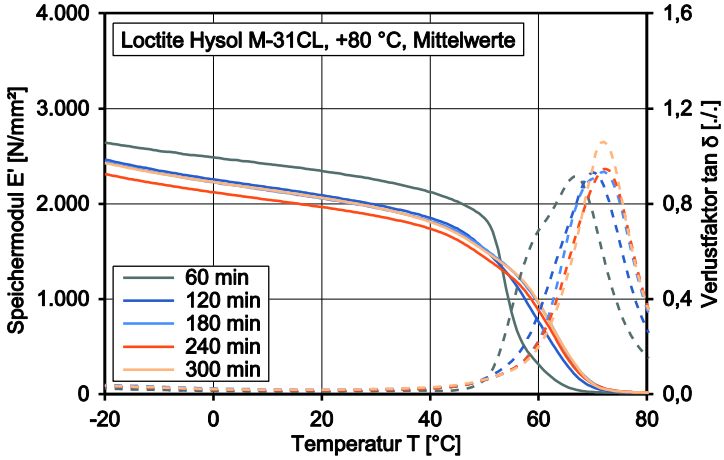


Bild 6.15
Thermogramm (DMA) für verschiedene Reaktionsdauern. Die Härtungstemperatur beträgt +80 °C. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt. Messfrequenz 1 Hz.



energieelastischen Zustand ist eine Verbreiterung des Glasübergangsbereichs verbunden mit einer flacheren Neigung der Modulstufe erkennbar. Die mittlere Anfangstemperatur des Glasübergangs nimmt mit steigender Reaktionsdauer von +48,4 °C auf +52,8 °C zu. Die Härtetemperatur von +60 °C liegt für die Reaktionsdauer von 60 Minuten leicht oberhalb sowie für eine Reaktionsdauer von 120 Minuten und auch danach innerhalb des Glasübergangsbereichs.

Die Härtungstemperatur von +80 °C liegt außerhalb des Glasübergangsbereichs. Die bereits bei den beiden niedrigeren Härtungstemperaturen beobachteten Phänomene – die Verschiebung der Temperaturlage des Glasübergangs sowie die Änderung der Kurvencharakteristik des Zugspeichermoduls – finden auch bei +80 °C statt. Im Vergleich sind die Veränderungen bereits nach einer Haltedauer von 60 Minuten deutlich fortgeschritten. Nach 120 Minuten und bei Haltedauern darüber hinaus sind die gemittelten Kurvenverläufe nahezu identisch.

6.1.4 Festlegung der Verarbeitungsbedingungen

Idealerweise zeigt ein Klebstoff keinen Phasenübergang im bautechnisch relevanten Temperaturbereich von -20 °C bis +80 °C. Dieses Ziel wurde nicht erreicht. Gleichwohl werden die Verarbeitungsbedingungen vor allem in Abhängigkeit von der erzielbaren Temperaturstabilität bewertet, um Einsatzbeschränkungen möglichst gering zu halten. Als Kenngrößen werden sowohl die Temperaturlage des Glasübergangs als auch die Entwicklung der physikalischen Moduln bei hohen Temperaturen herangezogen.

Der nachfolgende Vergleich (Bild 6.16) betrifft die zeitliche Entwicklung der Anfangstemperatur des Glasübergangs gemessen mit der DSC und der DMA. Die Ergebnisse der Analysen werden wesentlich von der Heizrate (betrifft DSC und DMA) beziehungsweise von der verwendeten Anregungsfrequenz (betrifft DMA) beeinflusst. Die Kurvencharakteristik der DSC folgt zumindest anfänglich der zeitlichen Entwicklung des Reaktionsumsatzes. Die Anfangstemperatur des Glasübergangs steigt aber auch bei weitestgehend abgeschlossener Härtungsreaktion noch wahrnehmbar an. Mittels der beiden Härtungstemperaturen +60 °C und +80 °C werden Anfangstemperaturen des Glasübergangs von mehr als +60 °C erzielt.

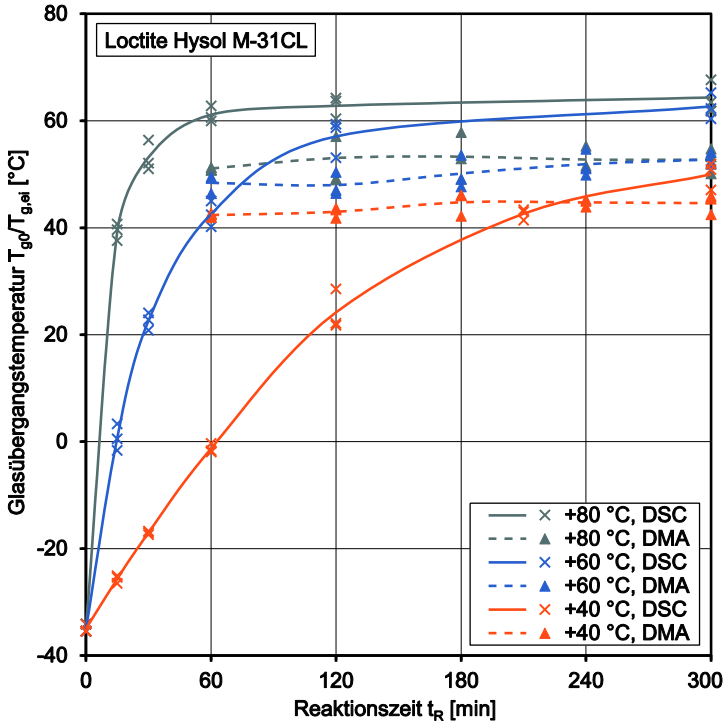


Bild 6.16
Zeitliche Entwicklung der Anfangstemperatur des Glasübergangs in Abhängigkeit von der Härtungstemperatur. Vergleich der Ergebnisse von DSC- und DMA-Messung.

Die DMA liefert aufgrund der vorab beschriebenen Vorgehensweise und der messtechnischen Einschränkungen für die Härtungstemperaturen von +40 °C und +60 °C keine aussagefähige zeitliche Entwicklung. Eine Verschiebung der gemittelten Temperaturlage des Glasübergangs ist vor allem bei einer Härtungstemperatur von +60 °C erkennbar. Für alle Messungen verringert sich die Streuung der Ergebnisse mit zunehmender Reaktionsdauer. Die Anfangstemperatur von +53 °C – erzielt nach 5 Stunden isothermer Härtung bei +80 °C – liegt über der bei den Versuche zur Klebstoffauswahl[354] erreichten Temperatur von +46 °C. Im Vergleich beider Analysemethoden scheint die DSC, die erreichbare Anfangstemperatur um etwa 10 K zu überschätzen.

Den Zusammenhang zwischen der Anfangstemperatur des Glasübergangs und dem Reaktionsumsatz stellt das nachfolgende Diagramm (Bild 6.17) her. Die polynomische Regressionskurve zeigt, dass auch bei optimalem Umsatz keine Anfangstemperatur oberhalb des gewünschten Einsatztemperaturbereichs erzielbar ist.[355]

[354] Vergleiche hierzu Kapitel 5.3.1.

[355] Eine mathematische Beschreibung gelingt mit der DiBenetto-Gleichung. Vergleiche weiterführend Pascault 1990.

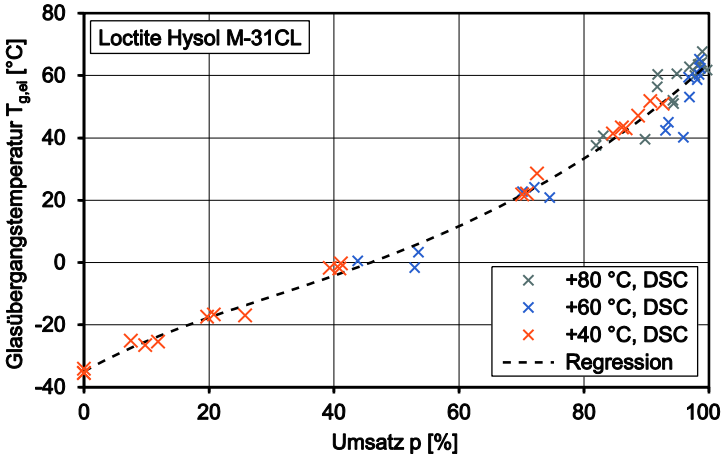


Bild 6.17
Entwicklung der Glasübergangstemperatur (DSC) in Abhängigkeit vom Umsatz- unter Berücksichtigung aller Einzelergebnisse.

Angesichts der Ergebnisse erscheint eine Begrenzung des Anwendungsbereichs sinnvoll. Das Bild 6.18 zeigt daher die zeitliche Entwicklung des Speichermoduls bei einer Probentemperatur von +60 °C in Abhängigkeit von der Härtungstemperatur.

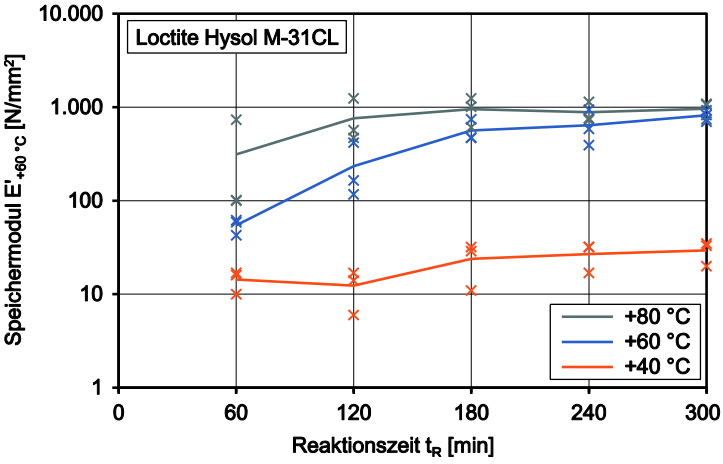


Bild 6.18
Dynamisch-mechanische Analyse. Zeitliche Entwicklung des Zugspeichermoduls bei einer Probentemperatur von +60 °C für die Härtungstemperaturen +40 °C, +60 °C und +80 °C. Messfrequenz 1 Hz.

Die Steifigkeitszunahme ist in erster Linie durch die Verschiebung der Temperaturlage des Glasübergangs mit laufendem Reaktionsfortschritt zu begründen. Die ebenfalls in den Thermogrammen (Bild 6.13 bis Bild 6.15) beobachtete Verbreiterung des Glasübergangsbereiches – gekennzeichnet durch eine weniger steil abfallende Modulstufe – trägt ebenfalls zur Steifigkeitszunahme bei. Die höchsten Modulwerte werden bei einer Härtungstemperatur von +80 °C erreicht. Beispielsweise erreicht der mittlere Zugspeichermodul nach 300 Minuten einen Wert von 966 N/mm² und liegt damit deutlich über dem Wert von 190 N/mm², der bei den

Versuchen zur Klebstoffauswahl erzielt wurde. Eine Streuung der Einzelergebnisse ist vornehmlich bei den kürzeren Reaktionsdauern erkennbar. Diese Schwankungen werden mit zunehmender Reaktionsdauer geringer.

Die Härtungstemperatur wird für die weiterführenden Untersuchungen auf +80 °C festgelegt. Bei dieser Temperatur ist kein Vitrifizieren während der Härtung zu erwarten. Gleichzeitig ist die Temperatur gering genug, um thermisch induzierte Abbaureaktionen auszuschließen. Die Untersuchungsergebnisse deuten auf eine nach 120 Minuten weitestgehend abgeschlossene Härtungsreaktion hin. Die hierfür untersuchten Proben besitzen eine geringe Masse und erreichten innerhalb kurzer Zeit die vorgesehene Härtungstemperatur. Für die Herstellung der Substanzprüfkörper sowie der geklebten Metall-Metall- und Glas-Metall-Proben ist aufgrund der geometrischen Verhältnisse von Verzögerungen bis zum endgültigen Erreichen der Härtungstemperatur auszugehen. Im Hinblick auf die Qualität und auf die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wird für die weiteren Untersuchungen eine Reaktionsdauer von 300 Minuten bevorzugt.

6.2 Oberflächenbehandlung

6.2.1 Verwendete Verfahren

Die Eigenschaften und die Dauerhaftigkeit einer Klebverbindung hängen wesentlich von den Qualitäten und den Eigenschaften der Substratoberflächen ab. Für die Verbesserung und die Optimierung der Oberflächeneigenschaften haben sich verschiedene Methoden etabliert.[356]
Innerhalb dieser Arbeit kommen ein-, zwei- oder dreistufige Oberflächenbehandlungen zur Anwendung. Nach der Reinigung mit wässrig-tensidhaltigen Reinigern und organischen

[356] Die Systematik der Oberflächenbehandlung wird in der ersten Ebene in die einzelnen Schritte Vorbereitung, Vorbehandlung und Nachbehandlung unterteilt. Die vorbereitenden Methoden betreffen sowohl die Form (Zurichten der Fügeteile, Anpassen der Flächen) als auch die Fläche (Entfernung von Oxiden, Reinigung, Entfettung). Die Vorbehandlungen werden nach mechanischen (Bürsten, Strahlen, Schleifen, Polieren), physikalischen (Beflammen, Korona-Entladung, Niederdruck- und Atmosphärendruckplasma) oder chemischen Verfahren (Beizen, Anodisieren, Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse, Sandstrahl-Coating) unterschieden. Die Nachbehandlung wird in Abhängigkeit von der Wirkungsweise in aufrechterhaltend (Klimatisieren, Auftrag eines Primers) sowie steigernd (Auftrag eines Haftvermittlers) eingeteilt. Vergleiche weiterführend Adams 1999, Brockmann 2005, Habenicht 2009, da Silva 2011, Norm EN 13887, Richtlinie VDI 2229.

Lösungsmitteln wird die Oberfläche mittels Flammenpyrolyse oder Atmosphärendruckplasma vorbehandelt. Die Nachbehandlung erfolgt durch den Auftrag eines auf Epoxidharzklebstoffe abgestimmten Haftvermittlers. Sowohl die Auswahl geeigneter Methoden als auch die Festlegung verfahrensspezifischer Parameter basieren auf abgeschlossenen Forschungsarbeiten[357]. Eine Zusammenstellung der ausgewählten Methoden kann Tafel 6.1 entnommen werden.

Kürzel	Beschreibung
V1E	Standardreinigung des nichtrostenden Stahls
V2E	Standardreinigung des nichtrostenden Stahls und Auftrag des Haftvermittlers SurALink 021
V3E	Standardreinigung des nichtrostenden Stahls und manuelle Flammenpyrolyse mit einem Düsenabstand von 55 mm und sechsfachem Überstreichen der Oberfläche (55/6)
V4E	Standardreinigung des nichtrostenden Stahls, manuelle Flammenpyrolyse mit einem Düsenabstand von 55 mm und sechsfachem Überstreichen der Oberfläche (55/6) sowie Auftrag des Haftvermittlers SurALink 021
V5E	Standardreinigung des nichtrostenden Stahls und Anwendung des Atmosphärendruckplasmas mit einem Düsenabstand von 10 mm und einer Düsengeschwindigkeit von 50 m/min (10/50)
V6E	Standardreinigung des nichtrostenden Stahls, Anwendung des Atmosphärendruckplasmas mit einem Düsenabstand von 10 mm und einer Düsengeschwindigkeit von 50 m/min (10/50) sowie Auftrag des Haftvermittlers SurALink 021
V1G	Standardreinigung der Atmosphärenseite des Glases
V2G	Standardreinigung der Atmosphärenseite des Glases und Auftrag des Haftvermittlers SurALink 021
V3G	Standardreinigung der Atmosphärenseite des Glases und manuelle Flammenpyrolyse mit einem Düsenabstand von 45 mm und sechsfachem Überstreichen der Oberfläche (45/6)
V4G	Standardreinigung der Atmosphärenseite des Glases, manuelle Flammenpyrolyse mit einem Düsenabstand von 45 mm und sechsfachem Überstreichen der Oberfläche (45/6) sowie Auftrag des Haftvermittlers SurALink 021

Tafel 6.1
Verfahren zur Oberflächenbehandlung und verwendete Parameter.

Nachfolgend sind die einzelnen Verfahren kurz beschrieben. Anschließend wird die Auswirkung der verschiedenen Methoden in einem zweistufigen Vorgehen analysiert. Zuerst wird eine geeignete Methode für die Oberfläche des nichtrostenden Stahls und anschließend eine geeignete Methode für die Glasoberfläche gesucht. Hierfür werden jeweils die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung als auch der Haftfestigkeitsversuche unter Zugbeanspruchung für die Bewertung herangezogen.

[357] Vergleiche weiterführend C. Kothe 2013, Weller 2014a.

Standardreinigung der Oberfläche

Die Reinigung und Entfettung hat das Ziel, die aus vorangegangenen Bearbeitungsschritten und der Lagerung der Substrate stammenden Fremdschichten[358] zu entfernen. Sie ist als eine Grundvoraussetzung für eine reproduzierbare Oberflächenqualität und für eine hochwertige Klebverbindung anzusehen. Die Reinigung und Entfettung kann entweder manuell oder maschinell (beispielsweise im Tauch- oder Spritzverfahren) durchgeführt werden. Durch eine mechanische Unterstützung, durch Ultraschall oder Elektrolyse wird die Restverschmutzung nochmals reduziert.[359]

Durch das Urformen metallischer Halbzeuge und die anschließende spanende Bearbeitung sind, neben Partikelverunreinigungen (Metallspäne und Stäube etc.), oberflächliche Filme von Ölen, Fetten oder Wachsen anzutreffen. Bei metallischen Substraten kommt dem Entfetten daher eine besondere Bedeutung zu. Das Entfetten soll vor allen daran anschließenden chemisch-physikalischen Verfahren durchgeführt werden. Im Wesentlichen kommen, in Abhängigkeit von der Art und vom Grad der Verschmutzung, Wasser unter Zugabe von Reinigungsmitteln oder organische Lösungsmittel zum Einsatz[360]. Nach der Entfettung von Metalloberflächen sind die verwendeten Reinigungsmittel und Verschmutzungen mit reichlich frischem Wasser abzuspülen. Bei der Verwendung alkalischer oder saurer Reiniger soll das Spülen der Oberfläche bis zur Neutralisierung fortgeführt werden.[361]

Die Verschmutzung der Glasoberfläche ist vor allem auf die Lagerungsbedingungen zurückzuführen. Darüber hinaus

[358] Unter Fremdschichten versteht man artfremde Auflagen, wie etwa Wasser, Materialreste, Staub, Schmutz, Wachse, Öle, Fette, Schmierseifen oder Emulsionen.

[359] Vergleiche weiterführend Adams 1999, Seite 5 ff., Brockmann 2005, Seite 109 f., Habenicht 2009, Seite 542 ff., Norm EN 13887, Richtlinie VDI 2229.

[360] Bei starker Restbefettung (>500 mg/m^2) wird zur Verwendung von wässrig-alkalischen Reinigern geraten. Eine ähnliche Entfettungsleistung erzielen stark demulgierende Neutralreiniger mit organischer Basis. Die Anwendung von Tensiden wird für die Entfernung synthetischer Fette oder für die Feinreinigung bei einer Restbefettung von <10 mg/m^2 empfohlen. Stark saure Produkte werden neben der Entfettung vor allem zum Beizen von Metalloberflächen verwendet. Vergleiche Hofmann 2015, Seite 30 ff., Merkblatt SIZ 2009.

[361] Vergleiche weiterführend Adams 1999, Seite 5 ff., da Silva 2011, Seite 119 ff., Hofmann 2015, Seite 30 ff.

können lokale Verschmutzungen durch Hilfsmittel und Materialreste aus den Bearbeitungsschritten Schneiden, Bohren, Fräsen sowie Kantenschleifen und -polieren auftreten. Diese Verschmutzungen werden überwiegend bereits im Glaswerk entfernt. Für die Reinigung der Glasoberfläche haben sich sowohl Wasser unter Zugabe eines synthetischen Reinigungsmittels[362] sowie Glasreiniger[363] für den häuslichen beziehungsweise gewerblichen Einsatz bewährt.[364]

Die Standardreinigung für den nichtrostenden Stahl setzt sich aus einer zweistufigen Reinigung und Entfettung zusammen. Da die Oberfläche keine schwerwiegende Verunreinigung aufwies, wurde auf einen tensidhaltigen Reiniger und Wasser zurückgegriffen. Unter Zuhilfenahme eines nicht-kratzenden Schwamms wurde die Oberfläche gereinigt. Zum Entfernen der Reinigungsmittelreste wurden die Proben ausgiebig mit demineralisiertem Wasser gespült. Nach abgeschlossener Trocknung wurde die Metalloberfläche mit einem organischen Lösungsmittelgemisch (Delothen® EP) benetzt und mit fusselfreien Tüchern abgewischt. Im Unterschied zum nichtrostenden Stahl wurde das Glas lediglich mit dem organischen Lösungsmittelgemisch gereinigt. Nach einer kurzen Ruhephase zur Stabilisierung der Oberflächeneigenschaften wurden die Proben einer weiteren Behandlung unterzogen oder alternativ unmittelbar verklebt.[365]

Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse

Die Flammenpyrolyse (Bild 6.19) ist ein unter atmosphärischen Bedingungen ablaufendes Verfahren der chemischen Gasphasenabscheidung. Dabei wird nicht die eigentliche Substratoberfläche aktiviert, sondern eine oberflächenaktive Schicht aufgebracht. Das Grundprinzip basiert auf der definierten Einleitung eines siliziumorganischen Precursors[366] in

362 Vergleiche Kapitel 4.7.3.

363 Vergleiche Kapitel 4.7.6.

364 Vergleiche Merkblatt BF 2012.

365 Die Standardreinigung entspricht im Vorgehen und hinsichtlich der verwendeten Reinigungsmittel dem in C. Kothe 2013, Seite 104 f. dargestellten Verfahren.

366 Beim innerhalb der Arbeit verwendeten Pyrosil®-Verfahren kommen beispielsweise Tetraethoxysilan oder Tetramethylsilan als siliziumorganische Precursor (latein: praecursor = „Vorläufer“) zum Einsatz. Vergleiche Weidl 2006, C. Kothe 2013, Seite 66 ff.

den Flammenstrom[367] eines Brenners und der anschließenden pyrolytischen Reaktion innerhalb der Brenngasflamme. Durch die stattfindende Pyrolyse[368] kommt es zur oxidativen Umsetzung[369] des Precursors. Die anschließende Adsorption auf dem Substrat führt zu einer gleichmäßigen, fest haftenden Silikatschicht mit einer Dicke im Nanometerbereich. Nach der Abscheidung hydrolisiert das Siliziumoxid (SiO_x) an der Atmosphäre, so dass oberflächlich reaktive Hydroxylgruppen entstehen. Diese Hydroxylgruppen beeinflussen die Benetzbarkeit der Oberfläche positiv und wirken als Haftvermittler zum Klebstoff. Darüber hinaus kann die Silikatschicht die Diffusion von Sauerstoff und Feuchtigkeit zur Substratoberfläche behindern oder sogar vermeiden.[370]

Als Substrate eignen sich vor allem jene Werkstoffe, die gegenüber der durch die Brennerflamme lokal erhöhten Oberflächentemperatur unempfindlich sind. Neben Metallen und Glas können aber durch geeignete Prozessparameter auch Kunststoffoberflächen modifiziert werden. Der Prozess der Flammenpyrolyse sowie die dadurch erzielten Schichtdicken und -eigenschaften hängen von mehreren Parametern ab. Hierzu zählen etwa die Oberflächeneigenschaften des Substrats, die chemische Struktur des Precursors und seine Konzentration, die Flammentemperatur, die Geometrie der Brennerdüse und deren Abstand vom Substrat sowie die Anzahl der Beschichtungsdurchläufe.

[367] Als Prozessgase kommen Raumluft-Butan- beziehungsweise Raumluft-Propan-Gemische zum Einsatz. Sie sind maßgeblich für die Flammentemperatur verantwortlich. Vergleiche Weidl 2006.

[368] Als Pyrolyse (griechisch: pyr = „Feuer“ und lyein = „lösen“) wird die chemische Umwandlung bei hohen Temperaturen bezeichnet. Diese geht mit der Aufspaltung von Hauptvalenzbindungen einher.

[369] Im reduzierenden Teil der Flamme kommt es durch die hohe Temperatur zur Ab- und Aufspaltung aller organischen Gruppen des siliziumorganischen Precursors. Es verbleibt weitestgehend nur das freie Silizium. Im oxidierenden Teil der Flamme reagiert das bindungsfähige Silizium mit Sauerstoff zu Siliziumoxid (SiO_x).

[370] Für weiterführende Informationen zur chemischen Gasphasenabscheidung im Allgemeinen sowie zur Flammenpyrolyse im Besonderen vergleiche Habenicht 2009, Musil 1989, Pierson 1999, Xu 2010.

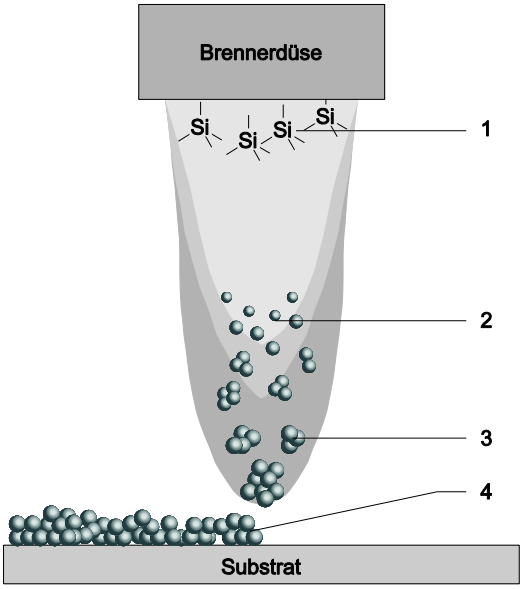


Bild 6.19
Schematische Darstellung der Flammenpyrolyse nach Musil 1989. Der reduzierende Teil der Flamme ist hellgrau und der oxidierende Teil der Flamme ist mittel- bis dunkelgrau dargestellt.

1 Precurser
2 SiO_x-Partikel
3 SiO_x-Agglomerat
4 Silikatschicht

Das Verfahren der Flammenpyrolyse wurde ursprünglich für den Dentalbereich entwickelt und für die Herstellung von Zahnprothesen sowie Brücken verwendet[371]. Neben der punktuellen Verwendung der Flammenpyrolyse mithilfe eines Handbrenners, finden sich heute auch automatisierte Anlagen zur flammenpyrolytischen Beschichtung großformatiger Substrate[372]. Die Inline-Integrierbarkeit dieses Verfahrens ist grundsätzlich gegeben.

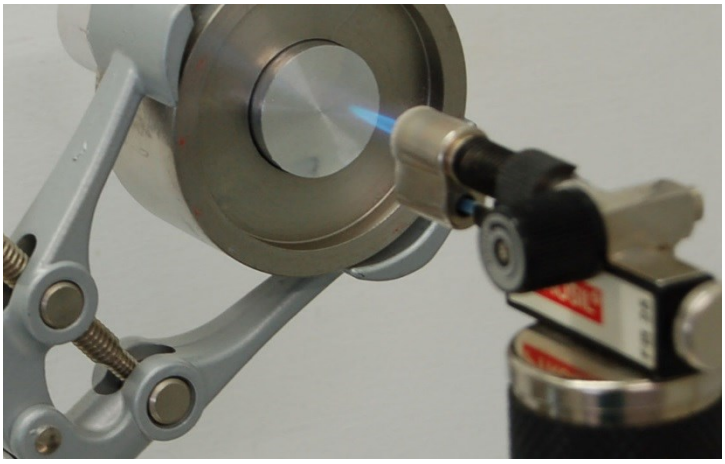


Bild 6.20
Oberflächensilikatisierung eines Metallzylinders durch Flammenpyrolyse. Zur Anwendung kommt ein Handbrenner, der manuell mit einem definierten Abstand über die Substratoberfläche geführt wird.

[371] Vergleiche Musil 1989.
[372] Vergleiche Tiller 2005, Weidl 2006.

Für die Oberflächensilikatisierung innerhalb des Untersuchungsprogramms wurde ein manuell betriebener Handbrenner (Pyrosil®-Verfahren)[373] benutzt. Vor der Anwendung der Flammenpyrolyse wurden alle Proben bei +50 °C konditioniert, um die Konzentration adsorbierten Wassers auf den Substratoberflächen zu reduzieren. Durch die Verwendung von justierbaren Gleitschienen (Bild 6.20) wurde der Abstand zwischen Brennerdüse und Substratoberfläche eingestellt. Der Abstand betrug für den nichtrostenden Stahl 55 mm und für das Glas 45 mm. Die Oberfläche wurde jeweils sechsfach mit der Flamme überstrichen.[374]

Atmosphärendruckplasma

Das Atmosphärendruckplasmaverfahren wird neben der Feinreinigung, auch zur Aktivierung und zur Beschichtung von Oberflächen verwendet. Das Grundprinzip des Verfahrens basiert auf der Überführung eines Prozessgases in ein Plasma mittels kontinuierlicher Energiezufuhr. Als Prozessgas wird ein ionisierbares Gas oder Gasgemisch – beispielsweise Sauerstoff, Stickstoff, Druckluft, synthetische Luft – verwendet. Zur Plasmaerzeugung können unterschiedliche Quellen verwendet werden. Das in Bild 6.21 schematisch dargestellte Openair®-Plasmaverfahren verwendet hierfür einen mittels Hochspannungsentladung gepulsten Lichtbogen. Die eingeleitete Energie führt zur Ionisierung, Fragmentierung und Aktivierung des Prozessgases. Das aktive, potentialbelastete Plasma wird durch den Entladungsbereich zum Düsenkopf geleitet. Durch die elektrische Erdung des Düsenkopfes, besteht der austretende Plasmastrom aus einem weitestgehend potentialfreien Plasma. Neben statischen Düsenköpfen mit in eingeschränktem Umfang konfigurierbarer Geometrie des Plasmastrahls, sind auch rotierende oder parallel angeordnete Düsenköpfe zur Behandlung größerer Flächen erhältlich.[375]

[373] Zur Anwendung kam der Handbrenner FB25 der Firma Sura Instruments GmbH. Verfahrensbedingt darf die Oberflächenbehandlung nur mit dem oxidierenden Teil der Brennerflamme erfolgen. Daraus folgt ein Mindestabstand von 40 mm zwischen Düse und Substratoberfläche.

[374] Innerhalb der Arbeit wurde keine eigenständige Parameterstudie zur Flammenpyrolyse unternommen. Vielmehr wurde auf bestehenden Erkenntnisse aus C. Kothe 2013 zurückgegriffen. Die Düsenabstände und die Anzahl der Beschichtungsdurchläufe wurden in Abhängigkeit von den erzielten Ergebnissen für die Glas-Metall-Verbindung unter Einsatz des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL gewählt.

[375] Vergleiche weiterführend Beer 2009, Habenicht 2009, Seite 663 ff., Tendero 2006.

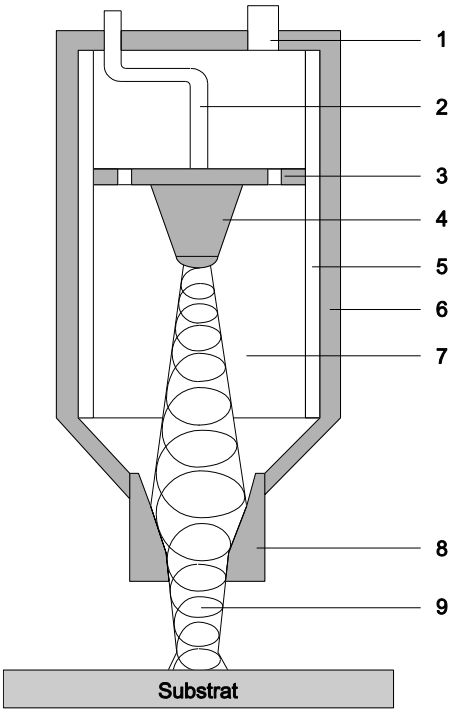


Bild 6.21
Schematische Darstellung des Atmosphärendruckplasmaverfahrens (Openair®-Plasma) nach Beer 2009.

1 Prozessgas
2 Spannungsversorgung
3 Blende
4 Elektrode
5 Isolator
6 Edelstahlgehäuse
7 Entladungszone
8 Düsenkopf
9 Potentialfreies Plasma

Für reproduzierbare Oberflächenqualitäten sind automatisierte Systeme zu bevorzugen. Das Verfahren ist inline-integrierbar und unter Nutzung mehrerer Plasmaerzeuger und Düsenköpfe auch für große Flächen geeignet. Anwendungsbeispiele für dieses Verfahren finden sich in der Halbleiter- und Elektronikindustrie, dem Automobilbau sowie der Medizintechnik. Im Bereich der Glasverarbeitung hat das Verfahren bisher keine praktische Relevanz.

Die hohe Intensität der Oberflächenbehandlung führt zu einer im Vergleich verringerten Behandlungsdauer. Gegenüber der vorab vorgestellten Flammenpyrolyse ist die thermische Beanspruchung des Substrats gering. Das Atmosphärendruckplasma befreit gereinigte Metalloberflächen in erster Linie von Restverschmutzung und Restbefettung, indem diese durch den Plasmastrahl verdampft oder auch in niedermolekulare Bestandteile, Kohlendioxid und Wasser umgesetzt werden. Über diese Feinreinigung hinaus, wird in der Literatur[376] von einem deutlich erhöhten Anteil an atomarem Sauerstoff im Plasmastrahl berichtet. In Abhängigkeit von der Intensität der Plasmabehandlung kann es hierdurch zur

[376] Vergleiche Pasedag 2003.

Veränderung der Oxidstruktur an der Metalloberfläche kommen. Die behandelten Substrate sind häufig durch eine erhöhte Oberflächenenergie gekennzeichnet. Neben einer verbesserten Benetzbarkeit konnten auch erhöhte Festigkeiten bei Klebverbindungen nachgewiesen werden.[377]

Für die experimentellen Untersuchungen wurde das Laborsystem Plasmatreater AS400[378] verwendet. Die Anlage verwendet als Prozessgas reine Druckluft. Die maßgebenden Parameter sind der Düsenabstand zur Substratoberfläche und die Verfahrgeschwindigkeit der Düse. Für den nichtrostenden Stahl wurden basierend auf vorangegangenen Parameterstudien ein Düsenabstand von 10 mm und eine Verfahrgeschwindigkeit von 50 m/min festgelegt. Auf die Modifikation der Glasoberfläche mit dem Atmosphärendruckplasmaverfahren wird verzichtet.[379]

Primer und Haftvermittler

Der Anwendungsbereich und die Funktionsweise von Primern und Haftvermittlern unterscheiden sich voneinander. Sollen infolge prozesstechnischer Rahmenbedingungen die oberflächenenergetisch aktivierten Substrate vor dem Verkleben über einen längeren Zeitraum gelagert werden, so kommt es abhängig von den Umgebungsbedingungen zu Desaktivierungsreaktionen. Hierdurch werden die erzielten, aber instabilen Oberflächenzustände herabgesetzt. Der Einsatz von Primern hat das Ziel, die Substratoberfläche durch Bildung einer Schicht zu konservieren und zu schützen. Ein Primer besteht in der Regel aus einem in organischer oder wässriger Lösung befindlichen Polymer, das eine dem Klebstoff vergleichbare chemische Zusammensetzung aufweist. Im einfachsten Fall besteht der Primer aus dem gelösten Klebstoff. Im getrockneten beziehungsweise ausgehärteten

377 Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 150 ff.

378 Die Laborplasmaanlage Plasmatreater AS400 verfügt über eine Verfahreinheit, die sowohl manuell als auch automatisch betrieben werden kann. Die Versuchsdurchführung erfolgt programmunterstützt. Steuerparameter sind der Düsenabstand, die Geschwindigkeit, der Spurabstand und die Probengröße. Die Energieentladeeinheit wird über einen Hochspannungstransformator versorgt. Im Normalbetrieb wird das Plasma mit öl- und wasserfreier Druckluft erzeugt. Darüber hinaus können weitere Ionisierungs- und Trägergase verwendet werden. Das Laborsystem verfügt ergänzend über eine integrierte Plasma-Polymerisierungseinheit. Für die Versuche wurde die Plasmadüse PFW10 genutzt. Vergleiche PLASMATREAT 2008.

379 Die Parameter für das Atmosphärendruckplasma wurden mit Hinblick auf die erzielten Ergebnisse aus C. Kothe 2013 entnommen.

Zustand bildet der Primer eine, die Oberfläche schützende, sehr dünne Polymerschicht aus. Unter dem Aspekt der Langzeitstabilität – in geringem Umfang auch einer während der Lagerung auftretenden Kontamination – ist die Polymerschicht unkritischer als die aktivierte Substratoberfläche. Der Primer sollte neben verbleibenden funktionellen Gruppen auch über eine Restreaktivität verfügen. Idealerweise kommt es nach dem Klebstoffauftrag beziehungsweise während der Härtung zur chemischen Reaktion zwischen Klebstoff und Primer sowie zur nachträglichen Vernetzung innerhalb der Primerschicht.[380]

Als Haftvermittler werden Monomere oder Oligomere bezeichnet, die eine chemische Bifunktionalität und somit die Bindungsfähigkeit sowohl hin zum anorganischen Substrat als auch hin zum Klebstoff aufweisen[381]. Sie dienen der Verbesserung der Klebeigenschaften, insbesondere der Festigkeit und der Alterungsbeständigkeit der Klebverbindung. Nachfolgend soll die Wirkungsweise eines Haftvermittlers am Beispiel der siliziumorganischen Verbindung (monomeres Silan) erläutert werden. Die Siliziumverbindung (Bild 6.22) besteht aus einem Siliziumatom mit drei hydrolysierbaren, organischen Resten (–OR) sowie einem kettenförmigen Molekül (–R‘–) mit endständiger funktioneller Gruppe (–X).

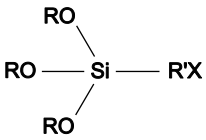


Bild 6.22
Allgemeine Strukturformel eines monomeren Silan-Haftvermittlers. Vergleiche Habenicht 2009, Seite 161.

Die organischen Reste (–OR)[382] reagieren unter Anwesenheit von Wasser durch Hyrolyse zu Silanol und niedermolekularen Spaltprodukten. Das reaktive Silanol kann mit der vorhandenen Oxid- und Hydroxidschicht des anorganischen Substrats sowohl Hauptvalenz- als auch Wasserstoffbrückenbindungen eingehen. Verbleibende Hydroxylgruppen

[380] Vergleiche weiterführend Brockmann 2005, Seite 92 ff., Habenicht 2009, Seite 165 ff.

[381] Neben klassischen Organosiloxanen und Organosilanen kommen mittlerweile auch Zirkoaluminat-Haftvermittler und chelatkomplexbildende Molekülgruppen als Haftvermittler zum Einsatz. Vergleiche Brockmann 2005, Seite 95 ff., Habenicht, Seite 165.

[382] Als organische Reste innerhalb der Silan-Haftvermittler sind die Methoxygruppen (Summenformel $–OCH_3$) oder Ethoxygruppen (Summenformel $–OCH_2CH_3$) gebräuchlich. Vergleiche beispielsweise Habenicht 2009, Seite 162.

reagieren darüber hinaus auch mit weiteren Silanmolekülen. Die funktionelle Endgruppe –X (Amino-, Mercaptan-, Methacryl- oder Vinylgruppen) lässt sich auf die chemische Struktur des nachfolgend aufgebrachten Klebstoffs abstimmen. Dadurch erreicht die Bindung zwischen Klebstoff und Haftvermittler meist eine hohe Festigkeit.[383]

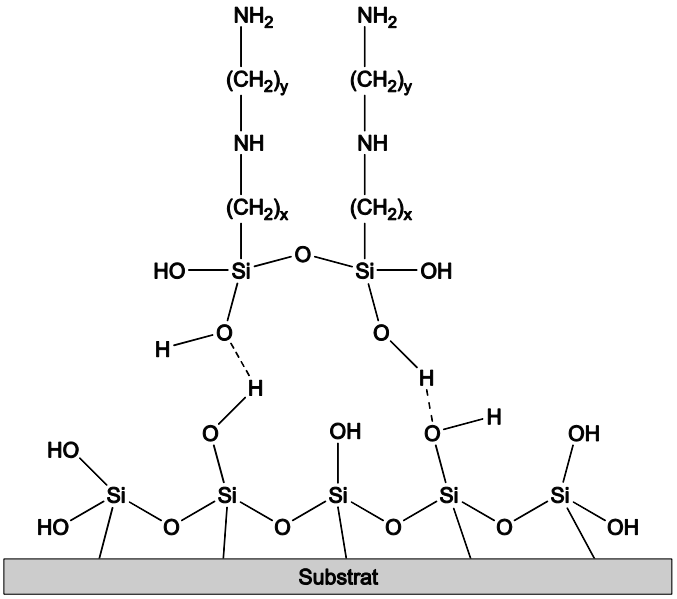


Bild 6.23
Struktur eines Silan-Haftvermittlers mit funktionellen Amingruppen. Die Verbindung zum Substrat erfolgt über Hauptvalenz- oder Wasserstoffbrückenbindungen. Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 76.

Die Trockenschichtdicke des Haftvermittlers wird überwiegend durch die Konzentration des Haftvermittlers in der Lösung bestimmt. Anzustreben ist eine möglichst geringe Schichtdicke, da die intermolekularen Kräfte zwischen den Silanmolekülen nur gering sind. Die Schichtdickenproblematik lässt sich zudem mithilfe so genannter self-assembly Haftvermittler umgehen, die selbstorganisierende Monomerschichten bilden[384]. Eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit, der Klebeigenschaften und des Alterungsverhaltens wurde durch die Synthetisierung von oligomeren Haftvermittlern unter Anwesenheit von katalytisch wirkenden Substanzen erzielt[385].

Für die Arbeit wurde der für anorganische Substrate wie Glas, Metalle und Keramik sowie für Epoxidharzklebstoffe funktionalisierte Haftvermittler SurALink® 021 verwendet.

[383] Vergleiche weiterführend Brockmann 2005, Seite 94 ff., da Silva 2011, Seite 119 ff., Habenicht 2009, Seite 161 ff., Plueddemann 1991.
[384] Vergleiche Kleinert 2007.
[385] Vergleiche Hartwig 2013.

Der Auftrag des Haftvermittlers erfolgt sprühend. Die Ruhephase der Proben betrug mindestens 20 Sekunden. Die Trocknung wurde visuell überprüft.

6.2.2 Oberflächenbehandlung des nichtrostenden Stahls

Für den Vergleich und die Bewertung der einzelnen Methoden werden die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen[386] und der Zylinderzugversuche an Metall-Metall-Verbindungen[387] herangezogen. Die gemittelten Kontaktwinkel[388] und die zugehörigen Standardabweichungen sind in Tafel 6.2 zusammengefasst. In den meisten Fällen findet eine teilweise Benetzung statt, so dass Kontaktwinkel bestimmt werden konnten. Bei sehr guter beziehungsweise bei vollständiger Benetzung der Oberfläche mit einer Prüfflüssigkeit sinken die Kontaktwinkel unter einen Wert von 10° und entziehen sich damit der messtechnischen Erfassung[389].

Kürzel	Diiodmethan	Benzylalkohol	Ethylenglycol	Wasser
V1E	58,1° ± 3,5°	31,0° ± 4,0°	54,8° ± 4,1°	75,8° ± 1,2°
V2E	38,3° ± 2,8°	17,2° ± 3,0°	28,5° ± 4,5°	33,2° ± 3,2°
V3E	37,6° ± 4,5°	26,7° ± 2,6°	<10,0°	<10,0°
V4E	33,6° ± 2,8°	<10,0°	15,7° ± 2,3°	<10,0°
V5E	40,5° ± 3,1°	<10,0°	19,6° ± 3,8°	32,4° ± 5,0°
V6E	35,1° ± 3,3°	14,9° ± 2,2°	24,8° ± 3,1°	15,3° ± 4,0°

Tafel 6.2
Mittelwerte und Standardabweichungen der Kontaktwinkel in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung und unterteilt nach den Prüfflüssigkeiten.

Oberflächenenergetische Größen, wie die Oberflächenspannung des flüssigen Klebstoffs und die freie Oberflächenenergie der Substrate, dienen zur Vorhersage des Benetzungsverhaltens. Durch die Aufteilung in disperse und polare Anteile kann darüber hinaus auf mögliche Wechselwirkungen in der Grenzfläche zwischen Klebstoff und Substrat geschlossen werden. Insbesondere die mit der Oberflächenaktivierung ansteigenden polaren Anteile sind hierbei von Interesse.
Die dispersen Anteile liegen für alle Verfahren eng beieinander und bewegen sich im Bereich zwischen 23,7 mN/m und

386 Vergleiche weiterführend Kapitel 4.6.

387 Vergleiche weiterführend Kapitel 4.3.2.

388 Hinsichtlich der Dokumentation der Ergebnisse und der Darstellung der OWRK-Diagramme vergleiche Kapitel A4.4 des Anhangs.

389 Für die Berechnung der freien Oberflächenenergie werden in solchen Fällen – für das OWRK-Verfahren auf der sicheren Seite liegend – Kontaktwinkel von 10° verwendet.

27,7 mN/m. Die polaren Anteile sind nach der Standardreinigung mit 7,9 mN/m vergleichsweise gering. Durch die zusätzliche Anwendung des Haftvermittlers erhöht sich der polare Anteil auf 29,3 mN/m. Die Aktivierung der Oberfläche durch Flammenpyrolyse (55/6) steigert den polaren Anteil auf 38,7 mN/m. Die zusätzliche Anwendung des Haftvermittlers führt demgegenüber zu keiner klaren Veränderung. Das Atmosphärendruckplasma (10/50) bewirkt gegenüber dem Ausgangszustand eine nennenswerte Aktivierung der Oberfläche. Durch den ergänzenden Einsatz des Haftvermittlers wird für den polaren Anteil ein Wert von 35,0 mN/m erreicht.[390]

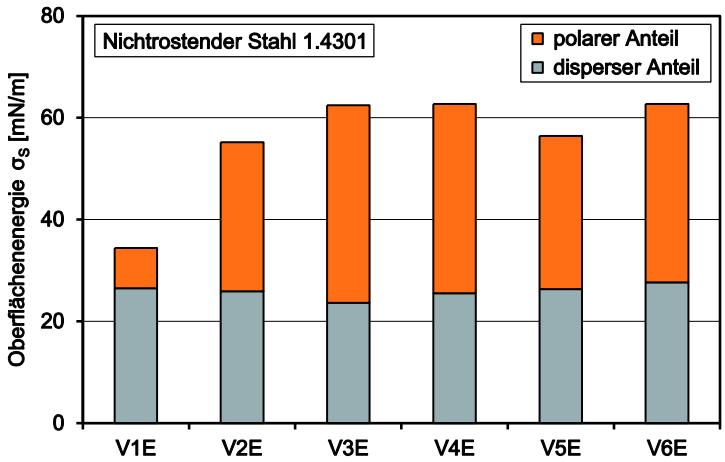


Bild 6.24
Freie Oberflächenenergie für den untersuchten nichtrostenden Stahl in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung. Die Bestimmung der dispersen und polaren Anteile erfolgte nach dem OWRK-Verfahren.

Eine Prognose zum Benetzungsverhalten des Klebstoffs auf einer Oberfläche kann mithilfe der so genannten “Wettability Envelope“[391] gegeben werden. Die Kurven in Bild 6.25 umschließen, in Abhängigkeit vom der gewählten Methode, den

[390] Weiterführende Untersuchungen zur Oberflächenbehandlung von verschiedenen, bauaufsichtlich zugelassenen nichtrostenden Stählen finden sich in Weller 2014a.

[391] Mithilfe der dispersen und polaren Anteile der Oberflächenenergie und der Annahme einer vollständigen Benetzung (Kontaktwinkel $\theta = 0°$) können, durch Umkehrung des OWRK-Verfahrens, die Kurven des so genannten Wettability Envelope (englisch: wettability = „Benetzbarkeit“ und envelope = „Hülle“) bestimmt werden. Liegen die Anteile der Oberflächenspannung einer Flüssigkeit innerhalb der durch die Kurve umschlossenen Fläche, so kann von vollständiger Benetzung ausgegangen werden. Vergleiche weiterführend Kinloch 1995, Seite 47 ff.

Bereich vollständiger Benetzbarkeit. Der einzelne Punkt ordnet den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL[392,393] mit den Anteilen seiner Oberflächenspannung ein. In der Gesamtbetrachtung lassen alle Methoden eine vollständige Benetzung der Oberfläche durch den Klebstoff erwarten. Die Oberflächenaktivierung durch die Methoden V2E bis V6E führt zu einer Erweiterung des Bereichs. Dies betrifft insbesondere die Benetzung mit Flüssigkeiten, die über eine Oberflächenspannung mit hohem polaren Anteil verfügen.

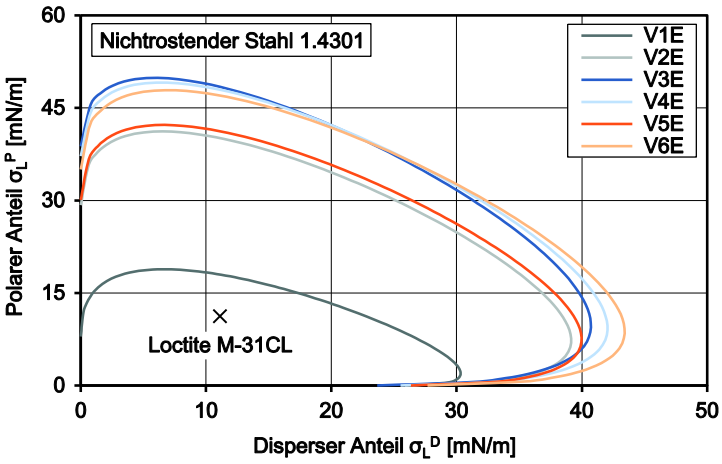


Bild 6.25
Bereich vollständiger Benetzung für den untersuchten nichtrostenden Stahl in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung.

Das Kreuz ordnet den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL hinsichtlich seiner Oberflächenspannungsanteile ein.

[392] Die Oberflächeneigenschaften des Klebstoffs wurden im Rahmen des BMBF-Forschungsvorhabens GLASKONNEX-Transfer als Forschungsleistung Dritter durch die Firma KRÜSS ermittelt. Der Wert der Oberflächenspannung des Klebstoffs wurde mit der Methode des hängenden Tropfens nach DIN 55660-3 bestimmt. Die Analyse wurde unmittelbar im Anschluss an die Mischung der Klebstoffkomponenten mit dem Gerät KRÜSS DSA100 durchgeführt. Es wurden 12 frisch gebildete hängende Tropfen mit einem Volumen von (5,8 ± 0,5) µl vermessen und ausgewertet. Der Mittelwert der Oberflächenspannung beträgt 22,27 mN/m bei einer Standardabweichung von 0,04 mN/m. Für die Aufteilung in dispersen und polaren Anteil wurde das in Norm DIN 55660-5 beschriebene Verfahren verwendet. Hierfür wird der Kontaktwinkel des Klebstoffs auf einem Festkörper mit rein dispersem Anteil der freien Oberflächenenergie bestimmt. Als Festkörper kam Polydimethylsiloxan (PDSM) mit einer Oberflächenenergie von 20,03 mN/m zum Einsatz. Mit dem Kontaktwinkelmessgerät KRÜSS DSA30 wurden 9 Tropfen des frisch gemischten Klebstoffs analysiert. Das dosierte Tropfenvolumen lag bei 3 µl. Mithilfe des OWRK-Verfahrens wurde der disperse Anteil mit einem Wert von (11,2 ± 0,4) mN/m und der polare Anteil mit einem Wert von (11,1 ± 0,4) mN/m berechnet. Vergleiche Applikationsbericht KRÜSS 2015.

[393] Der für die Berechnung der Oberflächenspannung notwendige Wert der Dichte wurde nach Norm EN 542 am flüssigen Klebstoff bestimmt. Verwendet wurden Gay-Lussac-Pyknometer mit einem Nennvolumen von 25 ml. Der aus drei Messungen gemittelte Wert der Dichte beträgt 1,136 g/cm^3 mit einer Standardabweichung von 0,001 g/cm^3.

Die Kontaktwinkelmessungen und die abgeleiteten Werte der Oberflächenspannung sind nicht ausreichend, um die Eignung der einzelnen Oberflächenbehandlungsverfahren zu bewerten. Insbesondere festigkeitsbeeinflussende physikalische und chemische Wechselwirkungen zwischen Substrat und Klebstoff werden nicht hinreichend erfasst. Daher wurde ergänzend die Haftfestigkeit an stumpf aneinander geklebten Metallzylindern ermittelt. Jede Stichprobe hatte einen Umfang von 20 Prüfkörpern. Die Zylinderzugprüfungen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Einzelergebnisse sind in Bild 6.26 als Box-Whisker-Plot und die 5 %-Fraktile der Anfangsfestigkeit in Bild 6.27 dargestellt.[394]

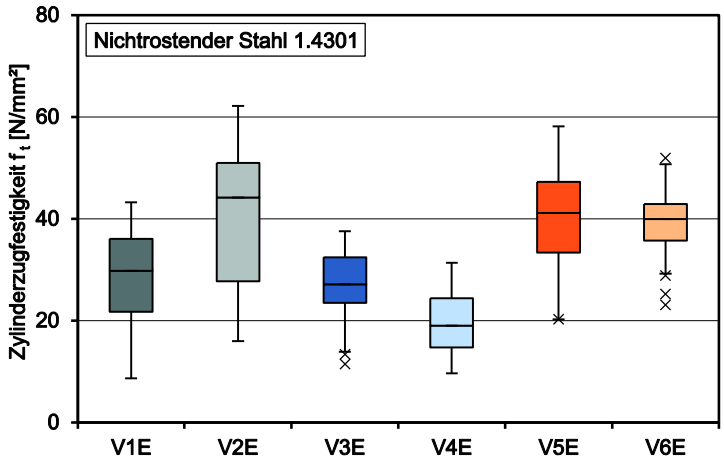


Bild 6.26
Zylinderzugversuch. Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung.

Die Stichprobe mit Prüfkörpern, die ausschließlich der Standardreinigung unterzogen wurden, erreichte einen Erwartungswert von 28,8 N/mm² und ein 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit bei 13,0 N/mm². Die Mehrzahl der Prüfkörper versagte mit Mischbruch.[395,396]

Ein ergänzender Einsatz des Haftvermittlers führt bei der Zylinderzugprüfung zu einem Erwartungswert von 40,8 N/mm² und einem 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit von

[394] Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A4.5 dokumentiert.

[395] Die angegebenen, wie auch alle nachfolgend genannten Ergebnisse basieren auf der Modellannahme einer logarithmisch normalverteilten Stichprobe. Das Einzelergebnis mit dem Wert 8,6 N/mm² wurde als ausreißerverdächtig identifiziert. Der Wert wurde nicht ausgeschlossen. Vergleiche Anhang, Kapitel A4.5.

[396] Vergleichbare Untersuchungen aus C. Kothe 2013, Seite 210 (Stichprobe mit gereinigter Metalloberfläche) ergeben einen Erwartungswert von 27,8 N/mm² und ein 5 %-Fraktil der Festigkeit von 11,7 N/mm².

16,9 N/mm². Dabei stellen das adhäsive Versagen und der Mischbruch die beiden wesentlichen Bruchbilder dar.[397]

Durch die Anwendung der Flammpyrolyse (55/6) auf der Oberfläche des nichtrostenden Stahls konnte keine Verbesserung der Festigkeit erzielt werden. Sowohl der Erwartungswert mit 26,9 N/mm² als auch das 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit mit 13,4 N/mm² liegen auf dem Niveau der Stichprobe mit Standardreinigung. Dieser Befund überrascht sowohl im Hinblick auf die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung als auch im Vergleich mit in der Literatur[398] zu findenden Ergebnissen. Das Bruchbild ist überwiegend geprägt von Mischbrüchen. Vereinzelt war kohäsives Versagen zu beobachten.[399]

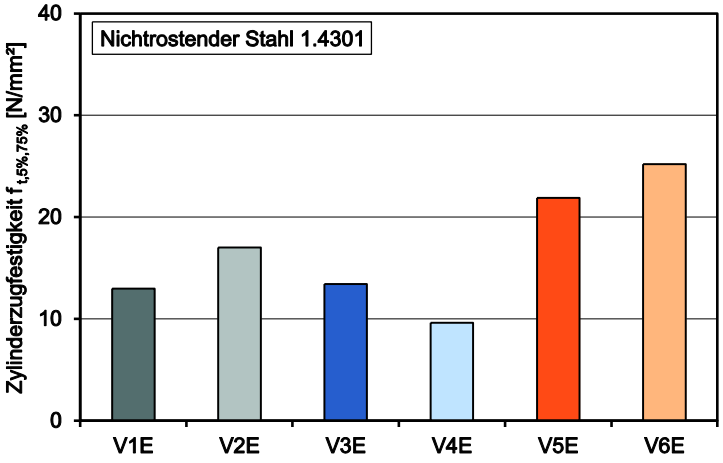


Bild 6.27
Zylinderzugversuch. Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeit in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung.

Der geringste Wert innerhalb der Versuchsserien wurde bei der Stichprobe mit Oberflächensilikatisierung durch Flammpyrolyse und anschließendem Haftvermittlereinsatz gemessen. Der Erwartungswert und das 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit erreichen nur etwa 70 % der Ausgangswerte. Als Bruchbild wurde fast ausschließlich Mischbruch festgestellt.

397 Die Verteilung der Stichprobe ist linksschief, daher überschreiten die statistischen Prüfgrößen T_{N14}, T_{N17}, T_{NEP} ihre kritischen Werte. Vergleiche Anhang, Kapitel A4.5.

398 Für eine Stichprobe mit gleichem nichtrostenden Stahl und gleicher Oberflächenbehandlung ist in C. Kothe 2013, Seite 219 ein Erwartungswert von 31,3 N/mm² und ein 5 %-Fraktil der Festigkeit von 16,3 N/mm² dokumentiert.

399 Die im Box-Whisker-Plot punktuell dargestellten Einzelergebnisse wurden nicht als ausreißerverdächtig eingestuft. Die statistischen Prüfgrößen T_{N14}, T_{N17}, T_{NEP} weisen auf eine Abweichung von der Verteilungsannahme hin. Vergleiche Anhang, Kapitel A4.5.

Auch bei dieser Stichprobe ist eine Diskrepanz zu den aus der Kontaktwinkelmessung abgeleiteten Erwartungen festzustellen.

Die Stichprobe, deren Oberflächen mit dem Atmosphärendruckplasma (10/50) behandelt wurden, erreicht einen Erwartungswert von 40,6 N/mm^2. Das zugehörige 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit liegt bei 21,9 N/mm^2. Mit 12 Prüfkörpern ist adhäsives Versagen die häufigste Bruchursache.[400]

Die Kombination aus Atmosphärendruckplasma und Primer führt, gegenüber der ausschließlichen Anwendung des Atmosphärendruckplasmas, zu einer verbesserten statistischen Verteilung der Stichprobe. Dem Erwartungswert von 39,0 N/mm^2 steht ein 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit von 25,1 N/mm^2 gegenüber. Innerhalb der Stichprobe war adhäsives Versagen mit 13 Fällen überproportional vertreten.[401]

Der gewählte Klebstoff benetzt unabhängig von der Methode der Oberflächenbehandlung den nichtrostenden Stahl vollständig. Der Zielwert[402] für das 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit von 8,5 N/mm² wird ebenfalls von allen Stichproben erreicht. Für die weiterführenden Untersuchungen wird aufgrund der sehr guten Benetzbarkeit und der hohen Festigkeit die Methode V6E gewählt.

6.2.3 Oberflächenbehandlung des Glases

Nachfolgend sind die Ergebnisse zur Auswahl des Oberflächenbehandlungsverfahrens auf Glas zusammengestellt. Wie bereits vorab beschrieben, wird auf die Anwendung des Atmosphärendruckplasmas verzichtet, da bisher keine Relevanz dieses Verfahrens für in der Praxis gängige Glasformate erkennbar ist. Nachfolgend sind Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung in Tafel 6.3 aufgeführt. Die Prüfflüssigkeiten, mit Einschränkungen beim nicht polaren Diiodmethan, benetzen die Atmosphärenseite des Glases in den

[400] Die Oberflächenbehandlung des nichtrostenden Stahls mit Atmosphärendruckplasma führte bei vorangegangenen Versuchen zu einem Erwartungswert von 32,8 N/mm^2 und zu einem 5 %-Fraktil der Anfangsfestigkeit von 19,9 N/mm^2. Vergleiche C. Kothe 2013, Seite 225.

[401] Die im Box-Whisker-Plot punktuell dargestellten Einzelergebnisse wurden nicht als ausreißerverdächtig eingestuft. Die statistischen Prüfgrößen T_{N14}, T_{NEP} weisen auf eine Abweichung von der Verteilungsannahme hin. Vergleiche Anhang Kapitel A4.5.

[402] Vergleiche Tafel 5.4.

meisten Fällen gut[403] und in Einzelfällen sogar vollständig. Dies deutet für alle untersuchten Varianten auf einen hohen polaren Anteil der Oberflächenspannung hin.[404]

Kürzel	Diiodmethan	Benzylalkohol	Ethylenglycol	Wasser
V1G	46,8° ± 1,8°	28,1° ± 1,4°	22,7° ± 2,4°	21,6° ± 2,1°
V2G	37,5° ± 1,2°	14,5° ± 1,7°	24,7° ± 1,2°	21,1° ± 2,1°
V3G	42,6° ± 3,4°	24,9° ± 1,8°	<10,0°	<10,0°
V4G	44,6° ± 2,6°	14,0° ± 1,6°	27,4° ± 0,8°	16,0° ± 2,0°

Tafel 6.3
Mittelwerte und Standardabweichungen der Kontaktwinkel in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung und unterteilt nach den Prüfflüssigkeiten.

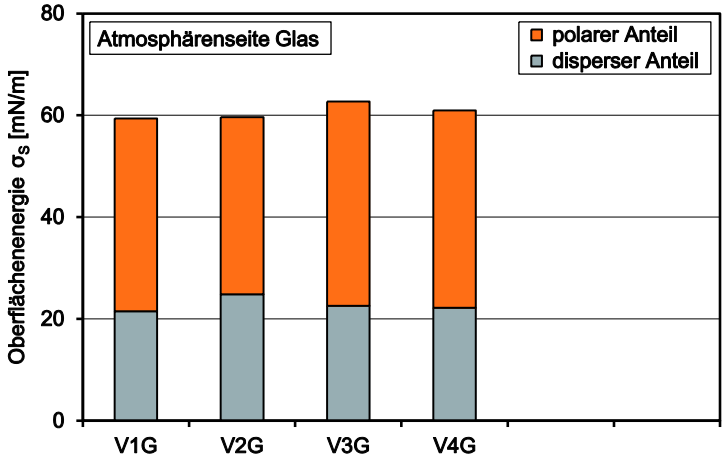
Die mit dem OWRK-Verfahren bestimmten Oberflächenenergien und ihre Anteile sind in Bild 6.28 dargestellt. Für alle vier untersuchten Methoden erreicht die freie Oberflächenenergie den sehr guten Wert von 60 mN/m und darüber. Der disperse Anteil variiert zwischen 21,5 mN/m und 24,8 mN/m. Die gereinigte, ansonsten unbehandelte Atmosphärenseite des Glases besitzt bereits einen nennenswerten polaren Anteil der freien Oberflächenenergie. Der polare Anteil wurde zu 37,8 mN/m bestimmt und ist im Vergleich mit Literaturangaben[405] relativ hoch. Nach dem ergänzenden Haftvermittlereinsatz beträgt der polare Anteil 34,8 mN/m. Die Flammenpyrolyse (45/6) auf der Glasoberfläche führt zu einem Wert von 40,1 mN/m für den polaren Anteil. Dieser Wert sinkt leicht auf 38,8 mN/m, wenn die flammenpyrolysierte Oberfläche zusätzlich mit einem Primer behandelt wird. Insgesamt betrachtet, führen alle Methoden zu ähnlichen Ergebnissen. Dies zeigt sich auch in den nachfolgend dargestellten Wettability Envelopes (Bild 6.29).

[403] Bei einem Kontaktwinkel von weniger als 30° spricht man von einer guten Benetzbarkeit.

[404] Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung sind im Anhang, Kapitel A4.4 dokumentiert.

[405] Abweichende Ergebnisse finden sich beispielsweise in C. Kothe 2013, Seite 156. Die schwankenden Oberflächeneigenschaften von Flachgläsern sind bekannt. Die Oberflächenspannung und ihre Anteile können etwa durch Verunreinigung, die Glasseite (Atmosphären oder Badseite), das Alter der Glasscheibe oder die Bedingungen bei der Vorspannung beeinflusst werden. Zum Einfluss der einzelnen Parameter und zu möglichen Wechselwirkungen sind keine Studien bekannt.

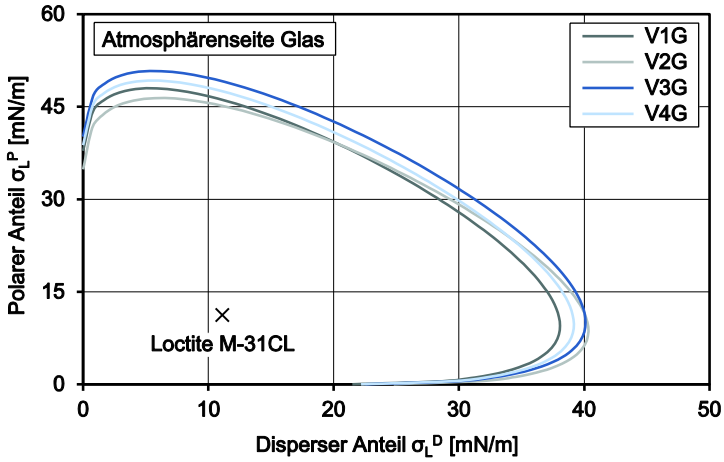
Bild 6.28
Freie Oberflächenenergie für das untersuchte Glas in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung. Die Bestimmung der dispersen und polaren Anteile erfolgte nach dem OWRK-Verfahren.



Nennenswerte Unterschiede hinsichtlich Form und Ausdehnung der Bereiche mit vollständiger Benetzung sind nicht erkennbar. Für alle untersuchten Methoden liegt der Klebstoff mit seinen Anteilen der Oberflächenspannung innerhalb der Bereiche mit vollständiger Benetzung.

Bild 6.29
Bereiche vollständiger Benetzung für das untersuchte Glas in Abhängigkeit von der Methode der Oberflächenbehandlung.

Das Kreuz ordnet den Klebstoff Loctite Hysol M-31CL hinsichtlich seiner Oberflächenspannungsanteile ein.



Als weiteres Kriterium für die Auswahl einer geeigneten Oberflächenbehandlung, wird die Haftfestigkeit der Glas-Metall-Verbindung[406] herangezogen. Die erste Stichprobe, deren Prüfkörper lediglich eine gereinigte Glasoberfläche besitzen, erreicht einen Erwartungswert von 34,0 N/mm² sowie

[406] Die Nenndicke der Verglasung wurde für diese und die noch folgenden Untersuchungen von 8 mm auf 15 mm erhöht, um die Wahrscheinlichkeit von Substratbrüchen des Glases zu verringern. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A4.5 dokumentiert.

ein 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit von 17,8 N/mm². Das dominierende Bruchbild ist der Mischbruch.[407]

Durch den zusätzlichen Haftvermittlerauftrag wird bei der Stichprobe V2G der Erwartungswert auf 34,4 N/mm² und das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit auf 21,8 N/mm² gesteigert. Das maßgebende Bruchbild ist wiederum der Mischbruch.[408]

Die besten Ergebnisse sowohl für den Erwartungswert als auch für das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit erreicht, mit Werten von 41,2 N/mm² beziehungsweise 23,9 N/mm², die Versuchsreihe mit flammenpyrolysierter Glasoberfläche (45/6). Dabei versagte die Klebverbindung überwiegend mit einem Mischbruch.[409,410]

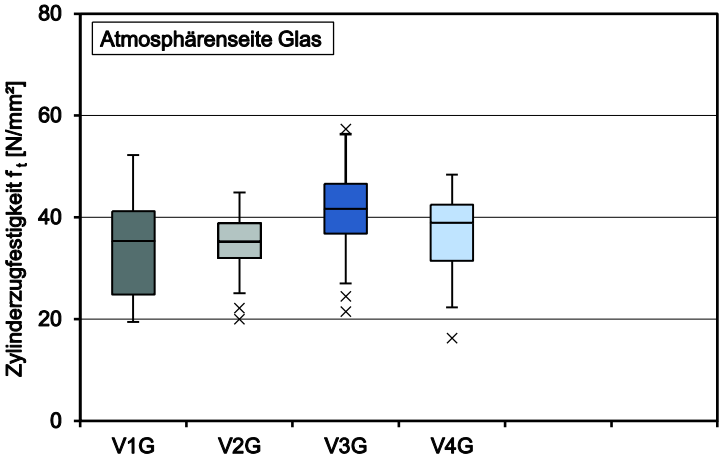


Bild 6.30
Zylinderzugversuch. Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit in Abhängigkeit von der Methode der Oberflächenbehandlung.

[407] Die Ergebnisse aus C. Kothe 2013, Seite 211 (Stichprobe mit gereinigter Glasoberfläche) ergeben einen Erwartungswert von 22,7 N/mm² und ein 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit von 11,0 N/mm². Diese Ergebnisse decken sich mit den eigenen Ergebnissen zur Bestimmung der Anfangsbruchfestigkeit aus Kapitel 5.4. Beide Versuchsserien versagten überwiegend mit Substratbruch des Glases.

[408] Der Box-Whisker-Plot zeigt für die Stichprobe V2G zwei Extremwerte an. Dadurch übersteigen die statistischen Prüfgrößen T_{N14}, T_{N17} und T_{NEP} ihre kritischen Werte. Vergleiche Anhang, Kapitel A4.5.

[409] Der Box-Whisker-Plot deutet in beide Richtungen auf extreme Ergebniswerte hin. Die kritischen Werte der Prüfgrößen T_{N14} und T_{NEP} werden überschritten. Vergleiche Anhang, Kapitel A4.5.

[410] Die Ergebnisse einer vergleichbaren Stichprobe sind in C. Kothe 2013, Seite 219 festgehalten. Der Erwartungswert ist 23,7 N/mm². Das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit erreicht einen Wert von 16,3 N/mm².

Der zusätzliche Haftvermittler führt gegenüber der Stichprobe V3G zu geringfügig fallenden Ergebnissen. Dies gilt sowohl für den Erwartungswert von 36,8 N/mm² als auch für das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit mit 20,6 N/mm². Die Stichprobe versagt fast ausschließlich mit Mischbruch.[411]

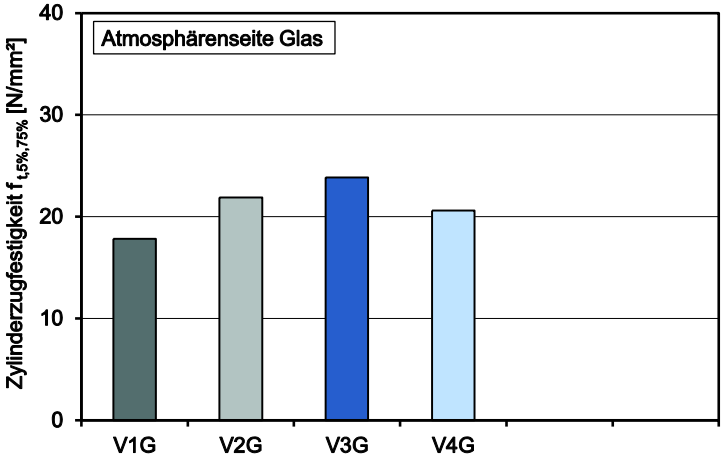


Bild 6.31
Zylinderzugversuch. Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeit in Abhängigkeit von der Methode der Oberflächenbehandlung.

Die Atmosphärenseite des Glases wird bei allen untersuchten Varianten der Oberflächenbehandlung vom Klebstoff vollständig benetzt. Die 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeit überschritten bei allen Stichproben den Zielwert von 8,5 N/mm². Traten bei den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl noch bei acht von zehn Proben teilweiser oder vollständiger Glasbruch auf, so war dieses Bruchbild innerhalb der hier vorgestellten Versuchsserien nur zweimal zu beobachten. Insbesondere bei der Stichprobe V3G versagte kein Prüfkörper rein adhäsiv auf der Glasoberfläche. Auch bei den analysierten Mischbrüchen war keine teilweise adhäsive Ablösung auf dem Glas zu finden. Dies erklärt auch, warum sich die erzielte Festigkeit auf dem Niveau der Metall-Metall-Verbindung befindet. Die Methode V3G erzielte neben einem sehr guten Benetzungsverhalten auch die beste Festigkeit der Glas-Metall-Verbindung. Sie kommt daher für die weiterführenden Untersuchungen zum Einsatz.

[411] Das Einzelergebnis mit dem Wert 16,2 N/mm² wird als Fastausreißer eingestuft. Der Wert wurde nicht von der Auswertung ausgeschlossen. Vergleiche Anhang, Kapitel A4.5.

7 Charakterisierung der Klebverbindung

7.1 Einsatztemperaturbereich

Für die weiteren Untersuchungen muss die obere Grenze des Einsatztemperaturbereichs bestimmt werden. Eine Beschränkung ist notwendig, da trotz verbesserter Klebstoffhärtung keine ausreichende Temperaturstabilität erzielt wurde. Als Indikatoren werden der Zugspeichermodul sowie die Anfangsbruchfestigkeit der Glas-Metall-Verbindung herangezogen.

Das Thermogramm zeigt die Mittelwerte der Mehrfrequenzmessung[412] (Bild 7.1). Durch die veränderten Härtungsbedingungen kommt es neben einer Verschiebung der Anfangstemperatur auch zu einer Ausdehnung des Glasübergangsbereichs. Der Zugspeichermodul ist im energieelastischen Bereich kaum frequenzabhängig. Die Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs ist frequenzabhängig und steigt von +46 °C auf +51 °C. Innerhalb der anschließenden Modulstufe prägt sich eine deutliche Frequenzabhängigkeit der Steifigkeit aus. Dieser Aspekt wurde bereits bei den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl beobachtet[413]. Das entropieelastische Plateau wird bei einer Temperatur von +70 °C und darüber erreicht. Gleichzeitig sinkt auch die Abhängigkeit von der Messfrequenz wieder.

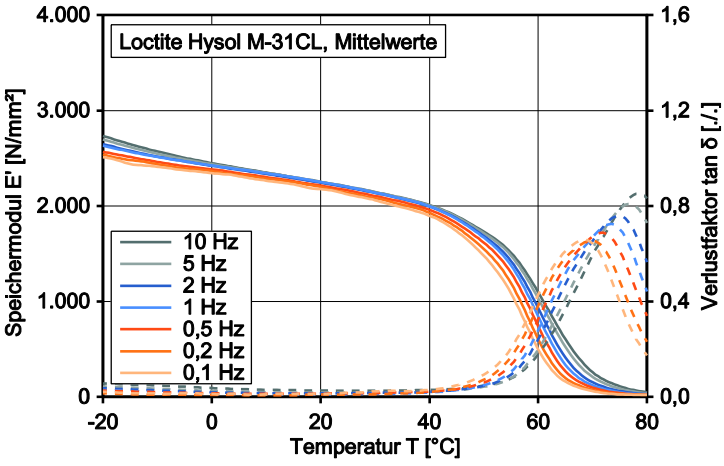


Bild 7.1
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL der Firma Henkel nach angepasster Härtung. Der Verlauf des Speichermoduls ist als durchgezogene Linie und der Verlauf des Verlustfaktors ist als gestrichelte Linie dargestellt.

[412] Die gemittelten Ergebnisse basieren auf einem Stichprobenumfang von fünf Proben. Die Messfrequenzen sind 0,1 Hz, 0,2 Hz, 0,5 Hz, 1 Hz, 2 Hz, 5 Hz und 10 Hz. Die Heizrate wurde mit 1 K/min gewählt. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A5.2 dokumentiert.

[413] Vergleiche Kapitel 5.3.1.

Überträgt man die Ergebnisse der DMA in eine isotherme Darstellung, ergibt sich nachfolgendes Diagramm (Bild 7.2). Der abgebildete Temperaturbereich wurde auf +40 °C bis +80 °C mit einer Schrittweite von 10 K begrenzt. Dabei ist der Einfluss der Messfrequenz auf den Zugspeichermodul vor allem für die Temperaturen +50 °C (1.443 N/mm² bis 1.726 N/mm²), +60 °C (492 N/mm² bis 1.058 N/mm²) und +70 °C (42 N/mm² bis 264 N/mm²) gut erkennbar.

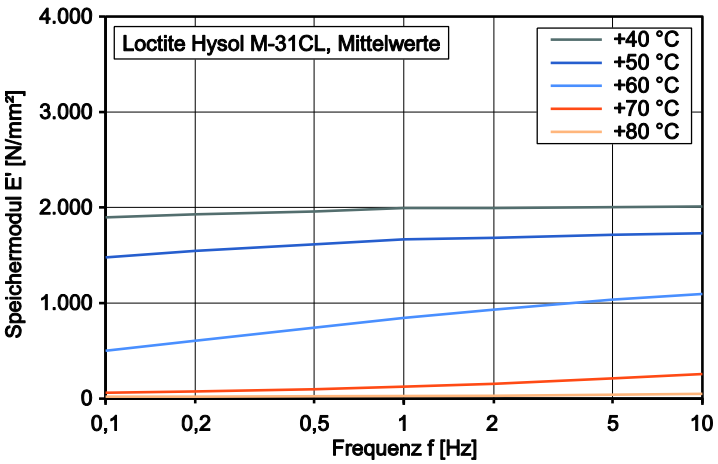


Bild 7.2
Thermogramm der Mehrfrequenzmessung des Klebstoffs Loctite Hysol M-31CL der Firma Henkel nach angepasster Härtung. Darstellung der Isothermen des Temperaturbereichs zwischen +40 °C und +80 °C.

Die beiden nachfolgenden Diagramme (Bild 7.3, Bild 7.4) zeigen die Versuchsergebnisse für die Anfangsfestigkeit mit variierter Prüftemperatur. Bei der Betrachtung der Box-Whisker-Plots fällt auf, dass die Streuung der Ergebnisse mit steigender Prüftemperatur deutlich zurückgeht. Im Vergleich mit dem auftretenden Steifigkeitsverlust im Glasübergangsbereich überrascht die Höhe der Anfangsfestigkeiten, vor allem bei den Prüftemperaturen +70 °C und +80 °C.

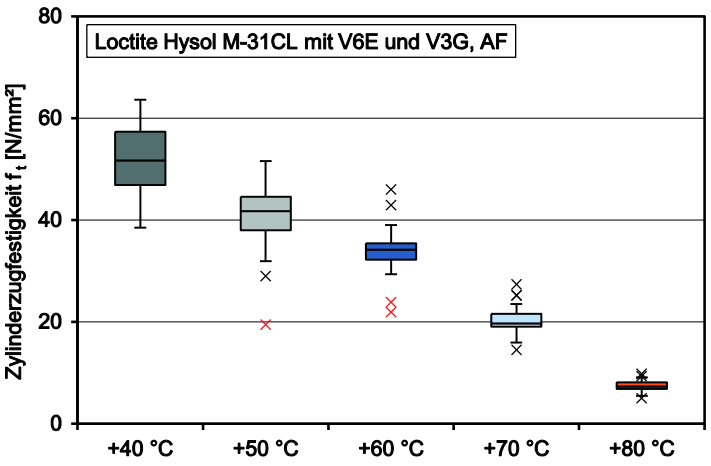


Bild 7.3
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeiten für die Prüftemperaturen +40 °C, +50 °C, +60 °C, +70 °C und +80 °C. Die markierten Beobachtungswerte (rote Kreuze) stellen ausreißerverdächtige Extremwerte dar.

Das mit der Temperaturerhöhung zunehmend duktilere Verhalten des Klebstoffs führt bei einer Prüftemperatur von +40 °C[414] zu Ergebnissen, die oberhalb des im Kapitel 6.2.3 ermittelten Werts für die Raumtemperatur liegen. Dies betrifft sowohl den Erwartungswert mit 51,8 N/mm² (41,2 N/mm² bei +23 °C) als auch das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit mit 39,2 N/mm² (23,9 N/mm² bei +23 °C). Die Stichproben der Prüftemperaturen +50 °C und +60 °C beinhalten ausreißerverdächtige Extremwerte[415,416]. Die Erwartungswerte liegen bei 40,8 N/mm² und 34,0 N/mm² sowie bereinigt um die ausreißerverdächtigen Extremwerte bei 41,8 N/mm² und 35,2 N/mm². Zur besseren Trendverfolgung werden beide 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeit sowohl unter Berücksichtigung der ausreißerverdächtigen Extremwerte (farbige Säulen) als auch unter Ausschluss dieser Werte (weiße Säule mit rotem Rand) berechnet.

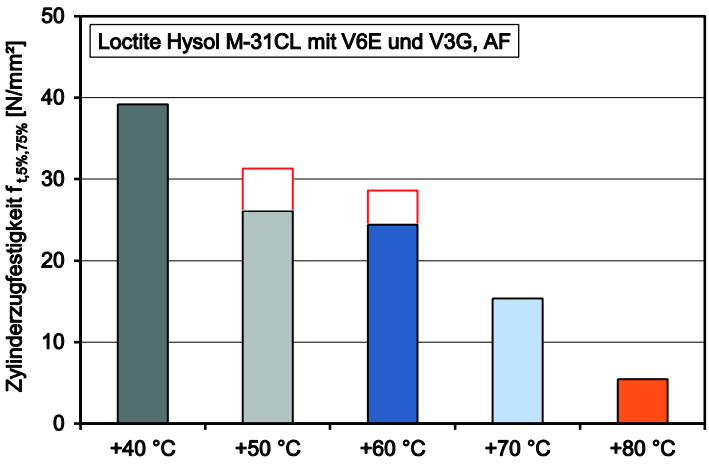


Bild 7.4
Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeiten für die Prüftemperaturen +40 °C, +50 °C, +60 °C, +70 °C und +80 °C. Die weißen, rot umrandeten Erweiterungen zeigen die Ergebnisse unter Ausschluss der ausreißerverdächtigen Extremwerte.

Bei den Stichproben mit den Prüftemperaturen von +70 °C und +80 °C nehmen die Anfangsbruchfestigkeiten weiter ab. Die Erwartungswerte liegen bei 20,5 N/mm² beziehungsweise 7,5 N/mm². Aufgrund der vergleichsweise geringen Streuung erreichen die zugehörigen 5 %-Fraktile Werte von 15,4 N/mm² und 5,5 N/mm².[417]

414 Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

415 Für die Stichprobe mit einer Prüftemperatur von +50 °C wird nur das Einzelergebnis von 19,5 N/mm² (rote Markierung) als Ausreißer eingestuft. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

416 Der Box-Whisker-Plot zeigt für die Stichprobe mit einer Prüftemperatur von +60 °C vier Extremwerte an. Nur die beiden unteren Einzelergebnisse mit den Werten 21,9 N/mm² und 23,8 N/mm² (rote Markierung) sind ausreißerverdächtig. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

417 Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

Vergleicht man die erreichten Zugspeichermoduln mit den Zielwerten aus Kapitel 5.2, so liegen diese für die Temperaturen von +40 °C und +50 °C weitestgehend oberhalb des unteren Zielwerts von 1.500 N/mm^2. Für eine Temperatur von +60 °C unterschreiten die Speichermoduln diesen unteren Zielwert und unterschreiten für eine Messfrequenz von 0,1 Hz sogar den unteren Grenzwert von 500 N/mm^2 leicht. Für die Temperaturen +70 °C und +80 °C führt die temperaturbedingte Erweichung zu wenig sinnvollen Modulwerten.

Beim Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeit mit dem unteren Zielwert von 8,5 N/mm^2 ist festzustellen, dass die Prüftemperaturen von +40 °C bis +70 °C dem Zielwert genügen. Das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit für eine Prüftemperatur von +80 °C liegt immer noch oberhalb des unteren Grenzwerts von 4,8 N/mm^2.

Die obere Temperaturgrenze für die weiterführenden Untersuchungen wird auf +60 °C festgelegt. Aufgrund der Ergebnisse der DMA-Untersuchung wird ein besonderes Augenmerk auf die Klebstoffeigenschaften sowie deren Abhängigkeit von der Prüfgeschwindigkeit gelegt.

7.2 Klebstoffkennwerte

7.2.1 Zugeigenschaften

Die Zugeigenschaften des Klebstoffs werden für die untere und obere Grenze des Einsatztemperaturbereichs sowie bei Raumtemperatur bestimmt. Dabei werden drei Prüfgeschwindigkeiten berücksichtigt, um auch das dehnratenabhängige Verhalten zu charakterisieren. Das nachfolgende Diagramm (Bild 7.5) stellt das Klebstoffverhalten für die Kombinationen beider Parameter dar.

Die Untersuchungen bei -20 °C sind für alle drei Prüfgeschwindigkeiten durch spröd brechendes Klebstoffverhalten gekennzeichnet. Zwar wird die Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehung im Verlauf der Zugprüfung nichtlinear, doch die Probekörper bilden keine Streckgrenze aus. Bei der Betrachtung der drei Kurven ist keine nennenswerte Abhängigkeit von der Prüfgeschwindigkeit erkennbar.[418]

[418] Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A5.3 dokumentiert.

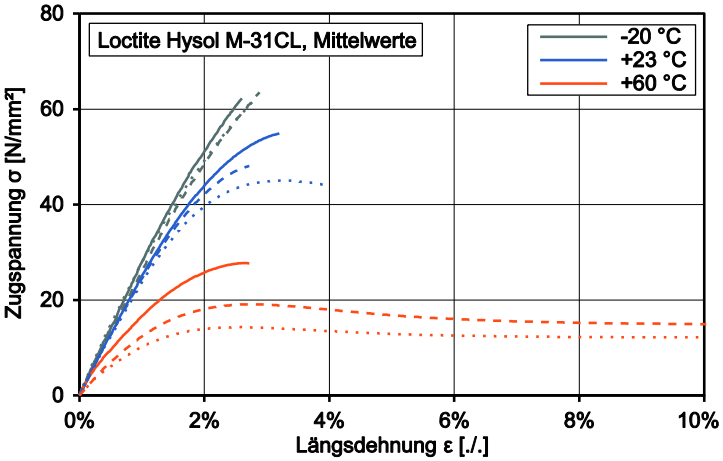


Bild 7.5
Zugspannungs-Längsdehnungs-Diagramm. Mittelwertkurven für die Prüftemperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C. Prüfgeschwindigkeiten 10 mm/min (Linie), 1 mm/min (Strichlinie) und 0,1 mm/min (Punktlinie).

Im Vergleich mit den Klebstoffeigenschaften bei einer Prüftemperatur von -20 °C sind die Zugeigenschaften bei Raumtemperatur durch geringere Festigkeiten und geringere Steifigkeiten charakterisiert. Durch das zunehmend duktilere Verhalten bilden alle Probekörper, die mit 0,1 mm/min untersucht wurden, sowie zwei Probekörper, die mit 1 mm/min untersucht wurden, Streckgrenzen aus. Für die Prüfgeschwindigkeit 10 mm/min sind maximale Zugspannung und Bruchspannung identisch. Im linearen Bereich der Mittelwertkurven unterscheiden sich die Steigungen der drei Stichproben auf den ersten Blick nur wenig. Die Abhängigkeit von der Prüfgeschwindigkeit zeigt sich vor allem in den erreichten Festigkeiten.[419]

An der oberen Grenze des Einsatztemperaturbereichs ist für die Prüfgeschwindigkeiten 0,1 mm/min und 1 mm/min jeweils duktiles Klebstoffverhalten zu beobachten. Bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min erreichen die Probekörper ebenfalls ihre Streckgrenze. Allerdings liegen die Bruchdehnungen in einem Bereich zwischen 2,9 % und 6,2 %. Die im Glasübergangsbereich zunehmende Dehnratenabhängigkeit zeigt sich sowohl beim Vergleich der Steifigkeiten als auch beim Vergleich der Festigkeiten.[420]

[419] Die Einzelergebnisse für die Prüftemperatur +23 °C sind im Anhang, Kapitel A5.3 dokumentiert.

[420] Die Stichprobe, die mit einer Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min geprüft wurde, zeigt eine deutliche Streuung der Einzelergebnisse hinsichtlich der erreichten Steifigkeit und hinsichtlich der erreichten Festigkeit. Die Einzelergebnisse für die Prüftemperatur +60 °C sind im Anhang, Kapitel A5.3 dokumentiert.

Das nachfolgende Diagramm (Bild 7.6) fasst die mittleren Zugelastizitätsmoduln zusammen. Klar erkennbar ist die Temperaturabhängigkeit der Modulwerte. Im Vergleich mit dem Zugspeichermodul (vergleiche Bild 7.1) fällt die Dehnratenabhängigkeit bei einer Prüftemperatur von -20 °C deutlich geringer aus. Der mittlere Zugelastizitätsmodul nimmt lediglich von 2.756 N/mm² auf 2.802 N/mm² zu. Bei Raumtemperatur verhält sich der Klebstoff nicht mehr ausschließlich energieelastisch. Somit erlangt die Prüfgeschwindigkeit einen zunehmenden Einfluss auf den Zugelastizitätsmodul, welcher sich von 2.351 N/mm² auf 2.490 N/mm² erhöht. Bei einer Prüftemperatur von +60 °C ist der Zusammenhang von steigender Prüfgeschwindigkeit und steigender Steifigkeit am deutlichsten erkennbar. Die mittleren Moduln steigen von 995 N/mm² auf 1.584 N/mm².

Bild 7.6
Vergleich der mittleren Zugelastizitätsmoduln. Auswertung der Ergebnisse für die Prüftemperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C bei Prüfgeschwindigkeiten von 10 mm/min, 1 mm/min und 0,1 mm/min.

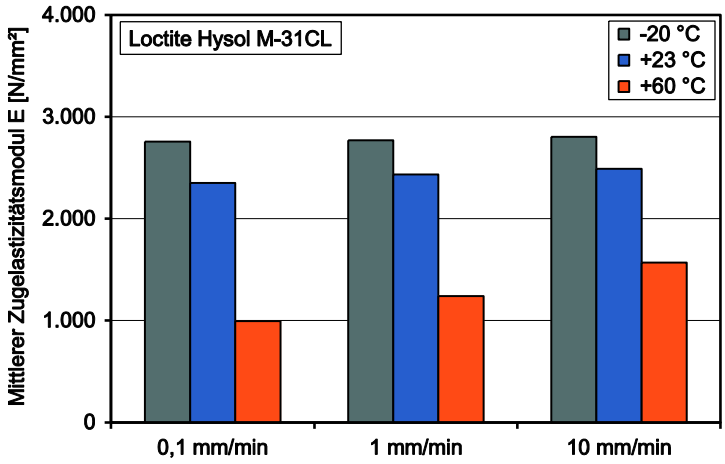
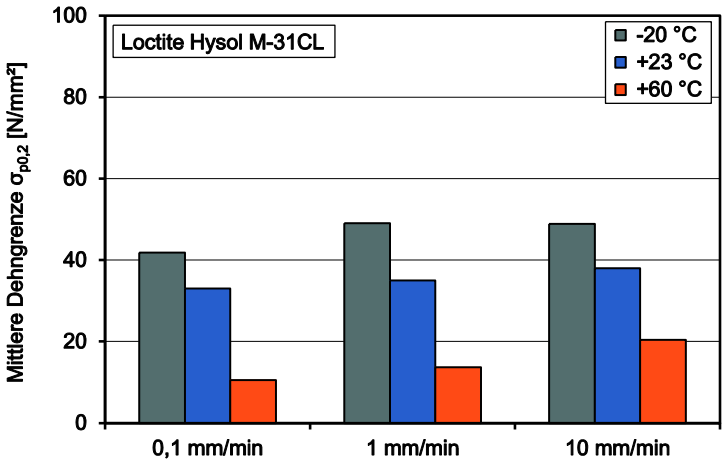


Bild 7.7
Vergleich der mittleren 0,2 %-Dehngrenzen. Auswertung der Ergebnisse für die Prüftemperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C sowie für die Prüfgeschwindigkeiten 10 mm/min, 1 mm/min und 0,1 mm/min.



Durch den nichtlinearen Verlauf der Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehung gelingt für alle Versuchsserien die Bestimmung der 0,2 %-Dehngrenze. In Bild 7.7 sind die Ergebnisse für die untersuchten Prüftemperaturen und Prüfgeschwindigkeiten zusammengefasst. Auch die mittleren Dehngrenzen zeigen im Vergleich eine deutliche Temperaturabhängigkeit. Für die Prüftemperatur von -20 °C fällt die Versuchsserie mit der Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min auf, deren 0,2 %-Dehngrenze einen Wert von 41,8 N/mm² erreicht. Die beiden weiteren Ergebnisse liegen mit Werten von 49,0 N/mm² und 48,9 N/mm² auf gleichem Niveau. Bedeutende Abhängigkeiten von der jeweiligen Prüfgeschwindigkeit zeigen die beiden verbleibenden Prüftemperaturen. Für die bei Raumtemperatur untersuchten Probekörper steigt die 0,2 %-Dehngrenze von 33,0 N/mm² auf 38,0 N/mm². Bei einer Prüftemperatur von +60 °C reichen die Ergebnisse von 10,6 N/mm² bis 20,5 N/mm². Damit liegen zumindest zwei Ergebnisse bei der höchsten Prüftemperatur unterhalb der Zielgröße von 20 N/mm².

Darüber hinaus wurde unter Zuhilfenahme von Dehnungsmessstreifen die Längsdehnungs-Querdehnungs-Beziehung (Bild 7.8) ermittelt. Die Auswertung erfolgte im Längsdehnungsbereich von 0,05 % bis 0,25 %. Die gewählte Prüfgeschwindigkeit liegt jeweils bei 1 mm/min. Als Prüftemperaturen wurden -20 °C, +23 °C und +60 °C betrachtet.

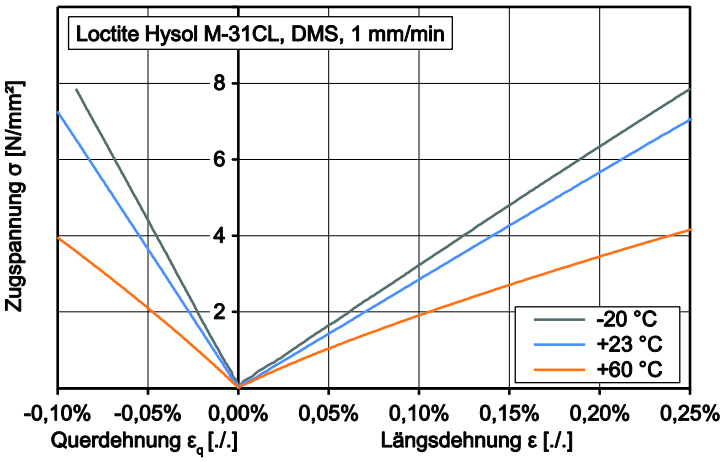


Bild 7.8
Längsdehnungs-Querdehnungs-Beziehung unter Zugbeanspruchung. Auswertung der Ergebnisse für die Temperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min.

Die Querdehnzahl von Kunststoffen hängt ähnlich wie der Elastizitätsmodul von der molekularen Struktur sowie deren Beweglichkeit ab. Für Kunststoffe im energieelastischen Zu-

stand wird häufig eine Querdehnzahl von etwa 0,35 angenommen. Eine Querdehnzahl von etwa 0,50 wird für inkompressibles und volumenkonstantes Werkstoffverhalten im entropieelastischen Zustand unterstellt.

Innerhalb der untersuchten Temperaturen findet der Übergang vom anfänglich energieelastischen zum entropieelastischen Zustand statt. Dieser Übergang ist von steigenden Querdehnzahlen gekennzeichnet. Bei einer Prüftemperatur von -20 °C wurde die Querdehnzahl zu 0,37 bestimmt. Bei Raumtemperatur steigt der Wert auf 0,39. Mit einer Querdehnzahl von 0,44 bei einer Prüftemperatur von +60 °C nähert sich der Klebstoff zunehmend inkompressiblem und volumenkonstantem Werkstoffverhalten an.[421]

7.2.2 Druckeigenschaften

Bei allen Versuchsserien zeigt der Klebstoff unter Druckbeanspruchung ein nichtlineares Verhalten ohne Materialbruch. Neben dem Erreichen der Quetschgrenze ist auch einsetzendes Stabilitätsversagen für die Minima der Druckspannung verantwortlich[422]. Die Probekörper waren am Ende der Untersuchung deutlich deformiert. Neben der kontinuierlichen Stauchung (Bild 7.9, links), dominiert das Beulen der Probekörperwandung (Bild 7.9, rechts).

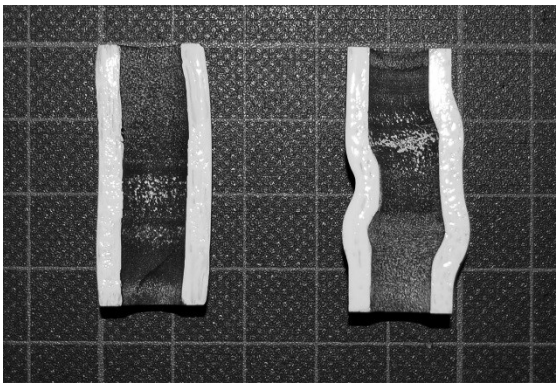


Bild 7.9
Deformation der Druckprobekörper am Beispiel von zwei mittig geschnittenen Probekörpern. Zur besseren Sichtbarkeit wurden die Schnittflächen weiß und der restliche Prüfkörper schwarz eingefärbt.

[421] Die berechneten Querdehnzahlen streuen innerhalb einer Versuchsserie. Für Mittelwerte und Standabweichung ergeben sich mit aufsteigender Prüftemperatur (0,37 ± 0,07), (0,39 ± 0,01) sowie (0,44 ± 0,04). Die Ergebnisse sind damit nicht signifikant voneinander verschieden. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A5.3 dokumentiert.

[422] Die Maxima der Druckspannung werden bei den Versuchsserien mit der Prüftemperatur von -20 °C erst bei Längsstauchungen erreicht, die oberhalb der normativ vorgeschlagenen nominellen Maximalstauchung von 4,9 % liegen. Die Berechnung der maximalen nominellen Stauchung erfolgte mit Gleichung (1) der Norm EN ISO 604.

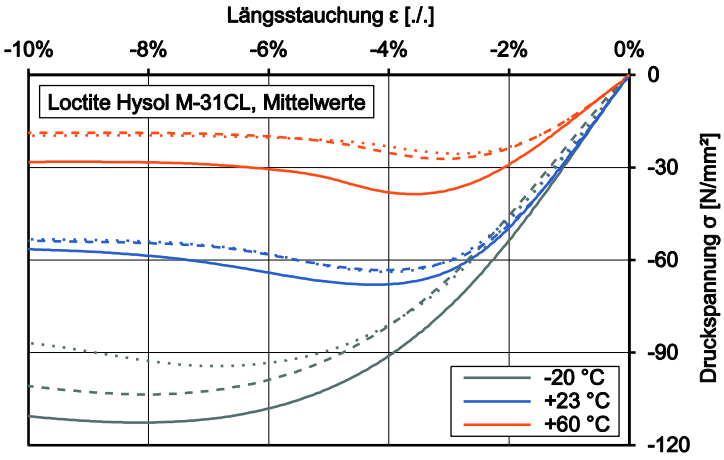


Bild 7.10
Druckspannungs-Längsstauchungs-Diagramm. Mittelwertkurven für die Temperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C. Prüfgeschwindigkeiten -4 mm/min (Linie), -0,4 mm/min (Strichlinie) und -0,04 mm/min (Punktlinie).

Das Druckspannungs-Längsstauchungs-Diagramm (Bild 7.10) zeigt die Mittelwertkurven für die untersuchten Prüftemperaturen und Prüfgeschwindigkeiten. Bei einer Prüftemperatur von -20 °C erreichen die Probekörper aller Versuchsserien eine Längsstauchung von 10 %. Die Abhängigkeit von der Prüfgeschwindigkeit ist sowohl anhand variierender Steifigkeiten als auch anhand unterschiedlicher minimaler Druckspannungswerte zu erkennen. Die erreichten absoluten Beträge der Druckfestigkeit liegen deutlich oberhalb der Zugfestigkeiten, wobei die Ergebnisse aufgrund des spröden Versagens der Zugprüfkörper nicht sinnvoll verglichen werden können.[423]

Bei Raumtemperatur kommt es, verglichen mit der Prüftemperatur von -20 °C, geschwindigkeitsabhängig zu einer geringfügigen Abnahme der Steifigkeit im linearen Bereich. Darüber hinaus bilden alle Versuchsserien eine Quetschgrenze aus. Die zugehörigen absoluten Beträge der Festigkeitswerte nehmen temperaturbedingt ab. Eine Abhängigkeit der minimalen Druckspannung von der Prüfgeschwindigkeit ist erkennbar, aber weniger ausgeprägt als bei den anderen Prüftemperaturen. Die Lage der Quetschgrenze verschiebt sich zu einer Längsstauchung von etwa -4 %.[424]

[423] Innerhalb einer Stichprobe werden fünf Probekörper untersucht. Eine Ausnahme ergibt sich für die Stichprobe, die mit einer Prüfgeschwindigkeit von -0,04 mm/min und einer Prüftemperatur von -20 °C untersucht wurde. Die zugehörige Mittelwertkurve basiert lediglich auf dem Ergebnis von 2 Probekörpern und ist somit unter Vorbehalt zu betrachten. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A5.4 dokumentiert.

[424] Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A5.4 dokumentiert.

Bei einer Prüftemperatur von +60 °C sinken, soweit dies sinnvoll feststellbar ist[425], Steifigkeit und der absolute Betrag der Festigkeit temperaturbedingt noch einmal. Während die Steigung im linearen Bereich der Kurven kaum von der Prüfgeschwindigkeit abzuhängen scheint, ist ein Unterschied bei den erreichten minimalen Druckspannungen erkennbar. Die Kurvenminima der meisten Einzelergebnisse sind um eine Längsstauchung von etwa -3% angeordnet.

Für alle Versuchsserien wurden die 0,2 %-Stauchgrenzen[426] (vergleiche Bild 7.11) ausgewertet. Erwartungsgemäß zeigen sich die mittleren Stauchgrenzen sowohl temperatur- als auch geschwindigkeitsabhängig. Bei einer Prüftemperatur von -20 °C liegen die Ergebnisse geschwindigkeitsabhängig zwischen -56,3 N/mm² und -68,5 N/mm². Bei Raumtemperatur nimmt die 0,2 %-Stauchgrenze Werte von -41,0 N/mm² bis -50,3 N/mm² an. Vorbehaltlich der Validität der Ergebnisse, sind für eine Prüftemperatur von +60 °C mittlere Stauchgrenzen von -16,0 N/mm² bis -32,9 N/mm² zu beobachten.

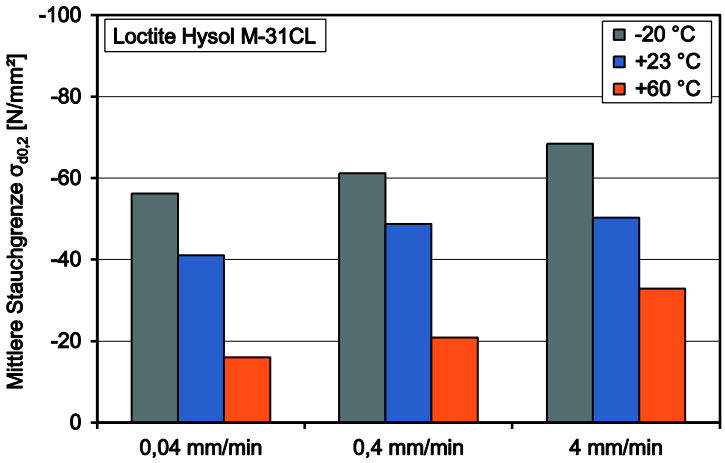


Bild 7.11
Vergleich der mittleren 0,2 %-Stauchgrenzen. Auswertung der Ergebnisse für die Prüftemperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C sowie für die Prüfgeschwindigkeiten -4 mm/min, -0,4 mm/min und -0,04 mm/min.

[425] Die Bestimmung der Druckeigenschaften bei einer Prüftemperatur von +60 °C ist durch eine deutliche Streuung der Einzelergebnisse gekennzeichnet. Diese ist deutlich höher als bei der Bestimmung der Zugeigenschaften. Die Mittelwertkurven des Druckspannungs-Längsstauchungs-Verhaltens sowie abgeleitete Einpunktkennwerte sind daher nur unter Vorbehalt zu betrachten. Die Einzelergebnisse sind im Anhang, Kapitel A5.4 dokumentiert.

[426] Die 0,2 %-Stauchgenze ist ein eingeführter und auch innerhalb der Arbeit unverändert verwendeter Begriff. Unter Beibehaltung der Vorzeichen des in Bild 7.10 dargestellten Druckspannungs-Längsstauchungs-Diagramms, ergibt sich für die plastische Stauchung des hypothetischen Entlastungspfades ein Wert von -0,2 %.

Setzt man die mittlere 0,2 %-Stauchgrenze ins Verhältnis zur mittleren 0,2 %-Dehngrenze, so erhält man die in Tafel 7.1 enthaltenen Koeffizienten. Für die beiden Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C stimmen die ermittelten Koeffizienten näherungsweise mit denen, für Kunststoffe publizierten, Verhältnissen[427] von Stauch- zu Dehngrenze überein. Die für eine Prüftemperatur von +60 °C ermittelten Werte von -1,47 bis -1,56 liegen darüber.

Prüfgeschwindigkeit	Prüftemperatur		
	-20 °C	+23 °C	+60 °C
-0,04 mm/min | 0,1 mm/min	-1,34 (-1,31)	-1,24 (-1,21)	-1,51 (-1,47)
-0,4 mm/min | 1 mm/min	-1,25 (-1,21)	-1,39 (-1,35)	-1,54 (-1,50)
-4 mm/min | 10 mm/min	-1,40 (-1,36)	-1,32 (-1,28)	-1,61 (-1,56)

Tafel 7.1
Verhältnis der 0,2 %-Stauchgrenze zur 0,2 %-Dehngrenze basierend auf nominellen Spannungen beziehungsweise auf wahren Spannungen (Werte in Klammern).

7.3 Stumpf geklebte Zylinderzugproben

Die Einsatzmöglichkeit einer Klebverbindung wird wesentlich von der Beständigkeit gegenüber verschiedenen Umwelteinflüssen bestimmt. Durch die in Kapitel 6 vorgestellten Maßnahmen, insbesondere durch die Oberflächenbehandlung der Substrate sowie durch die bessere Vernetzung des Klebstoffs infolge der veränderten Härtungsbedingungen, ist allgemein eine verbesserte Restbruchfestigkeit zu erwarten.

Die experimentellen Untersuchungen zur Haftfestigkeit der Glas-Metall-Verbindungen umfassen neben der Bestimmung der Anfangsbruchfestigkeit auch die Untersuchung der Restbruchfestigkeit nach den bereits in Kapitel 5.4 verwendeten zehn Umweltsimulationsmethoden[428]. Die Prüfungen finden sowohl an der unteren Temperaturgrenze (-20 °C) als auch an der vorgeschlagenen oberen Temperaturgrenze (+60 °C) statt. Die Untersuchungen bei einer Prüftemperatur von +23 °C dienen vor allem als Vergleichsbasis für die vorab geschilderten Versuche zur Klebstoffauswahl sowie für die im Folgenden noch vorzustellenden Versuche zum konstruktiven Schutz der Klebschicht.

In Bild 7.12 bis Bild 7.14 sind die Untersuchungsergebnisse als Box-Whisker-Plots zusammengefasst. Die drei Erwartungswerte der Anfangsbruchfestigkeit sinken mit zunehmender Temperatur von 44,9 N/mm^2, über 41,2 N/mm^2 auf

[427] Vergleiche beispielsweise Raghava 1973.
[428] Vergleiche Tafel 3.14.

34,0 N/mm^2. Als Bruchbild dominiert bei der Bestimmung der Anfangsbruchfestigkeiten der Mischbruch. Reine Substratbrüche des Glases waren in vier Fällen bei -20 °C und in einem Fall bei +23 °C zu beobachten. Für die Prüftemperatur +60 °C kam adhäsive Versagen bei der Bestimmung der Restbruchfestigkeiten regelmäßig vor. Bei der Bestimmung der Anfangsbruchfestigkeit war es nur in zwei Fällen zu beobachten.

Die 5 %-Fraktile[429] der Bruchfestigkeiten sind in Bild 7.15 bis Bild 7.17 dargestellt. Bei der Ermittlung der Anfangsfestigkeit streuen die Einzelergebnisse der Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C deutlich. Deshalb erreichen die 5 %-Fraktile der Anfangsbruchfestigkeit lediglich 24,9 N/mm^2 beziehungsweise 23,9 N/mm^2. Wie bereits in Kapitel 7.1 erwähnt, beinhaltet die Stichprobe der Prüftemperatur +60 °C auch ausreißerverdächtige Extremwerte[430]. Allerdings ist die Streuung der verbleibenden Einzelergebnisse moderat. Das 5 %-Fraktil der Anfangsbruchfestigkeit liegt daher bei 22,6 N/mm^2.

Ein direkter Wasserangriff tritt vor allem bei den Umweltsimulationen FEU, KLI und WAS auf. Die Erwartungswerte der Restbruchfestigkeit nach der Umweltsimulation FEU (22,3 N/mm^2, 17,9 N/mm^2, 22,8 N/mm^2) variieren temperaturbedingt nur geringfügig.[431] Die Ergebnisse der Versuchsserie KLI sind für die Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C durch hohe Erwartungswerte (39,4 N/mm^2, 35,6 N/mm^2) bei gleichzeitig deutlicher Streuung der Einzelergebnisse geprägt. Demgegenüber fällt die Stichprobe bei +60 °C durch den geringeren Erwartungswert von 24,2 N/mm^2 und eine geringe Streuung auf.[432] Mit zunehmender Prüftemperatur fallen die Erwartungswerte für die Umweltsimulation WAS

[429] Die Bestimmung der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeit erfolgt unter Berücksichtigung aller statistisch auffälligen Extremwerte und Wertepaare.

[430] Der Box-Whisker-Plot zeigt für die Stichprobe mit einer Prüftemperatur von +60 °C vier Extremwerte an. Nur die beiden unteren Einzelergebnisse mit den Werten 21,9 N/mm^2 und 23,8 N/mm^2 sind ausreißerverdächtig. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

[431] Die Box-Whisker-Plots zeigen für die Umweltsimulation FEU verschiedene Extremwerte an. Die Überprüfung deutet nur für den kleinsten Wert (13,3 N/mm^2) der Stichprobe mit der Prüftemperatur +23 °C auf einen Fastausreißer hin. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

[432] Für Umweltsimulation KLI wird das Ergebnis 11,3 N/mm^2 der Stichprobe bei +60 °C als ausreißerverdächtiger Extremwert eingestuft. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

(25,7 N/mm², 23,1 N/mm² und 20,6 N/mm²) leicht ab[433]. Als Bruchbild überwiegt bei den Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C für alle drei Umweltsimulationsmethoden der Mischbruch. Bei der Prüftemperatur von +60 °C war in vielen Fällen auch adhäsives Versagen zu beobachten. Dieses adhäsive Versagen fand – mit einer Ausnahme – ausschließlich auf dem nichtrostenden Stahl (Bruchbild AV1) statt. Die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit der drei benannten Umweltsimulationen erreichen Werte zwischen 11,3 N/mm² bis 20,0 N/mm², wobei der niedrigste Wert mit 11,3 N/mm² (WAS bei -20 °C) den Zielwert von 6,4 N/mm² immer noch deutlich übersteigt. Ein Vergleich der bei Normalklimat geprüften Versuchsserien mit den Ergebnissen aus der Klebstoffauswahl (Kapitel 5.4) zeigt, dass sich sowohl die Erwartungswerte als auch die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit der drei Umweltsimulationen annähernd verdoppeln.

Die Umweltsimulationen GEM und REI setzen die Klebschicht über einen längeren Zeitraum zwei verschiedenen Arten von Reinigungsmitteln aus. Trotz verbesserter Beständigkeit führt die Reinigungsmittelbeanspruchung im Vergleich zu den nicht gealterten Referenzmessungen zu abnehmenden Werten. Die Erwartungswerte für die Umweltsimulation GEM erreichen 22,4 N/mm² (-20 °C), 20,5 N/mm² (+23 °C) und 22,1 N/mm² (+60 °C).[434] Die Erwartungswerte für die Umweltsimulation REI[435] betragen bei aufsteigender Prüftemperatur 19,9 N/mm², 17,6 N/mm² und 21,5 N/mm². Die Bruchbilder beider Versuchsserien zeigen das bereits geschilderte, zweigeteilte Resultat. Während bei den Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C fast ausschließlich Mischbrüche vorkommen, sind bei der Prüftemperatur +60 °C vermehrt adhäsive Brüche zu beobachten. Letzteres gilt vor allem für die Umweltsimulation REI mit 13 Fällen von adhäsivem Versagen auf dem Metall und 3 Fällen von adhäsivem Versagen auf dem Glas. Die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit schwanken für die beiden Umweltsimulationen zwischen 8,3 N/mm² bis 13,6 N/mm² und übersteigen den

[433] Der Extremwert 8,3 N/mm² (Umweltsimulation WAS, +23 °C) wurde als ausreißerverdächtig identifiziert. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

[434] Die statistischen Prüfgrößen signalisieren für die Prüftemperatur +60 °C ein fastausreißerverdächtiges Wertepaar (9,8 N/mm² und 10,9 N/mm²). Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

[435] Statistisch auffällige Ergebnisse sind der Extremwert 33,7 N/mm² bei -20 °C und ein Wertepaar mit 28,8 N/mm² und 33,1 N/mm² bei +23 °C. Darüber hinaus umfasst die Stichprobe REI bei +60 °C nur 19 Proben. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

Bild 7.12
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten bei einer Prüftemperatur von -20 °C für den Klebstoff Loctite Hysol M31-CL.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

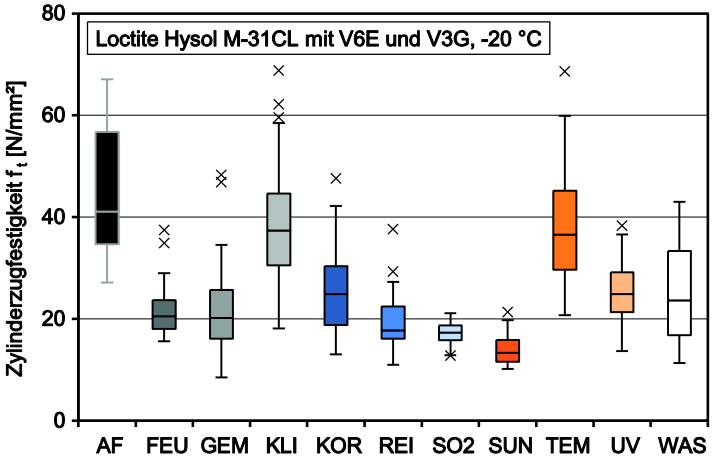


Bild 7.13
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten bei einer Prüftemperatur von +23 °C für den Klebstoff Loctite Hysol M31-CL.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

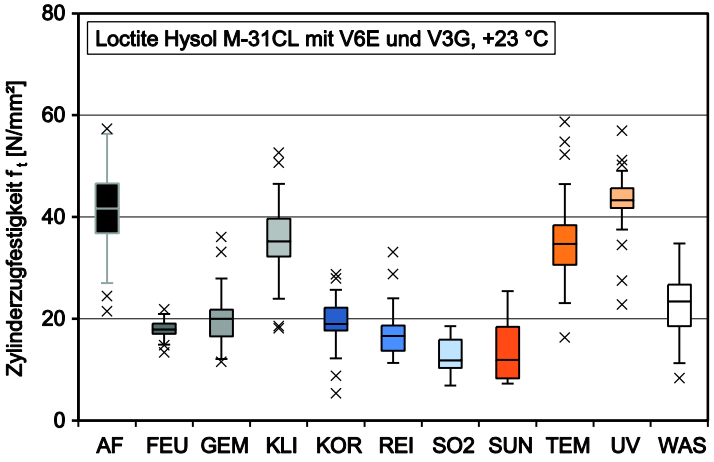
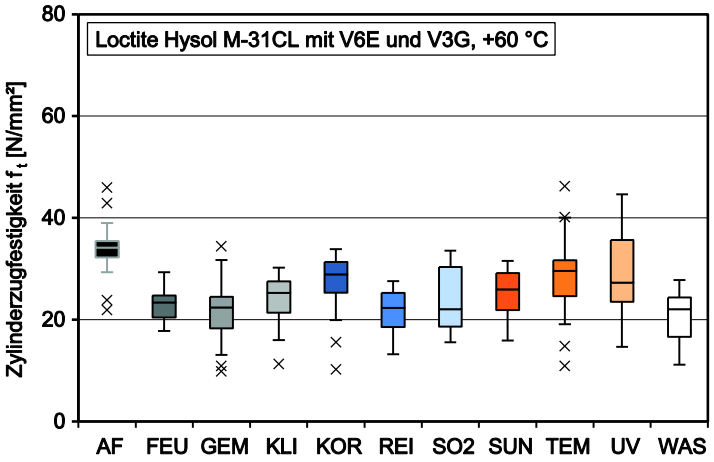


Bild 7.14
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten bei einer Prüftemperatur von +60 °C für den Klebstoff Loctite Hysol M31-CL.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.



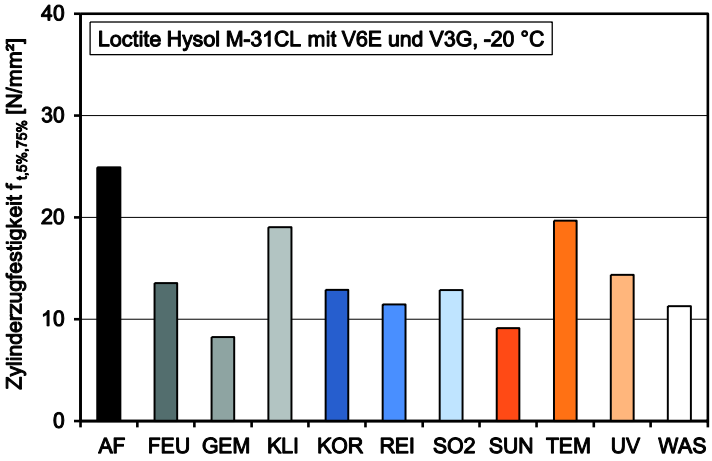


Bild 7.15
Zylinderzugversuch. Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten bei einer Prüftemperatur von -20 °C.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

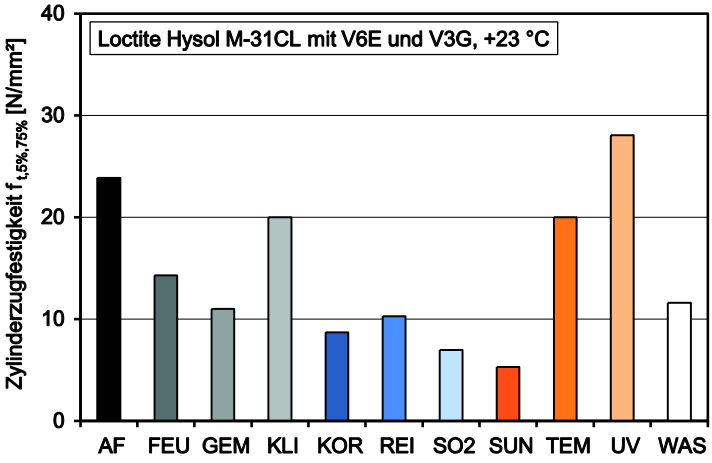


Bild 7.16
Zylinderzugversuch. Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten bei einer Prüftemperatur von +23 °C.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

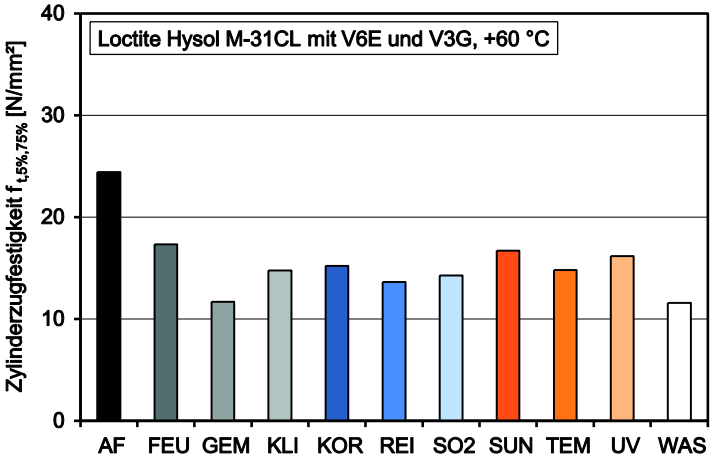


Bild 7.17
Zylinderzugversuch. Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten bei einer Prüftemperatur von +60 °C.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Zielwert von 6,4 N/mm². Im Vergleich mit den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl verbessern sich die Restbruchfestigkeiten nach Beanspruchung mit den beiden Reinigungsmitteln durch die getroffenen Maßnahmen.

Sortiert nach steigender Prüftemperatur, führt die Umweltsimulation KOR zu den Erwartungswerten 25,6 N/mm², 19,4 N/mm² und 27,7 N/mm². Daraus folgen die in gleicher Art und Weise geordneten 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit von 12,9 N/mm², 8,7 N/mm² und 15,2 N/mm². Für alle drei Prüftemperaturen dominiert der Mischbruch das Versagensbild. Hingegen spielen adhäsive Brüche bei dieser Umweltsimulation keine wichtige Rolle.

Die Ergebnisse nach der Umweltsimulation SO2 sind durch eine deutliche Absenkung des Festigkeitsniveaus gekennzeichnet, so dass die Erwartungswerte lediglich 17,2 N/mm², 12,8 N/mm² und 23,8 N/mm² erreichen. Die günstige Verteilung der Einzelergebnisse bei -20 °C kompensiert den geringen Erwartungswert und führt zu einem 5 %-Fraktil von 12,9 N/mm². Auch die Streuung der Stichprobe bei +23 °C ist gering. Das 5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeit liegt trotzdem nur bei 7,0 N/mm². Das Ergebnis bei +23 °C bedeutet einen Fortschritt gegenüber dem Niveau von 1,6 N/mm² aus den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl. Auch der Zielwert von 6,4 N/mm² wird eben noch überschritten. Die Restbruchfestigkeit bei einer Prüftemperatur von +60 °C erreicht ein 5 %-Fraktil von 14,3 N/mm². Über alle Versuchsserien dieser Umweltsimulation betrachtet, überwiegen die Mischbrüche. Dazu trat zehnmal adhäsives Versagen des Klebstoffs auf dem nichtrostenden Stahl bei der Prüftemperatur +60 °C auf.

Nachfolgend werden die Ergebnisse der Zylinderzugversuche nach Beanspruchung mit künstlichem Licht (SUN, UV) sowie nach Beanspruchung mit erhöhter Temperatur (TEM) zusammenfassend diskutiert. Die Ergebnisse der Zylinderzugversuche nach der Umweltsimulation SUN sind nicht ohne weiteres mit den anderen Ergebnissen vergleichbar. Der hohe Anteil an Substratbrüchen bei den Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C ist Folge der unveränderten Probekörpergeometrie.[436] Dies führt zu vergleichsweise niedrigen

[436] Aufgrund der Abmessungen des Probenraums der Bestrahlungs- und Bewitterungsvorrichtung war eine Anpassung der Probengeometrie hin

Erwartungswerten (14,0 N/mm² und 13,9 N/mm²) und zu niedrigen 5 %-Fraktilen der Restbruchfestigkeit (9,1 N/mm² und 5,3 N/mm²). Durch das Erweichen und das damit verbundene duktile Verhalten des Klebstoffs bei einer Prüftemperatur von +60 °C nehmen die Glasbrüche ab und der Erwartungswert (25,1 N/mm²) sowie das 5 %-Fraktil (16,7 N/mm²) steigen. Die Verbesserung des 5 %-Fraktils der Restbruchfestigkeit bei +23 °C gegenüber den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl fällt nur moderat aus. Der Wert 5,3 N/mm² stellt gleichzeitig auch den niedrigsten Festigkeitswert dar.

Die Beständigkeit der Klebverbindung gegenüber den Umweltsimulationen TEM[437] und UV[438] ist vergleichsweise gut. Die Erwartungswerte schwanken temperaturbedingt zwischen 29,1 N/mm² und 38,0 N/mm² (TEM) beziehungsweise zwischen 25,3 N/mm² und 42,8 N/mm² (UV). Über alle Prüftemperaturen verteilt, sind Mischbrüche das wichtigste Bruchbild. Dazu ist bei einer Prüftemperatur von +60 °C für beide Umweltsimulationen jeweils in acht Fällen auch adhäsives Versagen zu verzeichnen. Das niedrigste 5 %-Fraktil (UV, -20 °C) liegt mit einem Wert von 14,4 N/mm² deutlich über dem Zielwert. Vergleicht man wieder die Ergebnisse der Klebstoffauswahl mit den Versuchsserien bei +23 °C, dann erhöhen sich die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit der beiden Umweltsimulationen deutlich von 7,4 N/mm² auf 20,0 N/mm² (TEM) beziehungsweise von 4,4 N/mm² auf 28,4 N/mm² (UV).

Über alle Versuchsserien verteilt wurden sehr gute Haftfestigkeiten erzielt. Bis auf eine Stichprobe (SUN bei +23 °C) wurden für alle 5 %-Fraktile die vorgegebenen Zielwerte erfüllt.

zu größeren Glasdicken nicht möglich. Vergleiche Bild 4.16 und Erläuterungen in Kapitel 4.3.2.

437 Für die Prüftemperatur +23 °C wird der Extremwert 16,3 N/mm² als Fastausreißer eingestuft. Für die Prüftemperatur +60 °C ist das Wertepaar 10,9 N/mm² und 14,8 N/mm² ausreißerverdächtig. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

438 Für die Umweltsimulation UV sind bei +23 °C die Werte 22,8 N/mm² und 27,5 N/mm² statististisch auffällig. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

7.4 Konstruktive Schutzmaßnahmen

7.4.1 Einsatz von Dichtelementen

Trotz der erzielten Verbesserungen kommt es nach einigen Umweltsimulationen zu beachtlichen Abminderungen der Festigkeit der geklebten Glas-Metall-Verbindungen. Der Einsatz von Dichtelementen kann die Beanspruchungen für die Klebschicht verringern und vor dem Einfluss von Feuchtigkeit, Schadmedien und Verunreinigung schützen. In Bild 7.18 sind verschiedene Dichtungsvarianten am Übergang zwischen Glas und einem kreisrunden metallischen Halter als Schnitte dargestellt. Grundsätzlich kommen sowohl Dichtprofile als auch Dichtstoffe, die um die Klebschicht herum angeordnet sind, in Betracht. Neben flachen und runden Querschnitten sind auch profilierte Querschnitte denkbar. Eine mögliche Kombination von sekundär angeordnetem Runddichtring und primär wirkendem Dichtstoff ist ebenfalls in Bild 7.18 dargestellt. Die potentiell steigende Dichtwirkung mehrstufiger Systeme geht, infolge der schwarzen Farbe von in Frage kommenden Dichtstoffen, mit einer Beeinträchtigung des Erscheinungsbilds einher.[439]

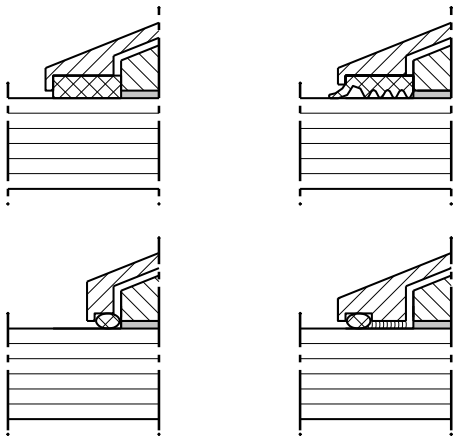


Bild 7.18
Schematische Darstellung von Dichtungsvarianten zum konstruktiven Schutz der Klebschicht vor Feuchtigkeit, Schadmedien und Verschmutzung.

Aus konstruktiver Sicht stellen kreisrunde Querschnitte die einfachste Variante dar. Die Verfügbarkeit und die Materialvielfalt sind in hohem Maße gegeben, da diese Runddichtringe (auch O-Ringe) vielfältige Anwendungen im industriellen Bereich finden. Die gewünschte Dichtwirkung wird durch

[439] Vergleiche weiterführend Herzog 2004, Seite 32 ff., Wittel 2013, Seite 666 ff., Richtlinien TR1, TR 13 sowie die Normen DIN 7863-1, -2, DIN 18545, ISO 3601-1, -2.

eine gezielte Kompression des Querschnittes erreicht. Allerdings erzeugt die hierfür aufzubringende Vorverformung einen geringen, aber dauerhaften Spannungszustand in der Klebschicht.



Bild 7.19
Tellerhalter mit Runddichtring aus teiltransparentem Silikonkautschuk (MVQ) (links) und schwarzem Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM) (rechts).

Die nachfolgend dargestellten experimentellen Untersuchungen sollen klären, inwieweit eine konstruktive Abdichtung der Klebschicht wirksam ist. Als Kriterium wurde die Haftfestigkeit der Glas-Metall-Verbindung[440] herangezogen. Das Untersuchungsprogramm wurde auf diejenigen Umweltsimulationen beschränkt, bei denen ein besonders deutlicher Abfall der Restbruchfestigkeit gegenüber der Anfangsbruchfestigkeit zu beobachten war.[441]

Als Dichtungselemente wurden Runddichtringe (Bild 7.19) aus den Werkstoffen Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk[442]

[440] Zur Anwendung kommen die in Kapitel 4.3.2 beschriebenen, stumpf geklebten Glas-Metall-Prüfkörper. Die Nenndicke der Verglasung beträgt 15 mm. Beide Substratoberflächen wurden vor dem Verkleben mit den in Kapitel 6.2 ausgewählten Methoden – V6E und V3G – behandelt.

[441] Als Umweltsimulationen wurden die gemäßigte Reinigungsmittelbeanspruchung (GEM), die Korrosionsprüfung (KOR), die Beanspruchung mit Fassadenreiniger (REI), die Kondenswasser-Wechselklimaprüfung mit Schwefeldioxid enthaltender Atmosphäre (SO2) und die Beanspruchung mit demineralisiertem Wasser (WAS) gewählt. Die Einzelergebnisse sind in Kapitel A5.5 des Anhangs nachgewiesen.

[442] Beim Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM) handelt es sich um ein Elastomer, welches durch Schwefel- oder Peroxidvernetzung hergestellt wird. EPDM zeichnet sich durch seine gute Witterungs-, UV-, Ozon-, Hitze- und Dampfbeständigkeit aus. Weiterhin ist die Quellbeständigkeit in Heißwasser, Dampf, Säuren und Waschlaugen gut. Jedoch ist es im Kontakt mit Benzin, Mineralölen, Fetten und chlorierten Kohlenwasserstoffen stark quellend. Gegenüber gasförmigen Medien ist es weitestgehend diffusionsdicht. Das Material wird im Fensterbau und in der Fassadentechnik für Dichtprofile (Glasanlagedichtungen) eingesetzt, so dass baupraktische Erfahrungswerte vorliegen. Die Materialfarbe ist schwarz. Vergleiche Domininghaus 2005, Seite 1266 ff.

(EPDM) und Methyl-Vinyl-Polysiloxan[443] (MVQ) mit einer Shore-Härte (Verfahren A) von 50° verwendet. Beide Werkstoffe konnten in einer vorangegangenen Studie ihre gute bis sehr gute Eignung nachweisen.[444] Die Skizze (Bild 7.20) zeigt die Anordnung des Runddichtrings. Durch einen Stellring[445] wird der Querschnitt so komprimiert, dass er an drei Flanken dichtet. Sowohl der Stellring als auch der Runddichtring wurden nach der Umweltsimulation und vor der Konditionierung der Prüfkörper entfernt.

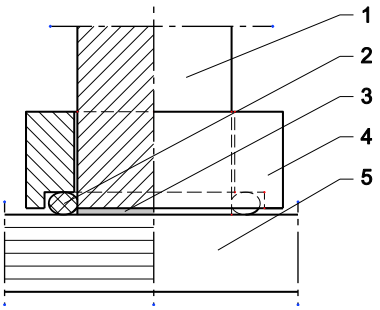


Bild 7.20
Experimenteller Aufbau zur Überprüfung der Schutzwirkung von Dichtelementen.

1 Metallzylinder, d=24 mm
2 Runddichtring 23x4 mm
3 Klebschicht
4 Stellring, d_1=25 mm
5 Glas

Die Diagramme in Bild 7.21 und in Bild 7.22 stellen die Untersuchungsergebnisse in Box-Whisker-Plots dar. Die erste Stichprobe in beiden Diagrammen ist identisch mit der Stichprobe V3G aus Kapitel 6.2.3.

Die Beständigkeit gegenüber den Umweltsimulationen nimmt durch den Einsatz der EPDM-Runddichtringe zu und

[443] Methyl-Vinyl-Polysiloxan (MVQ) ist ein peroxidisch vernetzter Silikonkautschuk. MVQ zeichnet sich durch hohe thermische Beständigkeit, gute Kälteflexibilität, geringe Temperaturabhängigkeit der Eigenschaften und einen sehr guten Widerstand gegen Ozon und Sauerstoff aus. Das Material ist gegenüber gasförmigen Medien nicht diffusionsdicht. Es ist in verschiedenen Farben sowie transparent erhältlich. Das Material wird in Einzelfällen auch in der Fassadentechnik als Fugendichtprofil verwendet. Für die Untersuchungen wurden teiltransparente MVQ-Runddichtringe eingesetzt. Vergleiche Domininghaus 2005, Seite 1516.

[444] Die Untersuchungsgegenstände waren die benannten Elastomere und der Werkstoff Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (NBR). Für jedes Material wurden die drei Shore-Härten (Verfahren A) 50°, 60° und 70° betrachtet. Zur Beurteilung der Beständigkeit gegenüber potentiellen Umwelteinflüssen wurden die Elastomere verschiedenen Umweltsimulationen unterzogen. Der Umfang der Laboruntersuchungen orientiert sich an den Klebstoffuntersuchungen und ist in Kapitel 3.6.5 tabelliert. Vor und nach der jeweiligen Umweltsimulation wurde das Quell- bzw. Schwindverhalten mithilfe der Volumen- und Dichtebestimmung untersucht. Darüber hinaus wurden mechanische Eigenschaftsänderungen mithilfe des in der Norm DIN 53504 beschrieben Zugprüfverfahrens und mithilfe von angepassten Shore-Härteprüfung beurteilt. Vergleiche Rudolph 2015 und auszugsweise auch in C. Kothe 2015.

[445] Vergleiche DIN 705.

deutet auf eine gute Dichtheit bei Einwirkung von Feuchtigkeit und Schadmedien hin. Der Erwartungswert der Restbruchfestigkeit liegt je nach Umweltsimulation zwischen 30,6 N/mm² (REI) und 39,2 N/mm² (SO2). Das überwiegend auftretende Bruchbild ist der Mischbruch. Lediglich bei der Stichprobe KOR war an zwei Prüfkörpern adhäsives Versagen auf dem nichtrostenden Stahl zu beobachten. Die Stichprobe WAS wies zweimal rein kohäsives Versagen auf.[446]

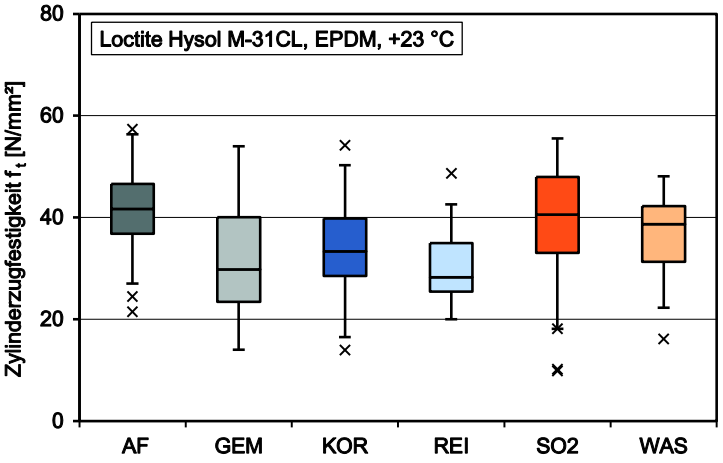


Bild 7.21
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff M-31CL unter Verwendung von EPDM-Runddichtringen.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

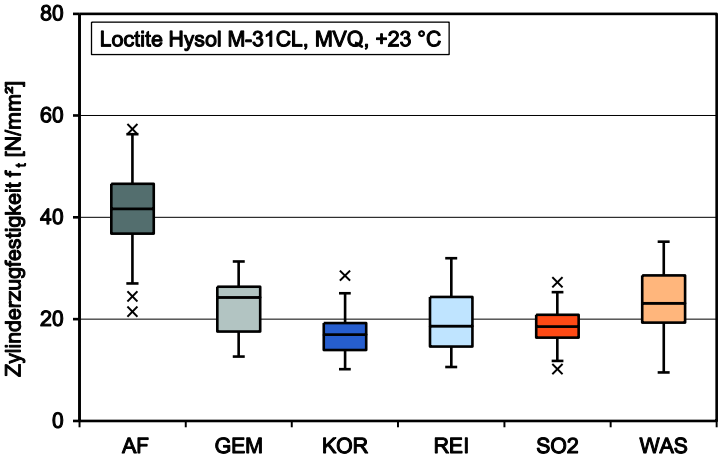


Bild 7.22
Box-Whisker-Plot der Anfangsbruchfestigkeit sowie der Restbruchfestigkeiten nach Umweltsimulation für den Klebstoff M-31CL unter Verwendung von MVQ-Runddichtringen.

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Die zusätzliche Schutzwirkung des MVQ-Runddichtrings ist vor allem für die Stichprobe SO2 gut erkennbar. Ansonsten

[446] Statistisch auffällige Extremwerte waren bei den Stichproben KOR und SO2 zu finden. Besonders fiel ein ausreißerverdächtiges Wertepaar bei der Stichprobe SO2 auf. Beide Werte würden auch in die Verteilung der offen bewitterten Stichprobe passen. Dies deutet in diesen Fällen auf eine teilweise fehlende Schutzwirkung hin. Die Einzelergebnisse sind in Kapitel A5.5 des Anhanges dargestellt.

entsprechen die Ergebnisse weitestgehend den Ergebnissen der offen bewitterten Stichproben[447] mit behandelten Substratoberflächen. Der Erwartungswert der Restbruchfestigkeit reicht von 17,5 N/mm² (KOR) bis 24,1 N/mm² (WAS). Hauptsächlich war nach Versuchsende ein Mischbruch zu verzeichnen. In Ausnahmefällen wurde bei den Stichproben GEM, REI und WAS rein adhäsives Versagen auf dem nichtrostenden Stahl festgestellt.[448]

Vergleichend fasst das Diagramm in Bild 7.23 die 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten für beiden Dichtungsmaterialien zusammen. Daneben sind auch die Ergebnisse der offen bewitterten Probekörper, hier sowohl die Stichproben der Klebstoffauswahl als auch die Stichproben mit behandelten Substratoberflächen, abgebildet.

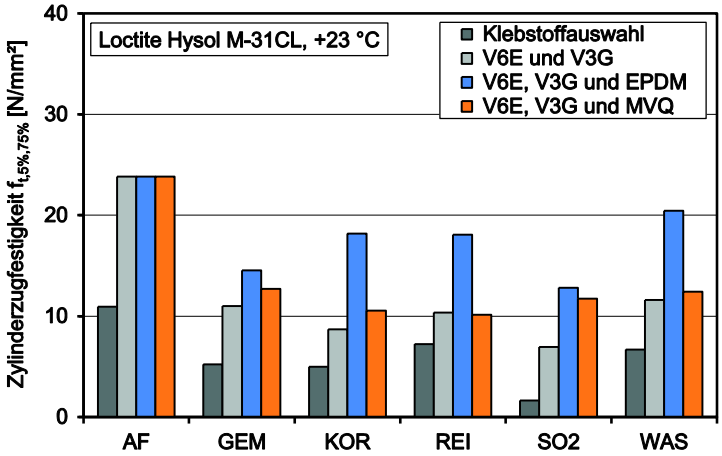


Bild 7.23
Zylinderzugversuch. Vergleich der 5 %-Fraktile der Anfangs- und Restbruchfestigkeiten für den Klebstoff M-31CL der offen bewitterten Proben (grau) sowie unter Verwendung von EPDM- (blau) und MVQ-Runddichtringen (orange).

Die Abkürzungen sind in Tabelle 3.10 erläutert.

Der Vergleich der 5 %-Fraktile zeigt eine erkennbare Steigerung der Restbruchfestigkeit der geschützten gegenüber den offen bewitterten Stichproben. Der größte Fortschritt wird durch die Verwendung von EPDM-Runddichtringen erlangt. Die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit schwanken zwischen 12,8 N/mm² und 18,2 N/mm². Wie in Bild 7.23 gut erkennbar, wird auch bei dieser Variante die Festigkeit infolge der Umweltsimulationen herabgesetzt.

[447] Als „offen bewittert“ sind in diesem Zusammenhang alle, nicht durch zusätzliche konstruktive Maßnahmen geschützte Proben zu verstehen. Vergleiche hierzu Kapitel 7.3.

[448] Bei der Stichprobe GEM signalisiert die Prüfgröße T_{NEP} eine auffällige Verteilung der Beobachtungswerte. Für die Stichproben SO2 und WAS wurden die jeweils kleinsten Beobachtungswerte als Fastausreißer identifiziert. Vergleiche Anhang, Kapitel A5.5.

Die Schutzwirkung des zweiten Dichtungsmaterials fällt hierfür weniger deutlich aus. Die 5 %-Fraktile der Restbruchfestigkeit erreichen Werte von 10,1 N/mm² bis 12,7 N/mm². Dies bedeutet, dass die durch die Behandlung der Substratoberflächen bereits verbesserten Restbruchfestigkeiten durch den ergänzenden Einsatz der MVQ-Runddichtringe zumindest auf gleichem Niveau bestätigt oder wie bei der Umweltsimulation SO2 übertroffen werden.

Grundsätzlich ist der Einsatz von Dichtelementen empfehlenswert. Bereits die einfachen EPDM-Runddichtringe schützen die Klebschicht bemerkenswert. Der aus ästhetischen Gründen vorzuziehende teiltransparente Silikonkautschuk (MVQ) überzeugt nicht vollständig. Neben einer möglichen Unterwanderung der MVQ-Runddichtringe ist auch eine Permeation durch das nicht diffusionsdichte Material als Ursache für dieses Ergebnis zu nennen. Immerhin wird mit beiden Varianten der Zielwert von 6,4 N/mm² für das 5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeit von jeder Stichprobe deutlich übertroffen.

7.4.2 Einsatz von UV- und UV-Vis-Filtern

Die photochemischen Alterungsprozesse bedürfen der Anregung mit energiereicher Strahlung und betreffen vor allem nicht stabilisierte Kunststoffe. Die dabei ablaufenden Prozesse basieren auf strahleninduzierten chemischen Reaktionen und sind von der chemischen Struktur, von der Wellenlänge des einstrahlenden Lichts, dem Absorbtionsvermögen und bei oxidativen Abbaureaktionen auch von der Anwesenheit von Sauerstoff abhängig.

Bei der vollständigen oder teilweisen Absorption von Licht kommt es zu einer kurzzeitigen energetischen Anregung des Molekülzustands beziehungsweise zu einer Änderung der Elektronenkonfiguration. Übersteigt die Differenz zwischen nicht angeregtem Grundzustand und angeregtem Zustand die Dissoziationsenergie[449] einer Bindung, dann kann es zu

[449] Werte für die Dissoziationsenergie (lateinisch: dissociare = „trennen“), auch als Bindungsenergie oder Bindungsenthalpie bezeichnet, sind beispielsweise in Holleman 2007, Seite 143 tabelliert.

deren homolytischer[450] Spaltung kommen. Die für die Anregung genutzte Energie, die Photonenenergie[451], steht in unmittelbarem Zusammenhang mit der Wellenlänge des auftreffenden Lichts, wobei mit zunehmender Wellenlänge die Energiedichte abnimmt. Ein Vergleich zwischen der wellenlängenabhängigen Photonenenergie (orange Kurve) und den Dissoziationsenergien typischer, in Kunststoffen vorkommender Bindungen, ist in Bild 7.24 dargestellt. Das Diagramm veranschaulicht, dass vor allem der Spektralbereich der ultravioletten Strahlung[452] kritisch zu bewerten ist.

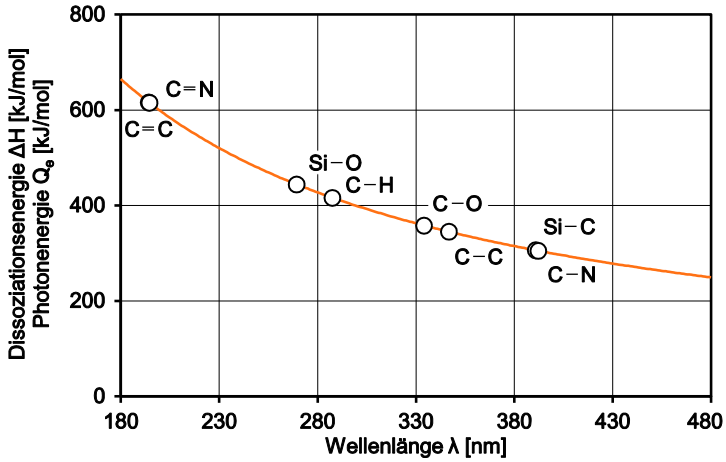


Bild 7.24
Dissoziationsenergie verschiedener chemischer Bindungen im Verhältnis zur Wellenlänge des Lichts mit gleicher Photonenenergie. Vergleiche Holleman 2007, Seite 143 und Rabek 1996, Seite 1 f.

Neben der Empfindlichkeit der Molekularstruktur, spielt auch deren Absorptionsvermögen eine Rolle. Viele organische Verbindungen absorbieren die kritischen Anteile der Glo-

[450] Bei der homolytischen Spaltung kommt es zur symmetrischen Spaltung einer homöopolaren Bindung (A–B → A˙ + B˙). An Molekülfragmenten verbleibt jeweils ein Bindungselektron und es entstehen vorübergehend Radikale. Vergleiche Lechner 2014, Seite 69.

[451] Materie absorbiert Licht in Form von Photonen, den Elementarteilchen der elektromagnetischen Strahlung. Die Photonenenergie Q_e mit der Einheit Joule (J) lässt sich mithilfe der Lichtgeschwindigkeit *c* und des Planckschen Wirkungsquantums *h* aus der Wellenlänge λ herleiten. Für die grafische Darstellung erfolgt darüber hinaus eine näherungsweise Überführung der Photonenenergie in die Einheit kJ/mol mithilfe der Avogadro-Konstante N_A. Vergleiche Rabek 1996, Seite 1 f.

[452] Allgemein betrachtet umfassen die nahe (UV-A) und die mittere (UV-B) ultraviolette Strahlung den Wellenlängenbereich von etwa 280 nm bis 380 nm. Die solare, bodennah auftretende UV-Strahlung beginnt bei einer Wellenlänge von 290 nm. Höherfrequente Bestandteile werden vor allem durch die Stratosphäre absorbiert, reflektiert und gestreut. Vergleiche Steinmetz 2014.

balstrahlung nicht. Häufig stellen ultraviolette Strahlung absorbierende Gruppen[453] den Ausgangspunkt für photochemische Alterungsprozesse dar. Die von ihnen absorbierte Energie kann mit einem indirekten Prozess auf schwächere Bindungen innerhalb eines Moleküls übertragen werden und führt dort zu energetischer Anregung. Ein durch die energetische Anregung initiierter Bindungsbruch betrifft in erster Linie seitenständige Gruppen. Grundsätzlich können aber auch die Bindungen der Hauptkette gespalten werden. Die bei der photochemischen Alterung ablaufenden Degradationsprozesse sind, neben der Kettenspaltung, gekennzeichnet durch die Bildung freier Radikale, durch oxidativen Abbau, durch Kettenverzweigung oder durch Veränderung des Molekulargewichts. Darauf sind verschiedene optische und mechanische Eigenschaftsänderungen zurückzuführen.[454]

Der ausgewählte Klebstoff ist, offen bewittert, gegenüber solarer Strahlung nur begrenzt beständig. Neben der Änderung des Transmissionsspektrums, werden bei dauerhafter Einwirkung auch farbliche Veränderungen sichtbar. Die Ursache für diese Phänomene ist im Wesentlichen auf die Einwirkung von ultravioletter Strahlung zurückzuführen. Unter Ausnutzung der Filterwirkung verschiedener praxisrelevanter Verglasungen (Verbund-Sicherheitsglas, Sonnenschutzglas) wurde das Alterungsverhalten[455] der geklebten Glas-Glas-Verbindungen erneut untersucht. Dafür wurden die Proben dem künstlichen Licht direkt ausgesetzt oder hinter den verschiedenen „filternden“ Gläsern angeordnet bestrahlt. Zur Veranschaulichung der Filterwirkung sind in Bild 7.25 die Transmissionskurven für die Verbund-Sicherheitsgläser[456]

[453] Zu den UV-Strahlung absorbierenden Gruppen zählen beispielsweise π-Elektronensysteme, Carbonylgruppen sowie einige anorganische Verunreinigungen. Vergleiche weiterführend Ehrenstein 2007, Seite 69 f., Rabek 1996, Seite 11 ff.

[454] Für weiterführende Informationen zur photochemischen Alterung vergleiche beispielsweise Ehrenstein 2007, Radek 1996, Schulz 2007.

[455] Die Bestrahlung mit künstlichem Licht wurde in einer Prüfvorrichtung durchgeführt, die den Vorgaben der Norm EN ISO 12543-4 entspricht. Die Proben wurden für eine Dauer von 2.000 Stunden beansprucht. In einem wöchentlichen Rhythmus wurden die Messung der Lichttransmission und eine visuelle Beurteilung des Erscheinungsbildes durchgeführt. Untersucht wurden drei Prüfkörper je Versuchsserie. Vergleiche weiterführend die Kapitel 4.4, 4.5 und 4.7.10.

[456] Für die Herstellung der Verbund-Sicherheitsgläser wurden 3 mm dicke Scheiben aus farbneutralem Kalk-Natronsilikatglas verwendet. Die gebräuchliche Bezeichnung der Form XX.Y setzt sich aus der Nenndicke X der einzelnen Scheiben und der Anzahl Y der verwendeten Zwischenschichtlagen mit der Dicke von 0,38 mm zusammen. Beispiel VSG 33.2: 3 mm Floatglas / 2x 0,38 mm PVB-Folie / 3 mm Floatglas.

33.1 und 33.2 sowie für die Sonnenschutzgläser[457] mit der Bezeichnung SKN 144 II und SKN 174 dargestellt.

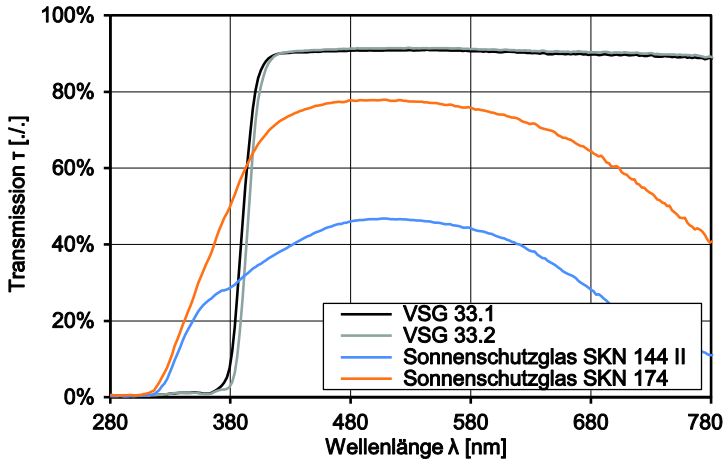


Bild 7.25
Transmissionsspektrum zweier Verbundsicherheitsgläser und zweier Sonnenschutzgläser.

Die Zwischenschichten aus Polyvinyl-Butyral werden zur Verbesserung ihrer Beständigkeit gegenüber solarer Einstrahlung mithilfe von Lichtschutzmitteln[458] modifiziert. Dies führt zu einer fast vollständigen Absorption des ultravioletten Lichts im Wellenlängenbereich von 280 nm bis 380 nm. Die Absorptionsbande verbreitert sich mit zunehmender Nenndicke der Zwischenschicht nochmals geringfügig.[459]

Die beiden Sonnenschutzgläser stellen typische Vertreter mit mäßiger beziehungsweise starker Sonnenschutzwirkung dar. Die beiden Varianten unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Lichttransmissionsgrade und ihre Transmissionsspektren. Neben Anteilen der ultravioletten Strahlung absorbieren sie auch Anteile des sichtbaren Lichts und der infraroten Strahlung. Die Gläser schränken den wirksamen Spektralbereich der künstlichen Bestrahlung auf die nahe ultraviolette Strahlung (beginnend mit Wellenlängen von 315 nm) ein.

[457] Als Referenzen wurden einseitig beschichtetes Kalk-Natronsilikatglas mit einer Nenndicke von 6 mm verwendet. Die Beschichtungssysteme stammen von der Firma Saint-Gobain Glass. Als Kurzform werden die Bezeichnungen SKN 174 und SKN 144 II verwendet. Vergleiche Datenblätter COOL-LITE® SKN 174 und COOL-LITE® SKN 144 II.

[458] Als Lichtschutzmittel können UV-Absorber, Quencher, Radikalfänger beziehungsweise Peroxidzersetzer dem Kunststoff zugesetzt werden. Vergleiche Müller 2009, Seite 130 ff., Schulz 2007, Seite 27 ff.

[459] Hinsichtlich der Eigenschaften und des Alterungsverhaltens von Verbund-Sicherheitsglas mit Polyvinyl-Butyral-Zwischenschichten vergleiche ebenfalls M. Kothe 2013.

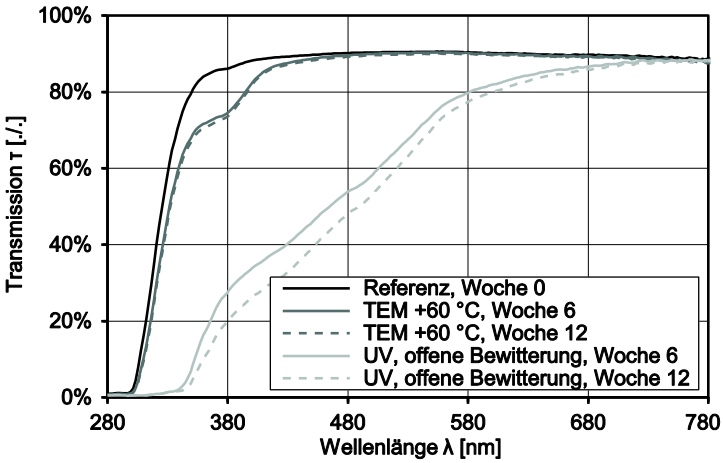


Bild 7.26
Bestrahlung mit künstlichem Licht in Anlehnung an Norm EN ISO 12543-4. Erster Teil des Vergleichs der Transmissionsmessungen nach 6 und 12 Wochen.

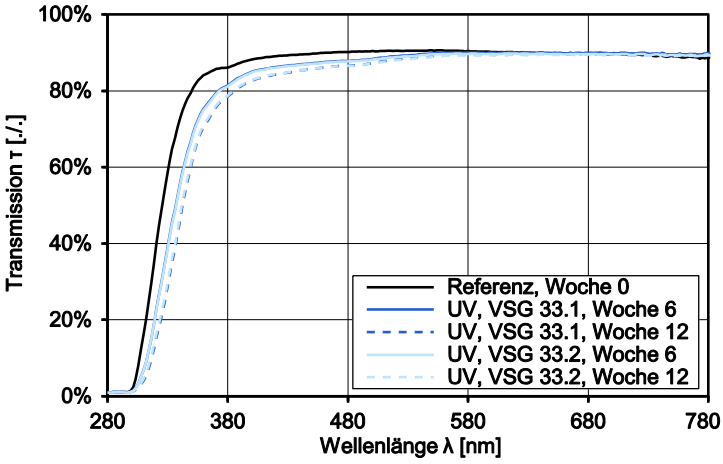


Bild 7.27
Bestrahlung mit künstlichem Licht in Anlehnung an Norm EN ISO 12543-4. Zweiter Teil des Vergleichs der Transmissionsmessungen nach 6 und 12 Wochen.

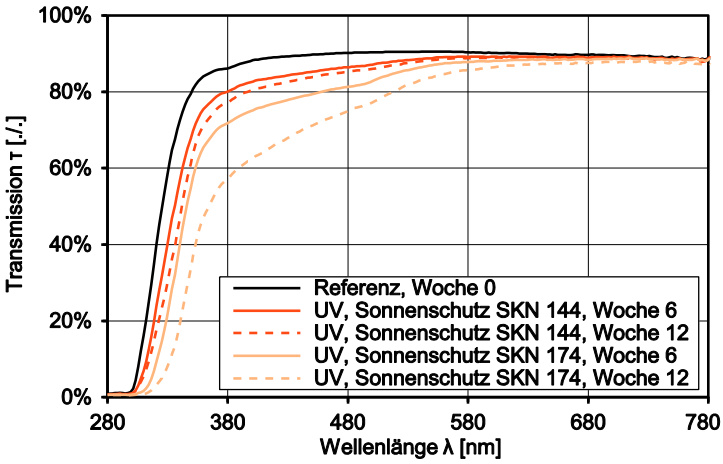


Bild 7.28
Bestrahlung mit künstlichem Licht in Anlehnung an Norm EN ISO 12543-4. Dritter Teil des Vergleichs der Transmissionsmessungen nach 6 und 12 Wochen.

Bei einer Beanspruchung mit künstlichem Licht werden die Prüfkörper sowohl einer Bestrahlung als auch einer strahlungsindizierten Temperaturerhöhung ausgesetzt. Die Umgebungstemperatur in der Prüfkörperebene überschreitet in der Regel +50 °C nicht. Die oberflächlich gemessene Prüfkörpertemperatur erreichte aber vereinzelt Werte bis +55 °C. Vergleichsweise wurde daher eine Prüfserie mit Temperaturlagerung bei +60 °C[460] durchgeführt. In den vorangegangenen Diagrammen (Bild 7.26 bis Bild 7.28) sind die Veränderungen der Transmissionskurven nach sechs- und zwölfwöchiger Beanspruchung dargestellt.

Durch die Temperaturlagerung ergeben sich erkennbare Änderungen innerhalb der Transmissionskurven. Die Verminderung der Transmission betrifft dabei vor allem den Wellenlängenbereich von 305 nm bis 470 nm. Zwischen der sechsten und zwölften Woche treten kaum zusätzliche Veränderungen auf. Im Vergleich dazu war bei den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl (Lagerung für 500 Stunden bei +80 °C) ein größerer spektraler Wandel zu beobachten. Der wärmebedingte Alterungsprozess ist zwar vorhanden, wirkt sich aber nicht erkennbar auf das Erscheinungsbild aus.

Die Transmissionsmessungen der offen bewitterten Proben zeigen hingegen eine deutliche Zunahme der Lichtabsorption im Wellenlängenbereich von 305 nm bis 730 nm. Damit werden nennenswerte Anteile der ultravioletten Strahlung sowie des violetten, blauen und grünen Lichts absorbiert. Als Ursache ist voraussichtlich die ultraviolettem Strahlung zu nennen. Die Veränderungen würden bei Fortführung der Versuche sehr wahrscheinlich weiter zunehmen.

Die Kurvenänderungen bei den hinter Verbund-Sicherheitsglas bestrahlten Versuchsserien betreffen vor allem den ultravioletten Spektralbereich. Im anschließenden Wellenlängenbereich von 380 nm bis 540 nm sinkt die Transmission ebenfalls. Relativ zum Ausgangszustand betrachtet, fallen die Veränderungen für beide Versuchsserien kaum ins Gewicht. Dabei unterscheiden sich die Ergebnisse beider Versuchsserien nicht wesentlich voneinander. Die Transmissionsspektren sind weniger von den Alterungsprozessen betroffen als die Proben der Temperaturlagerung. Dies spricht

[460] Die untersuchte Temperatur entspricht ebenfalls der Empfehlung für die obere Grenze des Einsatztemperaturbereichs.

dafür, dass die thermische Belastung hinter Verbund-Sicherheitsglas eine Temperatur von +60 °C nicht erreicht. Die Veränderungen gingen kontinuierlich über den Untersuchungszeitraum vonstatten und werden sich nach weiter Bestrahlung voraussichtlich fortsetzen.

Durch beide untersuchten Sonnenschutzgläser können Teile der ultravioletten Strahlung transmittieren. Besonders macht sich dies bei der Versuchsserie mit dem Sonnenschutzglas SKN 174 bemerkbar. Bis zur sechsten Woche betreffen die Veränderungen einen Wellenlängenbereich von 305 nm bis 620 nm. Zum Versuchsende erweitert sich der betroffene Wellenlängenbereich bis 730 nm mit weiter abnehmenden Transmissionsgraden. Die abgeschwächte Exposition der Proben gegenüber der ultravioletten Strahlung führt zu einer erkennbaren Verbesserung gegenüber den offen bewitterten Proben. Die spektralen Veränderungen der Proben, die hinter dem Sonnenschutzglas SKN 144 II gelagert wurden, entsprechen in der Ausprägung und den Werten weitestgehend dem Ergebnis der beiden Versuchsserien mit Verbund-Sicherheitsglas. Der verbleibende Spektralbereich sowie die verbleibende Intensität der ultravioletten Strahlung führen nur zu moderaten Alterungsvorgängen. Bei einer über die zwölfte Woche andauernden Bestrahlung ist von geringfügigen, aber fortlaufenden Veränderung auszugehen.

Die beiden nachfolgenden Diagramme (Bild 7.29 und Bild 7.30) zeigen die Veränderung des mittleren Lichttransmissionsgrads[461] im zeitlichen Verlauf. Die ungeschützten, offen bewitterten Proben zeigen einen deutlichen Abfall des Lichttransmissionsgrads auf bis zu 69,8 %. Dabei ist ein wesentlicher Teil der spektralen Veränderungen bereits nach einer Woche (79,8 %) erreicht. Hingegen nehmen die Lichttransmissionsgrade der hinter Verbund-Sicherheitsglas gelagerten Proben nur geringfügig von 90,7 % auf 88,9 % (VSG 33.1) beziehungsweise von 90,3 % auf 88,7 % (VSG 33.2) ab. Der Lichttransmissionsgrad der temperaturgelagerten Versuchsserie bleibt weitestgehend konstant.[462]

[461] Der Lichttransmissionsgrad wird aus den Messungen an drei Proben gemittelt. Vergleiche auch Kapitel 4.4.

[462] Die durch die Sonnenschutzgläser geschützten Proben konnten in der dritten und elften Woche infolge von aufgetretenen Messfehlern nicht gemessen werden.

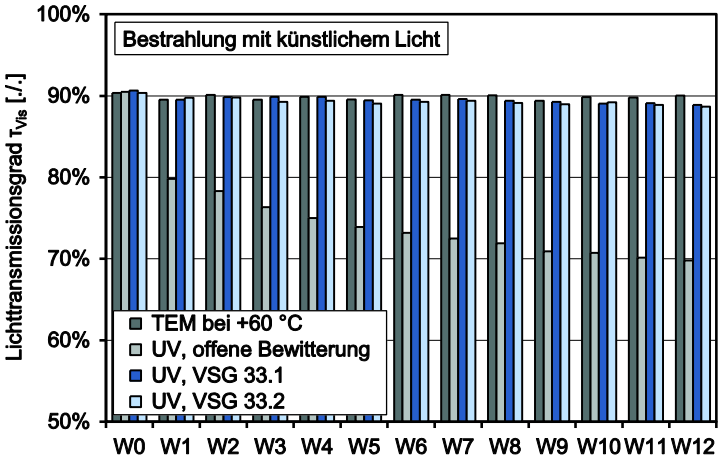


Bild 7.29
Bestrahlung mit künstlichem Licht in Anlehnung an Norm EN ISO 12543-4. Versuchsbegleitende wöchentliche Transmissionsmessung. Vergleich zwischen offen bewitterten Proben (hellgrau) sowie hinter Verbund-Sicherheitsgläsern 33.1 (dunkelblau) und 33.2 (hellblau) gelagerten Proben. Die Referenz bilden temperaturgelagerte Proben (dunkelgrau).

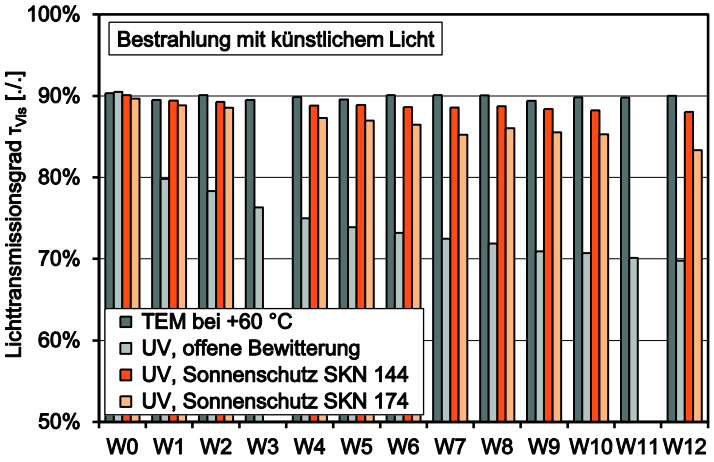


Bild 7.30
Bestrahlung mit künstlichem Licht in Anlehnung an Norm EN ISO 12543-4. Versuchsbegleitende wöchentliche Transmissionsmessung. Vergleich zwischen offen bewitterten Proben (hellgrau) sowie hinter Sonnenschutzgläsern SKN 144 (dunkelorange) und SKN 174 (hellorange) gelagerten Proben. Die Referenz bilden temperaturgelagerte Proben (dunkelgrau).

Die Änderung der mittleren Lichttransmissionsgrade ist abhängig vom nutzbaren Sonnenschutz. Vor allem der beschränkte Spektralbereich und die verbleibende Intensität der ultravioletten Strahlung sind von Bedeutung für die ausgelösten Alterungsprozesse. Der Lichttransmissionsgrad bei den Proben, die durch das Sonnenschutzglas SKN 174 bestrahlt wurden, änderte sich von anfänglich 89,7 % auf 83,3 % nach zwölf Wochen. Hingegen fällt bei der Versuchsserie mit dem Sonnenschutzglas SKN 144 II der Lichttransmissionsgrad nur von 90,1 % auf 88,0 %.

In wöchentlichem Abstand wurden das Erscheinungsbild und insbesondere die farbliche Veränderung bewertet. Die unter erhöhter Temperatur gelagerten Proben (Bild 7.31, links) zeigten bis zum Versuchsende keine Auffälligkeiten. An den ungeschützten, offen bewitterten Glas-Glas-Proben

(Bild 7.31, mittig) war bereits nach einer Woche eine deutliche Farbänderung wahrnehmbar. Der Farbeindruck wurde mit zunehmender Versuchsdauer intensiver und der Klebstoff dunkelte nach. Die Farbabweichungen sind als deutlich (Fehlerart V)[463] einzustufen. Die Beobachtungen decken sich mit den bei der Klebstoffauswahl erzielten Ergebnissen. Hingegen weisen beide hinter Verbund-Sicherheitsglas gealterten Proben (Bild 7.31, rechts) keine nennenswerten Farbänderungen auf. Die hinter Sonnenschutzglas SKN 174 gelagerten Proben zeigten am Ende der Untersuchungen eine kaum wahrnehmbare, geringfügige Farbabweichung (Fehlerart v). Bei Verwendung der Sonnenschutzverglasung SKN 144 II waren hingegen keine farblichen Veränderungen am Klebstoff zu erkennen.

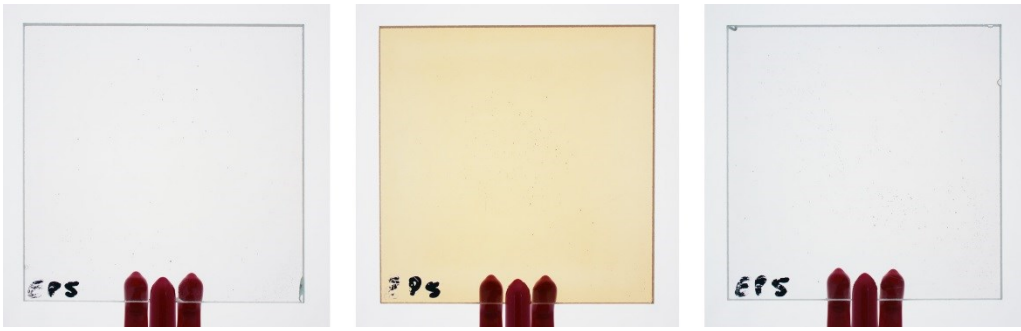


Bild 7.31
Glas-Glas-Proben nach zwölfwöchiger Lagerung.

links TEM bei +60 °C
mittig offene Bewitterung
rechts hinter VSG 33.1

Im Ergebnis zeigt der konstruktive Schutz der Klebschicht durch die Anordnung hinter Verbund-Sicherheitsglas mit PVB-Folien beziehungsweise hinter Sonnenschutzgläsern mit geringem UV- und Lichttransmissionsgrad die erhoffte Wirkung. Auch eine dauerhafte Lagerung bei erhöhter Temperatur von +60 °C führt zu keinen nennenswerten Änderungen des Erscheinungsbilds.

[463] Vergleiche auch Kapitel 4.5.

7.5 Bewertung der Optimierung und der konstruktiven Maßnahmen

Für die Bewertung der Ergebnisse aus Kapitel 6 und 7 wird abermals auf die Nutzwertanalyse zurückgegriffen. Sie dient dabei nicht der Entscheidungsfindung zwischen verschiedenen Alternativen sondern dem Vergleich der einzelnen Maßnahmen. In Tafel 7.2 werden die Ergebnisse der Nutzwertanalyse für die vier in Kapitel 5.2 eingeführten Themenfelder angegeben. Innerhalb der zweiten Spalte finden sich zunächst die Ergebnisse der Klebstoffauswahl. Die dritte Spalte zeigt die infolge der angepassten Verarbeitungsbedingungen erzielten Nutzwerte, unterteilt nach den Prüftemperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C. Die vierte Spalte dient der Beurteilung der konstruktiven Maßnahmen zum Schutz der Klebschicht. Die Tafel 7.3 setzt die Ergebnisse der Nutzwertanalyse ins Verhältnis zu den maximal erreichbaren Punkten.

Das im Themenfeld „Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe“ gegenüber der Klebstoffauswahl eintretende Abmindern des Nutzwerts ist auf geänderte Härtungsbedingungen zurückzuführen. Die Aushärtung mit einer Temperatur von +80 °C über eine Dauer von 5 Stunden ist aus wirtschaftlicher Sicht nicht erstrebenswert, führt aber in den anderen Themenfeldern zu Verbesserungen. Der Nutzwert sinkt daher in Spalte 3 und 4 auf 2,5 Punkte. Die zugehörige Zielerfüllung für dieses Themenfeld fällt auf 63 %.

Im Themenfeld „Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen“ bleibt die Punktzahl von 10,0 Punkten unverändert. Infolge der veränderten Verarbeitungsbedingungen kommt es gegenüber der Klebstoffauswahl zu teilweise verbesserten Eigenschaften. Die eintretende Übererfüllung der festgelegten Ziele hat keine weitere Auswirkung auf den Nutzwert.

Die Temperaturabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften bleibt auch mit der Anpassung der Klebstoffhärtung weitestgehend bestehen. Der gesteigerte Nutzwert im Themenfeld „Thermische Stabilität der Klebstoffe“ von 6,3 Punkten resultiert aus der Verschiebung der Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs sowie aus den verbesserten Zugeigenschaften bei +60 °C.

Themenfeld	Klebstoffauswahl	Verarbeitungsbedingungen			Konstruktive Maßnahmen
		-20 °C	+23 °C	+60 °C	
Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe	2,8	2,5			2,5
Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen	10,0	10,0			10,0
Thermische Stabilität der Klebstoffe	5,6	6,3			6,3
Beständigkeit der Klebverbindungen	10,2	14,0	13,8	12,0	15,2
Nutzwert	28,6	32,8	32,6	30,8	34,0

Tafel 7.2
Übersicht der Nutzwertanalyse geordnet nach Themenfeldern.

Themenfeld	Klebstoffauswahl	Verarbeitungsbedingungen			Konstruktive Maßnahmen
		-20 °C	+23 °C	+60 °C	
Verarbeitung und Aushärtung der Klebstoffe	70 %	63 %			63 %
Grundeigenschaften der Klebstoffe und der Klebverbindungen	100 %	100 %			100 %
Thermische Stabilität der Klebstoffe	56 %	63 %			63 %
Beständigkeit der Klebverbindungen	64 %	88 %	86 %	75 %	95 %
Zielerfüllung	72 %	82 %	82 %	77 %	85 %

Tafel 7.3
Übersicht der prozentualen Zielerfüllung innerhalb der Nutzwertanalyse geordnet nach Themenfeldern.

Die Modifikationen der Substratoberflächen verbessern in Kombination mit den angepassten Härtungsbedingungen die mechanischen Kenngrößen und die Beständigkeit der Klebverbindung. Unabhängig von der Prüftemperatur wird bis auf eine Stichprobe der Zielwert für das 5 %-Fraktil der Restbruchfestigkeit erreicht. Für die Prüftemperatur -20 °C wird sowohl hinsichtlich der Restbruchfestigkeit als auch hinsichtlich der Bruchbilder die volle Punktzahl erzielt. Der Nutzwert im Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindung“ steigt im Vergleich zu den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl von

10,2 auf 14,0 Punkte. Bei der Prüftemperatur +23 °C wird der Zielwert des 5 %-Fraktils der Restbruchfestigkeit bei der Umweltsimulation SUN[464] nicht erreicht. Insgesamt betrachtet wird trotzdem ein Nutzwert von 13,8 Punkten erzielt. Bei einer Prüftemperatur von +60 °C liegen die 5 %-Fraktile für alle Untersuchungen oberhalb des Zielwerts. Gleichzeitig stößt das Haftvermögen des Klebstoffs auf dem nichtrostenden Stahl an seine Grenze. Durch den hohen Anteil an adhäsivem Versagen können beim Qualitätsmerkmal Bruchbild keine Punkte vergeben werden. Daraus folgt ein Nutzwert von immerhin noch 12,0 Punkten.

Dem Ziel, die verbleibenden Defizite bei der Beständigkeit der Klebverbindung zu beheben, dienen die durchgeführten konstruktiven Schutzmaßnahmen. Der Einsatz von Runddichtringen hebt die Restbruchfestigkeit für die berücksichtigten Versuchsserien bei +23 °C an und erhöht so die Tragfähigkeitsreserven der Klebverbindung. Die Auswirkung auf die Nutzwertanalyse ist aufgrund der bereits vorher hohen Zielerfüllung gering. Darüber hinaus waren innerhalb der Untersuchungen zur Klebstoffauswahl sowohl Änderungen des Transmissionsspektrums als auch deutliche Farbabweichungen nach Beanspruchung mit künstlichem Licht (Umweltsimulationen SUN und UV) und nach Temperaturlagerung bei +80 °C erkennbar. Eine weitgehende Abschirmung der Klebschicht vor ultravioletter Strahlung[465] führte zu deutlichen Verbesserungen bei der spektralen Transmission und bei der Beurteilung des Erscheinungsbilds. In der Summe führen die konstruktiven Schutzmaßnahmen im Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindung“ zu einem Nutzwert von 15,2 Punkten (95 % Zielerfüllung).

Betrachtet man den Ergebniswert der Prüftemperatur +23 °C, so findet durch die einzelnen getroffenen Maßnahmen eine Verbesserung von 28,6 Punkten über 32,6 Punkte zu 34,0 Punkten statt. Diese Verbesserung ist fast ausschließlich der Änderung im Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindungen“ zuzuschreiben. Die Zielerfüllung steigt damit von anfänglich 72 % auf 85 %.

[464] Vergleiche auch Anmerkungen in Kapitel 7.3.

[465] Das Wirkprinzip wurde mithilfe der Umweltsimulation UV nachgewiesen. Für die Bestimmung des Nutzwerts wird unterstellt, dass bei einer Beanspruchung mit der Umweltsimulation SUN vergleichbare Ergebnisse beim Erscheinungsbild der Klebschicht zu erzielen sind.

Aufgrund des anhaltend temperatursensiblen Klebstoffverhaltens wurde eine Beschränkung der oberen Einsatztemperatur auf höchstens +60 °C empfohlen. Eine entsprechende Anpassung der Ziel- und Grenzwerte würde vor allem das Themenfeld „Thermische Stabilität der Klebstoffe“ betreffen. Ferner hat die Beschränkung auch Einfluss auf das Themenfeld „Beständigkeit der Klebverbindung“. So zeigten die Proben nach 2.000 Stunden Temperaturlagerung bei +60 °C keine Auffälligkeiten bei ihrem Erscheinungsbild. Dies würde sich bei Berücksichtigung ebenfalls positiv auf den Nutzwert auswirken.

8 Wertung und Handlungsempfehlungen

Die vorliegende Arbeit leistet einen Beitrag zum Einsatz transparenter Epoxidharzklebstoffe im Konstruktiven Glasbau. Im Nachfolgenden werden die wesentlichen Gesichtspunkte herausgegriffen, gewertet und in Handlungsempfehlungen überführt. Um einen Überblick über die Klebstoffgruppe zu erhalten, wurden acht Epoxidharzklebstoffe und ihre Klebverbindungen anhand umfangreicher Kriterien (vergleiche Tafel 5.5) betrachtet. Die Ergebnisse der vornehmlich experimentellen Studien zeigen die enorme Leistungsfähigkeit dieser Klebstoffe, obwohl nicht alle einbezogenen Epoxidharze gleichermaßen überzeugten. Auf die detaillierte und differenzierte Betrachtung der Ergebnisse folgte die Auswahl eines potentiell geeigneten Klebstoffs. Die daran vorgenommenen Untersuchungen dienten vor allem der Identifizierung von Leistungsgrenzen unter Berücksichtigung von Optimierungsschritten und konstruktiven Schutzmaßnahmen.

Die untersuchten transparenten Epoxidharzklebstoffe verfügen über ähnliche thermomechanische und mechanische Werkstoffeigenschaften, welche bei allen Klebstoffen eine Temperaturabhängigkeit aufwiesen. Die Anfangstemperaturen des Glasübergangs liegen weit auseinander und kritischer Weise teils deutlich unterhalb von +80 °C. Die Untersuchungen zeigen, dass eine Optimierung der Klebstoffhärtung zu einer Lageverschiebung der Anfangstemperatur des Glasübergangs, zu einer Änderung der Modulstufe des Speichermoduls und zur Festigkeitserhöhung führen kann. Daher ist eine Studie zur Klebstoffhärtung über die Vorgaben eines technischen Datenblatts hinaus stets vorzusehen.

Die an Substanzproben durchgeführte Zugprüfung lieferte Aussagen zum Verformungs- und Bruchverhalten sowie zu maßgebenden Einpunktkennwerten. Die Ergebnisse sind, wie erwartet, von der Prüftemperatur abhängig. Das Klebstoffverhalten der untersuchten Epoxidharze reicht von linear-elastisch mit spontanem Bruchversagen bis hin zu elastisch-plastisch mit Bruchdehnungen von teils mehr als 40 %. Im Hinblick auf Tragfähigkeitsreserven ist ein duktiles Werkstoffverhalten von Vorteil.

Die Epoxidharzklebstoffe haften gut bis sehr gut auf den gereinigten Fügeteilen aus nichtrostendem Stahl und Glas. Allerdings reagieren die einzelnen Epoxidharzklebstoffe und ihre Klebverbindungen unterschiedlich empfindlich auf die künstlichen Umweltsimulationen, so dass die anfänglich erhoffte Pauschalierung nur begrenzt möglich ist. Insbesondere die künstlichen Umweltsimulationen, die im Zusammenhang mit Wasser oder Schadmedien stehen, gingen häufig mit Festigkeitsreduktionen einher. Hingegen wirkten sich die Bestrahlung mit künstlichem Licht oder die Einwirkung hoher Temperaturen in den meisten Fällen wenig auf die Festigkeit der Verbindung aus. Zusätzliche Ergebnisse zum Alterungsverhalten lieferten die Untersuchungen an Glas-Glas-Proben. Die Umweltsimulationen können verschiedene Veränderung das Transmissionsspektrums und des Erscheinungsbilds verursachen. Maßgebliche Fehlerbilder waren Delaminationen und auftretende Farbabweichungen innerhalb der Klebschicht. Anhand der Auswertung einer Vielzahl von Qualitätsmerkmalen im Rahmen der Nutzwertanalyse konnte ein vielversprechender Klebstoff für weiterführende Untersuchungen ausgewählt werden.

Durch die Optimierung der Klebstoffhärtung lassen sich, wie bereits erwähnt, Klebstoffeigenschaften gezielt verbessern. Die anzupassenden Parameter sind die Härtungstemperatur und die Reaktionsdauer. Für die experimentelle Untersuchung kamen die infrarotspektrometrische Analyse (IR-ATR-Verfahren), die DSC und die DMA zur Anwendung. Der Informationsgehalt der einzelnen Analysemethoden ist unterschiedlich. Erst die Kombination dieser Methoden ermöglicht die zeitaufgelöste Analyse der chemischen Reaktion, die Bestimmung der Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit vom Umsatz und die Betrachtung des Zusammenhangs von Reaktionsbedingungen und thermomechanischen Eigenschaften. Auf Grundlage der erhaltenen Ergebnisse wurden die Härtungstemperatur auf +80 °C und die Reaktionsdauer auf 300 Minuten festgelegt. Gegenüber den Versuchen zur Klebstoffauswahl konnte sowohl die Lage der Anfangstemperatur des Glasübergangs verschoben als auch eine Abflachung der Modulstufe des Speichermoduls bewirkt werden. Darüber hinaus geht vermutlich ein Teil der später festgestellten Festigkeitssteigerung auf die optimierte Klebstoffhärtung zurück. Der Zielwert von +80 °C für die Anfangstemperatur des Glasübergangs war für den ausgewählten Klebstoff aber auch so nicht zu erreichen.

Die Dauerhaftigkeit und die Beständigkeit einer Klebverbindung werden, neben dem Alterungsverhalten des Klebstoffs, wesentlich von der Qualität und den Eigenschaften der Substratoberflächen bestimmt. Für die Verbesserung und Optimierung der Oberflächeneigenschaften stehen verschiedene vorbereitende, vorbehandelnde und nachbehandelnde Maßnahmen zu Verfügung. Die getroffene Auswahl berücksichtigt Methoden, die auf ätzende, hochgiftige oder umweltschädigende Substanzen verzichten, und beruht auf am Institut für Baukonstruktion vorliegenden wissenschaftlichen Ergebnissen[466]. Als Methoden kamen die Standardreinigung, die Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse und das Atmosphärendruckplasma zum Einsatz. Die substratabhängige Festlegung der verfahrensspezifischen Parameter basiert ebenfalls auf den vorhandenen wissenschaftlichen Untersuchungen. Für eine Nachbehandlung wurde ergänzend der Einsatz eines auf Epoxidharzklebstoffe abgestimmten Haftvermittlers vorgesehen.

Die Wirkungsweise der einzelnen Behandlungsmethoden ist nicht nur substrat- sondern auch klebstoffabhängig. Daher ist neben der Beurteilung des Benetzungsverhaltens auch stets die Beurteilung des Haftverhaltens der Klebverbindung notwendig. Dabei hat sich ein stufenweises Vorgehen – beginnend mit der Untersuchung der Metalloberfläche und anschließender Untersuchung der Glasoberfläche – bewährt. Die Kontaktwinkelmessung ermöglicht mithilfe mehrerer Prüfflüssigkeiten die Einschätzung des Benetzungsverhaltens. Grundsätzlich ist mithilfe der Schritte Reinigung, Vor- und Nachbehandlung eine Oberflächenenergie von mindestens 60 mN/m anzustreben. Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessung zeigten, dass der Klebstoff nach jeder der einbezogenen Oberflächenbehandlungen die Substratoberflächen vollständig benetzte. Die bestimmten Anfangsfestigkeiten korrelieren nicht in jedem Fall mit den Ergebnissen der Kontaktwinkelmessungen. Basierend auf den ermittelten Anfangsfestigkeiten wurde die Methode V6E (Standardreinigung, Atmosphärendruckplasma und Nachbehandlung mit Haftvermittler) für den nichtrostenden Stahl und die Methode V3G (Standardreinigung und Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse) für das Glas festgelegt.

[466] Vergleiche C. Kothe 2013, Weller 2014a.

An die Optimierung der Klebstoffhärtung und die Auswahl der Oberflächenbehandlung für die Substrate schlossen sich die Untersuchung der Klebstoffeigenschaften und die Ermittlung der Festigkeiten der Glas-Metall-Verbindung vor und nach den Umweltsimulationen an.

Die Charakterisierung der Klebstoffeigenschaften umfasst die Bestimmungen des thermomechanischen Verhaltens sowie des Verformungsverhaltens unter uniaxialer Zug- und Druckbeanspruchung. Bei den Untersuchungen an Substanzproben wurden Prüftemperatur und Prüfgeschwindigkeit variiert. Mithilfe der Untersuchungsergebnisse kann das Klebstoffverhalten für die Prüftemperaturen -20 °C und +23 °C modellhaft gut beschrieben werden, solange die Geometrie und der Beanspruchungszustand der Klebschicht einfach und eindeutig sind. Das Verformungsverhalten ist für beide Prüftemperaturen nur gering von der Prüfgeschwindigkeit abhängig. Bei zunehmender Komplexität der numerischen Strukturanalyse muss eine Validierung der vorgestellten Daten mithilfe ergänzender experimentellen Untersuchungen erfolgen. Hierfür bieten sich etwa Prüfungen an stumpf geklebten Hohlrohren[467] oder auch geeignete Bauteiluntersuchungen an.

Basierend auf den Ergebnissen der Kapitel 6.1.2 und 7.1 wurde die obere Grenze des Einsatztemperaturbereichs vorläufig auf +60 °C begrenzt. Bei dieser Prüftemperatur sind die mechanischen Eigenschaften deutlicher von der Prüfgeschwindigkeit abhängig. Darüber hinaus ist eine drastische Streuung der Einzelergebnisse erkennbar. Dies gilt insbesondere für die Bestimmung der Druckeigenschaften. Eine Streuung in diesem Ausmaß wurde nicht vorhergesehen, auch wenn bekannt ist, dass die Anwendung von Kunststoffen im Glasübergangsbereich kritisch sein kann. Die Untersuchungsergebnisse für +60 °C sind daher nicht für die Mo-

[467] Ein homogener Spannungszustand lässt sich mithilfe stumpf geklebter Hohlrohre nach Norm EN 14869-1 erzeugen. Zu diesem Zweck werden zwei zylindrische Hohlrohre mittels einer geschlossenen ringförmigen Klebung miteinander verbunden. Der Prüfkörper erlaubt sowohl die Zugbelastung entlang der Längsachse als auch die Torsion um die Längsachse. Das Prüfverfahren ermöglicht die Bestimmung der Zugspannungs-Längsdehnungs-Beziehung sowie der Schubspannungs-Gleitungs-Beziehung für die Klebschicht. Auch kombinierte Belastungen sind realisierbar. Weitere Informationen und Studien sind in Bartel 2007, Bornemann 2004, Schlimmer 2004 und Vogt 2009 zu finden.

dellierung des Klebstoffverhaltens geeignet, da eine hinreichende Prognosesicherheit eines Strukturmodells nicht gewährleistet ist.

Neben verbesserten Anfangsfestigkeiten, verursacht die angepasste Klebstoffhärtung in Verbindung mit der Behandlung der Substratoberflächen durchgängig eine Steigerung der 5 %-Fraktile der Restfestigkeit. Für eine Prüftemperatur von -20 °C wird der vereinbarte Zielwert stets erfüllt. Bei einer Prüftemperatur von +23 °C verursacht die Umweltsimulation SUN (Kombinierte Beanspruchung mit Temperatur, demineralisiertem Wasser und künstlichem Licht) Festigkeitsverluste bis unterhalb des angestrebten Zielwerts. Rein adhäsives Versagen lag als Bruchbild für beide Prüftemperaturen aber kaum vor. Bei einer Prüftemperatur von +60 °C liegen die 5 %-Fraktile der Restfestigkeit für alle Versuchsserien über dem Zielwert. Allerdings ist der hohe Anteil an adhäsivem Versagen, dies betrifft immerhin 40 % aller Proben, problematisch und deutet auf ein gestörtes Haftvermögen hin.

Für die praktische Anwendung sollte die vorgeschlagene obere Grenze der Einsatztemperaturbereichs von +60 °C, abhängig vom jeweiligen Anwendungsfall und den daraus resultierenden Einwirkungen auf die Klebschicht, nochmals kritisch hinterfragt werden.

Die zunächst erzielten Restfestigkeiten sind weitestgehend befriedigend. Gleichwohl schien noch Verbesserungspotential vorhanden zu sein. Durch den Einsatz eines Dichtelements – in Form eines Dichtprofils oder eines Dichtstoffs – kann die Einwirkung von Feuchtigkeit oder Schadmedien wirkungsvoll eingedämmt oder gar vollständig unterbunden werden. In der vorliegenden Arbeit wurde die Wirkung von Runddichtringen aus den Werkstoffen EPDM und MVQ untersucht. Diese einfache Dichtungsvariante führte bei den ausgewählten Versuchsserien unter der Prüftemperatur von +23 °C zu gesteigerten Restfestigkeiten gegenüber den Versuchsserien mit ungeschützter Klebschicht, wobei MVQ als nicht diffusionsdichter Werkstoff schlechter abschnitt als der Werkstoff EPDM. Grundsätzlich ist der Einsatz von Dichtungselementen zu empfehlen. Hierfür stehen verschiedene Varianten zur Auswahl. Allerdings ist eine Abwägung zwischen erzielbarer Schutzwirkung, Platzbedarf und optischer Präsenz zu treffen. Darüber hinaus bleibt die Verträglichkeit

der unmittelbar nebeneinander angeordneten Materialien zu untersuchen. Berücksichtigt der Nachweis der Tragfähigkeit und Gebrauchstauglichkeit planmäßig diese Schutzwirkung, so sind in regelmäßigen Intervallen Kontrollen und Wartungen bis hin zum Austausch des Dichtelements vorzusehen.

Infolge von Bestrahlung mit künstlichem Licht traten häufig deutliche Farbänderungen in der Klebschicht auf, die auf photochemische Alterungsprozesse hindeuteten. Vor allem die UV-Strahlung innerhalb der Globalstrahlung wird für derartige Erscheinungen verantwortlich gemacht. Das Ziel der experimentellen Untersuchungen war daher, den Zugang der UV-Strahlung zur Klebschicht zu begrenzen oder gar ganz zu unterdrücken. Hierzu wurden verschiedene Gläser als eine Art „Filter“ zwischen der Lichtquelle und den Proben positioniert. Die Ergebnisse zeigen, dass sowohl Verbund-Sicherheitsglas mit PVB-Folien als auch Sonnenschutzglas mit geringem UV- und Lichttransmissionsgrad die Klebschicht sehr effektiv schützen. Mit großer Wahrscheinlichkeit müssen zum Erreichen einer hinreichenden Robustheit und ausreichender Resttragfähigkeit am geklebten Bauteil ohnehin Scheiben aus Verbund-Sicherheitsglas eingesetzt werden. Die nachgewiesenermaßen positive Wirkung ist daher in vielen Anwendungssituationen gegeben.

Die nachfolgenden Ausführungen betreffen die experimentellen Untersuchungen, die zur Beurteilung der optischen Eigenschaften und des Erscheinungsbilds bei transparenten Klebstoffen dienen. Als erste Untersuchungsmethode wäre die Lichttransmissionsmessung zu nennen. Sie stellt eine sehr sensitive Messmethode dar, die durch Umwelteinflüsse oder Umweltsimulationen hervorgerufene Veränderungen im Transmissionsspektrum gut erkennbar macht. Die ausschließliche Fokussierung auf die Kenngröße Lichttransmissionsgrad ist mit Vorbehalt zu betrachten. Vielmehr ist eine Beurteilung des Erscheinungsbilds, insbesondere hinsichtlich etwaiger Farbabweichungen, als ergänzende Untersuchung zu empfehlen. Die Verwendung von durchgefärbten Vergleichsscheiben als Farbreferenz hat sich bewährt.

Die Beurteilung des Erscheinungsbilds und die Fehleranalyse orientieren sich am Vorgehen bei Verbund-Sicherheitsglas und bei beschichtetem Glas. Hierfür müssen maßgebende Fehlerarten sowie Fehlerklassen und ihre Akzeptanz-

grenzen, das heißt die noch eben tolerierbare beziehungsweise eben die nicht mehr tolerierbare Abweichung vom optimalen Erscheinungsbild, mit dem Kunden vereinbart oder eigenständig festgelegt werden. Die hierzu in der Arbeit eingeführten Fehlerarten dienen (ohne Anspruch auf Vollständigkeit) als Grundlage für die Beurteilung des Erscheinungsbilds.

Die Nutzwertanalyse unterstützt die Entscheidungsfindung bei komplexen Problemstellungen, indem sie das Problem fragmentiert und so die Bewertung anhand einzelner Qualitätsmerkmale erlaubt. Die Definition entscheidender Qualitätsmerkmale sowie die Festlegung von Ziel- und Grenzwerten macht den Entscheidungsprozess transparent und nachvollziehbar. Die Auswahl geeigneter Qualitätsmerkmale sowie die Möglichkeit zur Strukturierung und Gewichtung der Merkmale hängen neben dem konkreten Anwendungsfall auch von den Präferenzen des Entscheiders ab. Eine weiterführende Auseinandersetzung mit den Möglichkeiten und den Grenzen dieser Methode ist vor der Anwendung indes notwendig. Innerhalb der Arbeit wurde die Nutzwertanalyse verwendet, um einen Klebstoff für die weiterführenden Untersuchungen auszuwählen. Aus den erzielten Erfahrungen heraus kann die Anwendung dieses Verfahren für die Auswahl eines geeigneten Klebstoffs empfohlen werden.

Eine weitere in der vorliegenden Arbeit durchgeführte Nutzwertanalyse diente nicht der Auswahl einer Alternative. Vielmehr wurde der Nutzwert als Vergleichsmaßstab zwischen den Ergebnissen der Klebstoffauswahl, der durchgeführten Optimierung der Verarbeitungsbedingungen und den konstruktiven Maßnahmen herangezogen. Die erhaltenen Nutzwerte geben Aufschluss, ob einzelne Optimierungen zweckdienlich waren.

In der unternehmerischen Praxis müssen auch bisher nicht adressierte Qualitätsmerkmale, wie beispielsweise die Wertanmutung der gefundenen Lösung, die Verfügbarkeit und der Preis von Kleb- und Werkstoffen, die Anschaffungs- und Betriebskosten für notwendige Anlagen, die Zweckmäßigkeit der Integration von Verfahren in bestehende Fertigungsabläufe oder sich ergebende Sicherheitsanforderungen, in die Nutzwertanalyse einfließen.

Das ursprüngliche Anwendungsszenario (vergleiche Kapitel 3.5) geht von einer Vertikalverglasung mit geklebten Punkthaltern aus, wie dies beispielsweise in Vorhangfassaden, in Trennwandsystemen oder in der äußeren Fassadenebene von Doppelfassaden vorkommen könnte. Das innerhalb der Arbeit bevorzugte statische System (Bild 3.13, mittig) trennt die horizontalen Lasteinwirkungen vom Eigengewichtsabtrag. Benötigt werden hierfür lediglich zwei Halterkonstruktionen mit frei beweglicher beziehungsweise einachsig beweglicher Lagerung. Einen Konstruktionsvorschlag unter Berücksichtigung der vorliegenden Untersuchungsergebnisse zeigt nachfolgendes Bild.

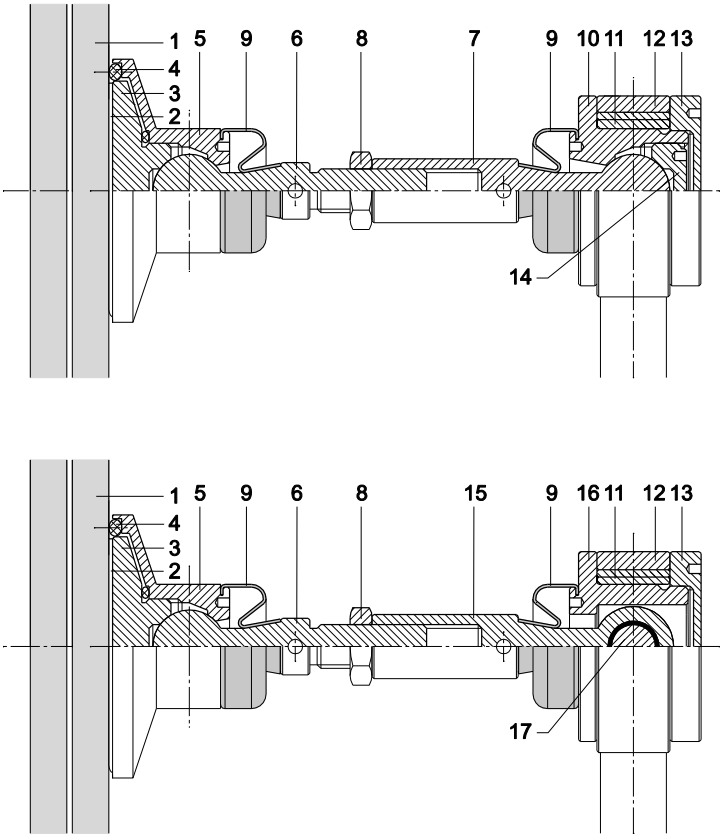


Bild 8.1
Vertikalschnitt und Ansicht geklebter Punkthalter mit frei (oben) und einachsig (unten) beweglichem Lager.

1 VSG
2 Klebschicht
3 Fügeteil mit Kugelpfanne
4 Runddichtring
5 Abdeckung mit Kugelpfanne
6 Gewindebolzen mit Kugelgelenk
7 Bolzen mit Innengewinde und Kugelgelenk
8 Mutter
9 Dichtmanschette
10 Lager mit Kugelpfanne
11 Doppelexzenter
12 Spider
13 Gewindescheibe
14 Anpressscheibe mit Kugelpfanne
15 Bolzen mit Innengewinde, Wellenaufnahme und Kunststoffgleitlager
16 Lager mit Wellenaufnahme
17 Welle

In Bild 8.1 sind die beiden benötigten Halterkonstruktionen unter Berücksichtigung von Pendelstab-Verbindungen dargestellt. Im Bereich der Halter können Toleranzen vertikal zur Scheibenebene durch den Gewindebolzen und das Innengewinde ausgeglichen werden. Ein Toleranzausgleich in Scheibenebene kann an der Schnittstelle zwischen Halterkonstruktion und Spider mittels Doppelexzenters erfolgen.

Für den Schutz der Klebschicht vor Feuchtigkeit, Schadmedien und Verunreinigungen dient ein Runddichtring. Durch das vorgelagerte Verbund-Sicherheitsglas mit einer Polyvinylbutyral als Zwischenschicht wird der Klebstoff wirkungsvoll vor ultravioletter Strahlung geschützt.[468]

Darüber hinaus sei nochmals auf die in Kapitel 3.5 enthaltenen Bemerkungen zur Ausbildung des Eigengewichtsabtrags, zur Sicherung der Verglasung im Schadensfall und zu den technischen Möglichkeiten einer Schadensvorankündigung verwiesen.

[468] Eine erste prototypische Umsetzung erfolgte im Rahmen des BMBF-Forschungsvorhabenns GLASKONNEX-Transfer (Laufzeit 2013-2016). Die Schlussberichte liegen der Technischen Informationsbibliothek (TIB) Hannover vor.

9 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit widmet sich den transparenten, zweikomponentigen Epoxidharzklebstoffen und deren Einsatz im Konstruktiven Glasbau. Aufgrund ihrer physikalischen Eigenschaften eigenen sich diese Klebstoffe vornehmlich für eine konzentrierte Lastübertragung zwischen einer metallischen Halterkonstruktion und der Verglasung. Daher dient als Ausgang für die Festlegung der Anforderungen an die Epoxidharzklebstoffe das fiktive Anwendungsszenario einer punktuell lastabtragend geklebten Vertikalverglasung mit getrenntem Eigengewichtsabtrag. Neben der beanspruchungsgerechten Gestaltung der Halterkonstruktion und des Gesamttragwerks bildet die intensive Auseinandersetzung mit den Eigenschaften der Epoxidharze, vornehmlich mithilfe experimenteller Untersuchungen, den Schwerpunkt der durchgeführten wissenschaftlichen Arbeiten.

Insgesamt acht Epoxidharzklebstoffe und ihre Klebverbindungen wurden anhand umfangreicher Kriterien (vergleiche Tafel 5.5) untersucht und verglichen, um einen möglichst vollständigen Überblick über die Klebstoffgruppe zu erhalten. Das experimentelle Untersuchungsprogramm legte neben den thermomechanischen und mechanischen Eigenschaften auch ein besonderes Augenmerk auf die optischen Eigenschaften und das Erscheinungsbild. Zur Analyse der Witterungsbeständigkeit wurden zehn Umweltsimulationsmethoden (vergleiche Tabelle 3.10) ins Untersuchungsprogramm aufgenommen. Anhand der Auswertung einer Vielzahl von Qualitätsmerkmalen konnte im Rahmen der Nutzwertanalyse der, für die weiterführenden Untersuchungen vielversprechende, Klebstoff Loctite Hysol M-31 CL ausgewählt werden.

Nach der Festlegung auf diesen Klebstoff wurden dessen Verarbeitungsbedingungen, mit dem Ziel ein optimiertes Eigenschaftsprofil herbeizuführen, näher untersucht. Es wurde festgestellt, dass durch die Anpassung der Klebstoffhärtung die thermomechanischen Klebstoffeigenschaften gezielt verbessert werden können. Die zu variierenden Parameter sind die Härtungstemperatur und die Reaktionsdauer. Die thermomechanischen Eigenschaften des Loctite Hysol M-31 CL konnten durch diese Anstrengungen optimiert werden, trotzdem genügt das erzielte Eigenschaftsprofil nicht gänzlich

den Anforderungen des baupraktisch relevanten Einsatztemperaturbereichs. Daher musste letztendlich die obere Temperaturgrenze von +80 °C auf +60 °C herabgesetzt werden.

Bekanntlich lassen sich durch die Modifikation der Oberflächeneigenschaften das Haftverhalten des Klebstoffs auf den Substraten und die Beständigkeit der Klebverbindung günstig beeinflussen. Neben der Standardreinigung der Oberflächen wurden die Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse und das Atmosphärendruckplasma als Vorbehandlungsmethoden in Betracht gezogen. Auf eine intensive Parameterstudie konnte für die beiden Verfahren verzichtet werden, da hierfür in großem Umfang Forschungsergebnisse vorlagen. Die Oberflächenvorbehandlungen wurden lediglich durch den Einsatz eines Haftvermittlers ergänzt. Bei der Analyse des Benetzungsverhaltens wurde deutlich, dass der Klebstoff Loctite Hysol M-31CL beide Substrate jeweils schon nach der Standardreinigung vollständig benetzt. Da die Wirkungsweise der einzelnen Behandlungsmethoden nicht nur substrat- sondern auch klebstoffabhängig ist, ist für eine ganzheitliche Beurteilung neben der Analyse des Benetzungsverhaltens auch stets die Untersuchung des Haftverhaltens notwendig. Basierend auf den bestimmten Anfangsfestigkeiten wurde für den nichtrostenden Stahl die Variante V6E (Standardreinigung, Atmosphärendruckplasma und Nachbehandlung mit Haftvermittler) ausgewählt. Für die Atmosphärenseite des Glases stellte sich die Methode V3G (Standardreinigung und Oberflächensilikatisierung durch Flammenpyrolyse) als sehr vorteilhaft dar.

An die Optimierung der Verarbeitungsbedingungen schlossen sich die Untersuchung der Klebstoffeigenschaften und die Ermittlung der Festigkeiten der Glas-Metall-Verbindung vor und nach den Umweltsimulationen an. Der Klebstoff Loctite Hysol M-31CL erreicht nach der angepassten Klebstoffhärtung und nach der Oberflächenbehandlung bei allen Prüftemperaturen sowohl vor als auch nach der Umweltsimulation sehr gute Festigkeiten. Dabei wurden die drei Prüftemperaturen -20 °C, +23 °C und +60 °C berücksichtigt. Auffällig war lediglich die Restbruchfestigkeit nach der Umweltsimulation SUN mit anschließender Konditionierung und Prüfung bei +23 °C. Diese Stichprobe erreichte als einzige den festgelegten Zielwert nicht. Darüber hinaus gab auch das Bruchverhalten der Glas-Metall-Proben bei der Prüftemperatur von +60 °C Anlass zur kritischen Betrachtung. Der hohe Anteil

an adhäsivem Versagen, 40 % aller untersuchten Proben, deutet auf ein gestörtes Haftvermögen hin.

Eine zusätzliche Verbesserung verspricht der konstruktive Schutz der Klebschicht. Das Ziel der Untersuchungen war, die Wirksamkeit und die Wirkungsweise verschiedener Maßnahmen zu überprüfen. Zunächst wurde die Anwendung von einfachsten Dichtelementen – Runddichtringe aus den Werkstoffen EPDM und MVQ – zum Schutz vor Feuchte und Schadmedien untersucht. Die Restbruchfestigkeit der Glas-Metall-Verbindung konnte mithilfe der Runddichtringe zum Teil deutlich gesteigert werden, wobei MVQ als nicht diffusionsdichter Werkstoff schlechter abschnitt als der Werkstoff EPDM.

Weiterhin wurde zum Schutz der Klebschicht auch die vor ultravioletter Strahlung abschottende Wirkung verschiedener Glasarten erprobt. Dabei führte sowohl die vollständige Vermeidung der ultravioletten Strahlung durch Verbund-Sicherheitsglas mit Polyvinylbutyral-Folien sowie auch die Verminderung der Strahlungsintensität durch Sonnenschutzglas mit geringem Lichttransmissionsgrad zum gewünschten Ergebnis. Die noch bei den Untersuchungen zur Klebstoffauswahl aufgetretenen Farbänderungen waren bei diesen Versuchsserien nicht mehr zu erkennen.

In der gesamtheitlichen Betrachtung und in Hinblick auf eine baupraktische Umsetzung sind Abstriche vor allem bei der Verarbeitung und Aushärtung des Klebstoffs einzugehen. Mit einer ausschließlich bei Raumtemperatur ablaufenden Klebstoffhärtung ist das vollständige Potential der Klebstoffeigenschaften nicht zu erreichen. Ebenfalls kritisch ist die Lage des Glasübergangs innerhalb des baupraktisch relevanten Temperaturbereichs einzuschätzen. Daher bleibt eine anwendungsbezogene Beurteilung der thermischen Randbedingungen in jedem Fall notwendig. Hingegen sind fast keine Kompromisse hinsichtlich der Beständigkeit der mechanischen und optischen Eigenschaften notwendig, wenn die vorgestellten konstruktiven Schutzmaßnahmen zur Anwendung kommen.

Die Arbeit stützt sich bei der Festlegung des Anforderungsprofils sowie bei der Festlegung und Gewichtung der Qualitätsmerkmale auf die Grundlagen des beanspruchungsge-

rechten Konstruierens. Gleichwohl findet innerhalb der vorliegenden Arbeit weder die Umsetzung in Baumuster oder Prototypen noch deren rechnerische und experimentelle Untersuchung statt. Ebenfalls steht eine eingehende bauaufsichtliche Bewertung geklebter Verbindungen noch aus.

Die Festlegung der Zielwerte für die Anfangs- und die Restbruchfestigkeit beruht auf der Adaption des deterministischen Sicherheitskonzeptes der ETAG 002-1 an die untersuchten Epoxidharze. Dieses Vorgehen ist der Notwendigkeit geschuldet, eine zweckmäßige Annahme über die zu erreichenden Festigkeiten zu treffen. Ein bevorzugter Weise probabilistisches Sicherheitskonzept für geklebte Verbindungen in Glastragwerken liegt bisher nicht vor.

Die untersuchten Epoxidharzklebstoffe wurden nicht für die Anwendung im Bauwesen konzipiert und insbesondere nicht an die herrschenden thermischen Bedingungen angepasst. Die notwendige Ausweitung des Einsatztemperaturbereichs kann nur durch die Verbesserung der thermomechanischen Eigenschaften erreicht werden. Inwieweit dies durch eine Veränderung der Klebstoffrezeptur möglich ist, kann nicht bewertet werden. Bekannt ist, dass durch den Einsatz von speziellen Additiven ein wirkungsvoller Schutz vor der solaren Bestrahlung erzielt werden kann. Als erfolgreiches Beispiel aus dem Glasbau ist hier die UV-stabilisierte Polyvinylbutyral-Folie als Zwischenschichtmaterial für Verbund-Sicherheitsglas zu nennen. Eine weiterführende interdisziplinäre Forschung wäre wünschenswert, um bereits das Grundverhalten der Klebstoffe zu verbessern.

Die künstlich unter Laborbedingungen durchgeführten Umweltsimulationen beruhen, wie bereits erwähnt, auf einer Intensitätserhöhung einzelner Parameter, um chemisch-physikalische Alterungsprozesse zu beschleunigen. Daher ist es schwer eine Korrelation zwischen den Umweltsimulationen und den realen Witterungs- und Umgebungsbedingungen herzustellen. Abhilfe könnte hier eine mehrjährige Freibewitterung der Proben bringen. Um vorhandene klimatische Schwankungen auszugleichen und reproduzierbare Daten zu erhalten, müsste eine solche Untersuchung über viele Jahre kontinuierlich durchgeführt werden.

Ein weiterer Ansatz sich der Problematik der künstlichen Umweltsimulation und ihrer Übertragbarkeit zu nähern, stellt

die dynamische Gebäude- und Bauteilsimulation dar. In den letzten Jahren gab es deutliche Fortschritte bei der computergestützten Simulation auf Gebäude- und Bauteilebene. Aber auch die notwendige Datenbasis wurde in den letzten Jahren durch verfeinerte meteorologische Messungen und durch die Weiterverarbeitung der Messdaten[469] geschaffen. Eine gesamtheitliche bauphysikalische Betrachtung aller maßgebenden Einwirkungen und Einwirkungskombinationen sowie eine nochmalige Erweiterung der meteorologischen Datenbasis stehen noch aus und sollten Gegenstand zukünftiger Forschungstätigkeiten sein.

Ein besonderer Forschungsbedarf hinsichtlich der künstlichen Umweltsimulation wird auch bei den Immersionstests in wässriger tensidhaltiger Reinigungsmittellösung oder direkt in einem Fassaden- und Glasreiniger gesehen. Beide Umweltsimulationen führen nicht nur bei den Epoxidharzklebstoffen sondern auch bei anderen hochmoduligen und hochfesten Klebstoffsystemen immer wieder zu erheblichen Festigkeitsminderungen. Eine wissenschaftliche Überprüfung der Realitätsnähe des Immersionstests gegenüber realen Reinigungsmittelbeanspruchungen erscheint daher erforderlich.

[469] Vergleiche hinsichtlich der Entwicklung temperaturoptimierter Testreferenzjahre Jahn 1986, Christoffer 2004. Vergleiche hinsichtlich der Entwicklung strahlungsoptimierter Testreferenzjahre Weller 2014b. Vergleiche hinsichtlich der Entwicklung feuchteoptimierter Testreferenzjahre Künzel 2010.

10 Literatur

10.1 Monographien und Aufsätze

Aben 1993 — Aben, H.; Guillemet, C.: Photoelasticity of Glass. Berlin u. a.: Springer, 1993.

Adams 1999 — Adams, K. H.: Oberflächenvorbehandlung. Lackieren, Kleben, Emaillieren. Weinheim: WILEY-VCH, 1999.

Albrecht 2004 — Albrecht, N.: Lastabtragungsmechanismen im Lochbereich punktgestützter Glastafeln. Dissertation Universität Fridericiana zu Karlsruhe, 2004.

Altenbach 2015 — Altenbach, H.: Kontinuumsmechanik. Einführung in die materialunabhängigen und materialabhängigen Gleichungen. 3. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2015.

Atkins 2006 — Atkins, P. W.; Paula, J. de: Physikalische Chemie. 4. Auflage. Weinheim: Wiley-VCH, 2006.

ATLAS 1999 — ATLAS: Betriebsanleitung SUNTEST CPS / CPS+. Linsengericht: ATLAS Material Testing Technology GmbH, 1999.

Baitinger 2010 — Baitinger, M.: Zur Bemessung von SL-belasteten Anschlüssen im konstruktiven Glasbau. Dissertation. Rheinisch Westfälische Technische Hochschule Aachen, 2010.

Banhart 1998 — Banhart, J.; Baumeister, J.: Deformation characteristics of metal foams. In: Journal of Material Science 33 (1998), Heft 6. Seite 1431-1440.

Bargel 2012 — Bargel, H.-J.; Schulze, G. (Hrsg.): Werkstoffkunde. 11. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2012.

Barton 1985 — Barton, J. M.: The application of differential scanning calorimetry (DSC) to the study of epoxy resin curing reactions Advances in Polymer Science. In: Advances in Polymer Science 72 (1985). Seite 111-154.

Beer 2009 — Beer, T.; Knospe, A.; Buske, C.: Atmosphärisches Plasma in der Medizintechnik. In: Medizintechnik. Life Science Engineering. 5. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer, 2009. Seite 839-862

Bertram 2005 — Bertram, A.: Elasticity and Plasticity of Large Deformations. An Introduction. Berlin, Heidelberg: Springer, 2005.

Beyer 2007 — Beyer, J.: Ein Beitrag zum Bemessungskonzept für punktgestützte Glastafeln. Dissertation Technische Universität Darmstadt, 2007.

BF 2012 — Arbeitskreis Sicherheitsglas: BF-Merkblatt 012 / 2012. Reinigung von Glas. Troisdorf: Bundesverband Flachglas, 2012.

Bornemann 2004 — Bornemann, J.: Experimentelle und numerische Untersuchung von EP-Klebstoffen im Hinblick auf die Modellbildung zur Berechnung geklebter Verbindungen. Dissertation. Aachen: Shaker, 2004.

Brockmann 1998 — Brockmann, W.: Untersuchung der Langzeitbeständigkeit geklebter Verbindungen aus Floatglas. Schlussbericht zum AiF-Vorhaben 10241. Technische Universität Kaiserslautern, 1998.

Brockmann 2005	Brockmann, W.; Geiß, P. L.; Klingen, J.; Schröder, B.: Klebtechnik: Klebstoffe, Anwendungen und Verfahren. Weinheim: Whiley-VCH, 2005.
Bueche 1960	Bueche, F.: Molecular Basis for the Mullins Effect. In: Journal of Applied Polymer Science 4 (1960). Seite 107-114.
Butzmann 2005	Butzmann, B.: Prüfung und Analyse geklebter Punkthalter. Großer Beleg. Technische Universität Dresden, 2005.
Cleff 2011	Cleff, T.: Deskriptive Statistik und moderne Datenanalyse. 2. Auflage. Wiesbaden: Gabler, 2011.
Christoffer 2004	Christoffer, J.; Deutschländer, T.; Webs, M: Testreferenzjahre von Deutschland für mittlere und extreme Witterungsverhältnisse. Offenbach: DWD Deutscher Wetterdienst, 2004.
Cruz 2010	Cruz, P. J. S.; Carvalho, P. L.; Silva, E.; Casal, C.: Embedded glass fixing system. In: Tagungsband Engineered Transparency. Düsseldorf, 2010. Seite 213-220.
Cruz 2014	Cruz, P. J. S.; Carvalho, P. L.; Silva, E.; Rocha, P.: Embedded point fittings in laminated and double insulating units. In: Tagungsband Challenging Glass 4. Lausanne, 2014. Seite 331-338.
da Silva 2008	Silva, L. F. M. da; Öchsner, A.: Modeling of Adhesively Bonded Joints. Berlin, Heidelberg: Springer, 2008.
da Silva 2011	Silva, L. F. M. da; Öchsner, A.; Adams, R. D.: Handbook of Adhesion Technology. 2 Bände. Berlin, Heidelberg: Springer, 2011.
DELO 2007	DELO Industrie Klebstoffe: BOND it – Nachschlagewerk zur Klebstechnik. Windach: kaltnermedia, 2007.
Denkena 2011	Denkena, B.; Tönshoff, H. K.: Spanen. Grundlagen. 3. Auflage. Heidelberg, Dordrecht, London, New York: Springer, 2011.
Dispersyn 2014	Dispersyn, J.; van der Biest, T.; Belis, J.: Experimental research on the failor of adhesive point-fixings between annealed glass and metal unit under uniaxial load. In: Tagungsband Challenging Glass 4. Lausanne, 2014. Seite 339-346.
Dominghaus 2005	Domininghaus, H.: Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften. Berlin, Heidelberg: Springer, 2005.
Dusek 1986	Dusek, K.: Network formation in curing of epoxy resins In: Advances in Polymer Science 78 (1986). Seite 1-59.
Ebert 2014	Ebert, J.: Kunststoffe für den Einsatz als hochbelastbares Klotzungsmaterial. In: Glasbau 2014. Berlin : Ernst und Sohn, 2014. Seite 171-182.
Ehrenstein 2003	Ehrenstein, G.W.; Riedel, G.; Trawiel, P.: Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen. München, Wien: Hanser, 2003.
Ehrenstein 2007	Ehrenstein, G.W.; Pongratz, S.: Beständigkeit von Kunststoffen. 2 Bände. München: Hanser, 2007.

Ehrlenspiel 2009 — Ehrlenspiel, K.: Integrierte Produktentwicklung. 4. Auflage München, Wien: Hanser, 2009.

Einsfeld 2000 — Einsfeld, U.: Geklebte Verbindungen im Bauwesen. Widerstände und Möglichkeiten. In: Adhäsion, Kleben & Dichten 44 (2000), Heft 1-2. Seite 19-24.

Ertl 2006 — Ertl, R.: Toleranzen im Hochbau. Kommentar zur DIN 18202. Köln: Müller, 2006.

Feirabend 2010 — Feirabend, S.: Steigerung der Resttragfähigkeit von Verbundsicherheitsglas mittels Bewehrung in der Zwischenschicht. Dissertation. Universität Stuttgart, 2010.

Feldmann 2012 — Feldmann, M. et al: Qualitätskontrolle von ESG und TVG – Einsatz der Spannungsoptik. In: Stahlbau 81 (2012). Heft 3. Seite 226-232.

Ferry 1980 — Ferry, John Douglass: Viscoelastic Properties of Polymers. 3. Auflage. New York: Wiley, 1980.

FEUTRON 2006 — FEUTRON: Klimaprüfkammer 600. Langenwetzendorf: Feutron Klimasimulation, 2006.

Frick 2006 — Frick, A.; Stern, C.: DSC-Prüfung in der Anwendung. München: Hanser, 2006.

GLASTRESS 2010 — GLASSTRESS: Scattered Light Polariscope SCALP-04. Tallinn: GlasStress, 2010.

Gonzalez 2003 — Gonzalez, M.; Kindelan, M.; Cabanelas, J.C.; Baselga, J.: Modelling Auto-Acceleration in DGEBA/Diamine Systems. In: Macromolecular Symposia 220 (2003). Heft 1. Seite 111-119.

Grellmann 2011 — Grellmann, W.; Seidler, S.: Kunststoffprüfung. 2. Auflage. München: Hanser, 2011.

Großmann 1986 — Großmann, G.: Struktur und Bindung. Atome und Moleküle. 5. Auflage. Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1986.

GRUBEBAU 1986 — Institut für Bautechnik: Grundlagen zur Beurteilung von Baustoffen, Bauteilen und Bauarten im Prüfzeichen- und Zulassungsverfahren. Fassung Mai 1986. Berlin: Institut für Bautechnik, 1986.

Günzler 2003 — Günzler, H.; Gremlich, H.-U.: IR-Spektroskopie. Eine Einführung. 4. Auflage. Weinheim: WILEY-VCH, 2003.

Habenicht 2009 — Habenicht, G.: Kleben. Grundlagen, Technologien, Anwendungen. 6. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer, 2009.

Hagl 2005 — Hagl, A.: Kleben im Glasbau. In: Stahlbau-Kalender 2005. Berlin: Ernst und Sohn, 2005, Seite 819-862.

Hagl 2012 — Hagl, A.; Dieterich, O.; Wolf, A. T.; Sitte, S.: Tensile Loading of Silicone Point Supports – Revisited. In: Tagungsband Challenging Glass 3. Delft, 2012. Seite 235-247.

Hartwig 2013 — Hartwig, A.; Sebald, M.; Elsäßer, J.; Geiß, P. L.: Silane als Haftvermittler für Glas. Richtiger Einsatz verbessert die Lebensdauer. In: Adhäsion 57 (2013), Heft 1-2. Seite 28-31.

Heine 2011	Heine, B.: Werkstoffprüfung. Ermittlung der Werkstoffeigenschaften. 2. Auflage. München: Hanser, 2011.
Hellerich 2010	Hellerich, W.; Harsch, G.; Baur, E.: Werkstoff-Führer Kunststoffe. 10. Auflage. München: Hanser, 2010.
Herzog 2004	Herzog, T.; Krippner, R.; Lang, W.: Fassaden Atlas. München: Institut für internationale Architektur-Dokumentation, 2004.
Hofmann 2015	Hofmann, H.; Spindler, J.: Verfahren in der Beschichtungs- und Oberflächentechnik. 3. Auflage. München: Hanser, 2015.
Höhne 2003	Höhne, G. W. H.; Hemminger, W. F.; Flammersheim, H.-J.: Differential Scanning Calorimetry. An Introduction for Practitioners. Berlin, Heidelberg: Springer, 2003.
Holleman 2007	Holleman, A. F.; Wiberg, E.; Wiberg, N.: Lehrbuch der Anorganischen Chemie. 102. Auflage. Berlin: De Gruyer, 2007.
Hüther 1995	Hüther, R.; Lotz, S.: Kleben von Glas. In: Fügen von Glas, HVG-Fortbildungskurs. Offenbach: HVG-DGG, 1995.
INSTRON 2006a	INSTRON: Serie 5500 Prüfrahmen. Referenzhandbuch M10-14190-DE, Ausgabe B. Instron Corporation: Norwood, 2006.
INSTRON 2006b	INSTRON: Videoextensometer AVE und SVE. Referenzhandbuch M26-14185-EN, Ausgabe J. Instron Corporation: Norwood, 2006.
Jahn 1986	Jahn, A.: Entwicklung von Testreferenzjahren (TRY) für Klimare-ionen der Bundesrepublik Deutschland. Bundesministerium für Forschung und Technologie, Forschungsbericht T 86-051. Düsseldorf, 1986.
Jebsen-Marwedel 2011	Jebsen-Marwedel, H.; Brückner, R.: Glastechnische Fabrikationsfehler. „Pathologische“ Ausnahmezustände des Werkstoffes Glas und ihre Behebung. Eine Brücke zwischen Wissenschaft, Technologie und Praxis. Berlini, Heidelber: Springer, 2011.
Kaiser 2011	Kaiser, W.: Kunststoffchemie für Ingenieure. 2. Auflage. München, Wien: Hanser, 2011.
Kinloch 1995	Kinloch, A. J.: Adhesion and Adhesives, Science and Technology. London: Chapman and Hall, 1995.
Klapp 1999	Klapp, O.; Reiling, K.; Schlimmer, M.: Weiterentwicklung des Zugscherversuchs nach DIN 54451 zur Ermittlung der Tau-Gamma-Funktion von Klebschichten in einer einfach überlappten Klebverbindung. Forschungsbericht 1-1999. Universität Kassel, 1999.
Kleinert 2007	Kleinert, H.; Phung, L. H.: Bindeglieder zwischen Metall und Klebstoff: Oberflächenbehandlung mit Haftvermittlern. In: Tagungsband 21. Internationales Symposium Swissbonding. Rapperswil, 2007.
Knaack 2000	Knaack, U.; Führer, W.; Wurm, J.: Konstruktiver Glasbau 2. Neue Möglichkeiten und Techniken. Köln: Müller, 2000.
Knaack 2001	Knaack, U.: Glas im konstruktiven Detail. In: DBZ Deutsche Bauzeitschrift (2001). Heft 3. Seite 96-100.

KÖHLER 2007 — KÖHLER: HKT 500 K. Salzsprühtruhen und Wechseltestgeräte. Betriebsanleitung. Lippstadt: Köhler Automobiltechnik, 2007.

C. Kothe 2013 — Kothe, C.: Oberflächenvorbehandlung von Fügeteilen zur Optimierung adhäsiver Verbindungen. Dissertation. Technische Universität Dresden, 2013.

C. Kothe 2015 — Kothe, C.; Rudolph, L.; Weller, B.; Wünsch, J.: Investigations on the aging resistance of sealing materials for the protection of bonded point fixings. In: Tagungsband Glass Performance Days 2015. Tampere, 2015. Seite 278-280.

C. Kothe 2016 — Kothe, C.; Kothe, M.; Wünsch, J.; Weller, B.: Adhesive joints for bonded point fixings in facades and glass structures. In: Engineered Transparency 2016. Berlin: Ernst und Sohn, 2016. Seite 555-565.

M. Kothe 2013 — Kothe, M.: Alterungsverhalten von polymeren Zwischenschichtmaterialien im Bauwesen. Dissertation. Technische Universität Dresden, 2013.

KRÜSS 2002 — KRÜSS: Drop Shape Analysis. Benutzerhandbuch. Hamburg: KRÜSS, 2002.

KRÜSS 2008 — KRÜSS: Drop Shape Analysis Software DSA II. Benutzerhandbuch. Hamburg: KRÜSS, 2008.

KRÜSS 2015 — KRÜSS: Bestimmung der Oberflächenenergie sowie des polaren und dispersen Anteils von einem 2-Komponenten-Klebstoff. Kunden-Applikationsbericht vom 18.12.15. Hamburg: KRÜSS, 2015.

Kühnapfel 2014 — Kühnapfel, J. B.: Nutzwertanalyse in Marketing und Vertrieb. Wiesbaden: Springer Gabler, 2014

Kunz 2008 — Kunz, J.: Druckbelastungsgrenzen von Stäben geringer Schlankheitsgrade. In: Konstruktion 60 (2008). Heft 4. Seite 94-98.

Künzel 2010 — Künzel, H. M.: Feuchteschutz. In: Flachdach Atlas. Dachsysteme, Tragwerke, Sanierung. München: De Gruyter, 2010. Seite 62-73.

Latscha 2016 — Latscha, H. P.; Kazmaier, U.; Klein H. A.: Organische Chemie. Chemie-Basiswissen II. 7. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2016.

Laufs 2000 — Laufs, W.: Ein Bemessungskonzept zur Festigkeit thermisch vorgespannter Gläser. Dissertation. Rheinisch Westfälische Technische Hochschule Aachen, 2000.

Lechner 2014 — Lechner, M. D.; Gehrke, K.; Nordmeier, E. H.: Makromolekulare Chemie. 5. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2014.

Lindemann 2009 — Lindemann, U.: Methodische Entwicklung technischer Produkte. Methoden flexibel und situationsgerecht anwenden. Berlin, Heidelberg: Springer, 2009.

Lohmeyer 1987 — Lohmeyer, S. et al.: Werkstoff Glas I. Sachgerechte Auswahl. Optimaler Einsatz. Gestaltung und Pflege. 2. Auflage. Ehningen bei Böblingen: expert, 1987.

Lotz 1995 — Lotz, S.: Untersuchungen zur Festigkeit und Langzeitbeständigkeit adhäsiver Verbindungen zwischen Fügepartnern aus Floatglas. Dissertation. Technische Universität Kaiserslautern, 1995.

Lüttgert 1976 — Lüttgert, K. E.; Bonart, R.: Untersuchung der Aushärtung von Epoxidharzen. In: Colloid and Polymer Science 254 (1976). Seite 310-318.

MEMMERT 2007	MEMMERT: Universalwärmeschrank UFP 700. Handbuch. Schwabach: Memmert, 2007.
May 1988	May, C. A.: Epoxy Resins. Chemistry and Technology. 2. Auflage. New York: Marcel Dekker, 1988.
Menczel 2009	Menczel, J. D.; Prime, R. B.: Thermal Analysis of Polymers, Fundamentals and Applications. Hoboken: Wiley und Sons, 2009.
Menard 1999	Menard, K. P.: Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction. Boca Raton: CRC Press, 1999.
MLTB II 2014	Musterliste der Technischen Baubestimmungen. Teil II der Liste der Technischen Baubestimmungen. Amtliche Mitteilung 4/2014. Berlin: Deutsches Institut für Bautechnik, 2014.
Moro 2009	Moro , J. L.: Baukonstruktion - vom Prinzip zum Detail. Band 3: Umsetzung. Berlin, Heidelberg: Springer, 2009.
Müller 2009	Müller, B.; Rath, W.: Formulierung von Kleb- und Dichtstoffen. 2. Auflage. Hannover: Vincentz, 2009.
Mullins 1948	Mullins, L.: Effect of Stretching on the Properties of Rubber. In: Rubber Chemistry and Technology 21 (1948). Seite 281-300.
Musil 1989	Musil, R.; Tiller, H-.-J.: Der Kunststoff-Metall-Verbund: Silicoater-Verfahren. Heidelberg: Hüthig, 1989.
Naumann 2014	Naumann, H.; Schröder, G.; Löffler-Mang, M.: Handbuch Bauelemente der Optik: Grundlagen, Werkstoffe, Geräte, Messtechnik. 7. Auflage. München, Wien: Hanser 2014
NETZSCH 2007a	NETZSCH: Dynamisch-Mechanische Analyse: DMA 242 C. Selb: NETZSCH Gerätebau, 2007.
NETZSCH 2007b	NETZSCH: Differential Scanning Calorimeter: DSC 204 F1 Phoenix. Selb: NETZSCH Gerätebau, 2007.
Neugebauer 2005	Neugebauer, J.: Gebäudehüllen aus Glas aus der Sicht eines Tragwerksplaners. Dissertation. Technische Universität Graz, 2005.
Nielsen 1994	Nielsen, L. E.; Landel, R. F.: Mechanical Properties of Polymers and Composites. 2. Auflage. New York: Marcel Dekker, 1994.
O'Callaghan 2005	O'Callaghan, J.: A case study of the Apple computer stores. Glass structures 2001-2005. In: Tagungsband Glass Processing Days. Tampere, 2005. Seite 406-409.
O'Callaghan 2012	O'Callaghan, J.: The Apple Glass Cube: Version 2.0. In: Tagungsband Challenging Glass 3. Delft, 2012. Seite 57-65.
Pascault 1990	Pascault, J. P.; Williams, R. J. J.: Glass transition temperature versus conversion relationships for thermosetting polymers. In: Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics 28 (1990), Heft 1. Seite 85-95.

Pasedag 2003	Pasedag, D.; Wagner, H.-E.; Brandenburg, R.; Kozlov, K.; Michel, P.: Räumlich und zeitlich aufgelöste Spektroskopie an reaktiven Strahlplasmen bei Atmosphärendruck. In: Oberflächentechnologie mit Plasma- und Ionenstrahlprozessen. Mühlleithen: 2003. 16 Seiten.
PERKIN ELMER 2007	PERKIN ELMER: Spotlight 400 Series. Users Guide. Seer Green: PerkinElmer, 2007.
Peters 2007	Peters, M.: Ganzglastreppe mit transparenten SGP-Klebeverbindungen. Konstruktion und statische Berechnung. In: Stahlbau 76 (2007), Heft 3. Seite 151-156.
Petrie 2006	Petrie, E.M.: Epoxy Adhesive Formulations. New York, McGraw-Hill, 2006.
Petzold 1990	Petzold, A.; Marusch, H.; Schramm, B.: Der Baustoff Glas: Grundlagen, Eigenschaften, Erzeugnisse, Glasbauelemente, Anwendungen. 3. Auflage. Schorndorf: Hofmann, 1990.
Pierson 1999	Pierson, H. O.: Handbook of Chemical Vapor Desposition (CVD). Principles, Technology, and Applications. 2. Auflage. Park Ridge: Noyes Publications, 1999.
PLASMATREAT 2008	PLASMATREAT: Plasma-Vorbehandlungsanlage Plasmatreater AS 400. Betriebsanleitung. Steinhagen: plasmatreat, 2008.
Plueddemann 1991	Plueddemann, E. P.: Silane Coupling Agents. 2. Auflage. New York: Springer, 1991.
Prautzsch 2015	Prautzsch, V.: Entwicklung transparent geklebter Glas-Rahmenecken und Untersuchung des Tragverhaltens. Dissertation. Technische Universität Dresden, 2015.
Pretsch 2010	Pretsch, E.; Bühlmann, P.; Badertscher, M.: Spektroskopische Daten zur Strukturaufklärung organischer Verbindungen. 5. Auflage. Heidelberg, Dordrecht, London, New York: Springer, 2010.
Puller 2008	Puller, K.; Sobek, W.: Glass-steel connections using acrylate adhesives. In: Tagungsband Challenging Glass 1. Delft, 2008. 273-278.
Puller 2012	Puller, K.: Untersuchung des Tragverhaltens von in die Zwischenschicht von Verbundglas integrierten Lasteinleitungselementen. Dissertation. Universität Stuttgart, 2012.
Rabek 1996	Rabek, J. F.: Photodegradation of Polymers. Physical Characteristics and Applications. Berlin, Heidelberg: Springer, 1996.
Raghava 1973	Raghava, R.; Caddell, R. M.; Yeh, G. S. Y.: The macroscopic yield behaviour of polymers. In: Journal of Materials Science 8 (1973). Seite 225-232.
Roth 1996	Roth, K.: Konstruieren mit Konstruktionskatalogen. Band 3: Verbindungen und Verschlüsse, Lösungsfindung. 2. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer, 1996.
Rozenberg 1986	Rozenberg, B. A.: Kinetics, thermodynamics and mechanism of reactions of epoxy oligomers with amines. In: Advances in Polymer Science 75 (1986). Seite 113-165.

Rudolph 2015	Rudolph, L.: Dichtprofile im Konstruktiven Glasbau. Projektarbeit. Technische Universität Dresden, 2015.
Sachs 2004	Sachs, L.: Angewandte Statistik. 11. Auflage. Berlin, Heidelberg, New York: Springer, 2004.
Santarsiero 2014	Santarsiero, M.; Louter, C.; Lebet, J.-P.: The mechanical behavior of SentryGlas and TSSA laminated polymers in cured and uncured state in uniaxial tensile test. In: Challenging Glass 4 and COST Action TU0905 Final Conference. Boca Raton, London, New York, Leiden: CRC Press, 2014. Seite 375-384.
Santarsiero 2015	Santarsiero, M.: Laminated Connections for Structural Glass Applications. Dissertation. École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2015.
Schadow 2006	Schadow, T.: Beanspruchungsgerechtes Konstruieren von Klebverbindungen in Glastragwerken Dissertation. Technische Universität Dresden, 2006.
Schaeffer 2014	Schaeffer, H. A.; Langfeld, R.: Werkstoff Glas. Alter Werkstoff mit großer Zukunft. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2014
Schittich 2006	Schittich, C.; Staib, G.; Balkow, D.; Schuler, M.; Sobek, W.: Glasbau Atlas. Konstruktionsatlanten. 2. Auflage. München: Institut für internationale Architekturdokumentation, 2006.
Schlimmer 2004	Schlimmer, M.; Bornemann, J.: Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen. Teil 1-7 in: Adhäsion 48 (2004), Heft 5-12. Teil 8-9 in: Adhäsion 49 (2005), Heft 1/2-3.
Schneider 2001	Schneider, J.: Ein Beitrag zum Nachweis der Tragfähigkeit von Flachglas, Punktgelagerte und absturzsichernde Verglasungen. Dissertation, Technische Universität Darmstadt, 2001.
Schneider 2016	Schneider, J.; Kuntsche, J.; Schula, S.; Schneider, F.; Wörner, J.-D.: Glasbau. Grundlagen, Berechnung, Konstruktion. 2. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer, 2016.
Schulz 2007	Schulz, U.: Kurzzeitbewitterung: natürliche und künstliche Bewitterung in der Lackchemie. Hannover: Vincentz, 2007.
Schwarzl 1990	Schwarzl, F. R.: Polymermechanik. Berlin, Heidelberg: Springer, 1990.
B. Siebert 2003	Siebert, B.: Beitrag zur Berechnung punktgehaltener Gläser. Dissertation. Technische Universität München, 2003.
G. Siebert 2012	Siebert, G.; Maniatis; I.: Tragende Bauteile aus Glas. Grundlagen, Konstruktion, Bemessung, Beispiele. 2. Auflage. Berlin Ernst und Sohn, 2012.
Siebertz 2010	Siebertz , K.; van Bebber, D.; Hochkirchen, T.: Statistische Versuchsplanung. Berlin, Heidelberg: Springer, 2010.
Sitte 2012	Sitte, S.; Brasseur M. J.; Carbary, L. D.; Wolf, A. T.: Preliminary Evaluation of the Mechanical Properties and Durability of Transparent Structural Silicone Adhesive (TSSA) for Point Fixing in Glazing. In: Journal of ASTM International. STP 1545. Durability of Building and Construction Sealants and Adhesives: 4th Volume. West Conshohocken: ASTM International, 2012. Seite 86-123.

SIZ 2009	Baddoo, N. et al.: Merkblatt 965. Reinigung nichtrostender Stähle im Bauwesen. Brüssel: Euro Inox, 2009.
SIZ 2012	Geiß, P. L. et al.: Merkblatt 382. Kleben von Stahl und Edelstahl Rostfrei. Düsseldorf: Stahl-Informations-Zentrum und Informationsstelle Edelstahl Rostfrei, 2012.
SIZ 2014	Heubner, U. et al: Merkblatt 821. Edelstahl Rostfrei – Eigenschaften. 5. Auflage. Düsseldorf: Informationsstelle Edelstahl Rostfrei, 2014.
Skoog 2013	Skoog, D. A.; Holler, F. J.; Crouch, S. R.: Instrumentelle Analytik. Grundlagen – Geräte – Anwendungen. 6. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer, 2013.
Stein 1996	Stein, E.; Barthold, F.-J.: Elastizitätstheorie. In: Der Ingenieurbau, Grundwissen: Werkstoffe, Elastizitätstheorie. Berlin: Ernst und Sohn, 1996, Seite 165-428.
Steinmetz 2014	Steinmetz, M.: Aktuelle solare UV-Situation in Deutschland. In: UMID. Umwelt und Mensch - Informationsdienst (2014), Heft 1. Seite 11-17.
Stepanski 2016	Stepanski, H.; Leimenstoll, M.: Polyurethan-Klebstoffe. Unterschiede und Gemeinsamkeiten. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2016.
Tasche 2007	Tasche, S.: Strahlungshärtende Acrylate im Konstruktiven Glasbau. Dissertation. 2 Bänden. Technische Universität Dresden, 2007.
Techen 1997	Techen, H.: Fügetechnik für den konstruktiven Glasbau. Dissertation. Technische Universität Darmstadt. 1997.
Tendero 2006	Tendero, C.; Tixier, C.; Tristant, P.; Desmaison, J.; Leprince, P.: Atmospheric Pressure Plasmas: A Review. In: Spectrochimica Acta, Part B 61 (2006). Seite 2-30.
Thiede 2013	Thiede, H.; Kahlmeyer, M.; Böhm, S.: Verfahrenskonzept zur Überwachung von Klebverbindungen im Glasbau. In: Glasbau 2013. Berlin : Ernst und Sohn, 2013. Seite 157-167.
Thiede 2014	Thiede, H.; Koerte, F.; Kahlmeyer, M.; Mai, J.; Faust, R.; Böhm, S.: Monitoring and damage detection of adhesive bonds with micro-encapsulated markers. In: Welding in the World 58 (2014), Heft 2. Seite 253-259.
Tiller 2005	Tiller, H.-J. et al.: Deposition of C-CVD-SiOx on Glass Surfaces. An Alternative Low Cost Process for Various Applications. In: Tagungsband Glass Processing Days. Tampere, 2005. Seite 183-185.
Timoshenko 2009	Timoshenko, S. P.; Gere, J. M.: Theory of Elastic Stability. Ungekürzter Nachdruck der 2. Auflage von 1961. Mineola, New York: Dover Publications, 2009.
Vandereecken 2014	Vandereecken, P.; Elliott, M.; Plettau, M.: Durable high design strength in glass curtain wall. In: Challenging Glass 4 and COST Action TU0905 Final Conference. Boca Raton, London, New York, Leiden: CRC Press, 2014. Seite 401-408.
VLM 2013a	VLM: Prüfschrank für Kondenswasserprüfungen Typ CON 300-FL AIR SO2 mit automatischer Belüftung. Bedienungsanleitung. VLM: Bielefeld, 2013.
VLM 2013b	VLM: System zur elektronischen Gasdosierung Typ DosiCORR EB. Bedienungsanleitung. VLM: Bielefeld, 2013.

VMM 2010 — VMM: Dehnungsmessstreifen und Geräte. Oberflächenvorbereitung zur DMS-Klebung. Instruktions Bulletin B-129-8. Malvern: Vishay Micro-Measurements, 2010.

Vogt 2009 — Vogt, I.: Strukturelle Klebungen mit UV- und lichthärtenden Acrylaten. Dissertation. Technische Universität Dresden, 2009.

Wacker 2010 — Wacker, M.; Trawiel, P.; Ehrenstein, G. W.: Härtung von Reaktionsharzen. Time-Temperature-Transition-Diagramm. Sonderdruck des Lehrstuhls für Kunststofftechnik. Technische Universität Erlangen-Nürnberg, 2010.

Wagner 2009 — Wagner, A.: Alterungsbeständigkeit strukturell geklebter Stahl- und Glasverbunde. Dissertation. Technische Universität Kaiserslautern, 2009.

Weidl 2006 — Weidl, R. et al.: Atmosphärendruck C-CVD Beschichtungsverfahren. Trends und Entwicklungen. In: 2. Thüringer Grenz- und Oberflächentage. Jena: INNOVENT e.V., 2006. Seite 14-23.

Weimar 2011 — Weimar, T.: Untersuchungen zu Glas-Polycarbonat-Verbundtafeln. Dissertation. Technische Universität Dresden, 2011.

Weller 2008 — Weller, B.; Härth, K.; Tasche, S.; Unnewehr, S.: DETAIL Praxis. Konstruktiver Glasbau. Grundlagen, Anwendung, Beispiele. München: Institut für internationale Architekturdokumentation, 2008.

Weller 2009 — Weller, B.; Kothe, M.; Laborge, R.; Wünsch, J.: Structural Sealants – Uni-axial Mechanical Properties. In: Tagungsband Glass Performance Days. Tampere, 2009. Seite 229-233.

Weller 2010 — Weller, B.; Kothe, M.; Wünsch, J.: The Curing Process of Transparent Epoxy Adhesives. In: Tagungsband Engineered Transparency. Düsseldorf, 2010. Seite 705-717.

Weller 2011a — Weller, B.; Kothe, M.; Nicklisch, F.; Schadow, T.; Tasche, S.; Vogt, I.; Wünsch, J.: Kleben im konstruktiven Glasbau. In: Stahlbaukalender 2011. Berlin: Ernst und Sohn, 2011. Seite 585-646.

Weller 2011b — Weller, B.; Kothe, C.; Wünsch, J.: Study of the Photo Initiated Curing Process of Transparent Adhesives. In: Book of Abstracts IABSE-IASS Symposium 2011. London, 2011. Seite 566. Extended Abstract mit 8 Seiten.

Weller 2011c — Weller, B.; Kothe, C.; Wünsch, J.: Determination of Curing for Transparent Epoxy Resin Adhesives. In: Tagungsband Glass Performance Days. Tampere, 2011. Seite 671-676.

Weller 2013a — Weller, B.; Krampe, P.; Reich, S.: Glasbau-Praxis. Konstruktion und Bemessung. Band 1: Grundlagen. Berlin: Bauwerk Beuth, 2013.

Weller 2013b — Weller, B.; Wünsch, J.: Transparente Klebstoffe für Glas-Metall-Verbindungen. In: Glasbau 2013. Berlin: Ernst und Sohn, 2013. Seite 169-183.

Weller 2014a — Weller, B.; Kothe, C.; Wünsch, J.: The Stability of Surface Pretreatments on Different Stainless Steels. In: 10th European Conference on Adhesion. Alicante, 2014. Extended Abstract mit 4 Seiten.

Weller 2014b — Weller, B.; Wünsch, J.; Horn, S.; Fahrion, M.-S.: Rechnerische Bestimmung der solaren Strahlungseinwirkung auf Gebäudehüllen. In: Glasbau 2014. Berlin : Ernst und Sohn, 2014. Seite 323-336.

Wittel 2013 — Wittel, H.; Jannasch, D.; Muhs, D.; Voßiek, J.: Roloff/Matek Maschinenelemente. Normung, Berechnung, Gestaltung. 21. Auflage. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2013.

Wolf 1999 — Wolf, A. T.: Durability of Building Sealants. State-of-the-Art Report of RILEM TC 139-DBS. Abingdon: Taylor und Francis, 1999.

Wörner 2001 — Wörner, J.-D.; Schneider, J.; Fink, A.; Kleppmann, W.: Glasbau. Grundlagen, Berechnung, Konstruktion. Berlin, Heidelberg: Springer, 2001.

Wurm 2007 — Wurm, J.: Glas als Tragwerk. Entwurf und Konstruktion selbsttragender Hüllen. Basel, Boston, Berlin: Birkhäuser, 2007.

Xu 2010 — Xu, Y.; Yan, X.-T.: Chemical Vapour Deposition. An Integrated Engineering Design for Advanced Materials. London: Springer, 2010.

Zangemeister 1976 — Zangemeister, C.: Nutzwertanalyse in der Systemtechnik. 4. Auiflage. München: Wittemann 1976.

ZEISS 2007 — ZEISS: Multi Channel Spectrometer MCS 600. Jena: Carl Zeiss MicroImaging, 2007.

10.2 Normen und Richtlinien

ASTM D4473 — ASTM D4473, 2008: Standard Test Method for Plastics. Dynamic Mechanical Properties. Cure Behavior. ASTM Standard. Berlin: Beuth, 2008.

CIE 013.3 — CIE 013.3, 1995: Method of measurement and specifying colour rendering properties of light sources. 3. Auflage. Wien: International Commission on Illumination (CIE), 1995.

CIE 015 — CIE 015, 2004: Colorimetry. 3. Auflage. Wien: International Commission on Illumination (CIE), 2004.

CIE 085 — CIE 085, 1989: Solar Spectral Irradiance. Wien: International Commission on Illumination (CIE), 1989.

DIN 705 — DIN 705, April 2007: Stellringe. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2007.

DIN 1249-11 — DIN 1249-11, September 1986: Flachglas im Bauwesen. Teil 11: Glaskanten; Begriff, Kantenformen und Ausführung. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 1986.

DIN 1345 — DIN 1345, Dezember 1993: Thermodynamik. Grundbegriffe. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 1993.

DIN 7724 — DIN 7724, April 1993: Polymere Werkstoffe. Gruppierung polymerer Werkstoffe aufgrund ihres mechanischen Verhaltens. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 1993.

DIN 7863-1 — DIN 7863-1, Oktober 2011: Elastomer-Dichtprofile für Fenster und Fassaden. Technische Lieferbedingungen. Teil 1: Nichtzellige Elastomer-Dichtprofile im Fenster- und Fassadenbau. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2011.

DIN 7863-2	DIN 7863-2, Juli 2013: Elastomer-Dichtprofile für Fenster und Fassaden. Technische Lieferbedingungen. Teil 2: Zellige Elastomer-Dichtprofile im Fenster- und Fassadenbau. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2013.
DIN 8589-1	DIN 8589-1, September 2003: Fertigungsverfahren Spanen. Teil 1: Drehen; Einordnung, Unterteilung, Begriffe. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2003.
DIN 16945	DIN 16945, März 1989: Reaktionsharze, Reaktionsmittel und Reaktionsharzmassen. Prüfverfahren. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 1989.
DIN 18008-1	DIN 18008-1, Dezember 2010: Glas im Bauwesen. Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Teil 1: Begriffe und allgemeine Grundlagen. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2010.
DIN 18008-2	DIN 18008-2, Dezember 2010: Glas im Bauwesen. Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Teil 2: Linienförmig gelagerte Verglasungen. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2011.
DIN 18008-2 B1	DIN 18008-2 Berichtigung 1, April 2011: Glas im Bauwesen. Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Teil 2: Linienförmig gelagerte Verglasungen. Berichtigung zu DIN 18008-2:2010-12. Berlin: Beuth, 2011.
DIN 18008-3	DIN 18008-3, Juli 2013: Glas im Bauwesen. Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Teil 3: Punktförmig gelagerte Verglasungen. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2013.
DIN 18008-4	DIN 18008-4, Juli 2013: Glas im Bauwesen. Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Teil 4: Zusatzanforderungen an absturzsichernde Verglasungen. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2013.
DIN 18008-5	DIN 18008-5, Juli 2013: Glas im Bauwesen. Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Teil 5: Zusatzanforderungen an begehbare Verglasungen. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2013.
DIN 18202	DIN 18202, April 2013: Toleranzen im Hochbau - Bauwerke. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2013.
DIN 18545	DIN 18545, Juli 2015: Abdichtungen von Verglasungen mit Dichtstoffen. Anforderungen an Glasfalze und Verglasungssysteme. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2015.
DIN 50035	DIN 50053, September 2012: Begriffe auf dem Gebiet der Alterung von Materialien. Polymere Werkstoffe. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2012.
DIN 53504	DIN 53504, Oktober 2009: Prüfung von Kautschuk und Elastomeren. Bestimmung von Reißfestigkeit, Zugfestigkeit, Reißdehnung und Spannungswerten im Zugversuch. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2009.
DIN 55660-1	DIN 55660-1, Dezember 2011: Beschichtungsstoffe. Benetzbarkeit. Teil 1: Begriffe und allgemeine Grundlagen. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2011.
DIN 55660-3	DIN 55660-3, Dezember 2011: Beschichtungsstoffe. Benetzbarkeit. Teil 3: Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten mit der Methode des hängenden Tropfens. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2011.

DIN 55660-5 — DIN 55660-5, April 2012: Beschichtungsstoffe. Benetzbarkeit. Teil 5: Bestimmung des polaren und dispersen Anteils der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten aus Kontaktwinkelmessungen auf einem Festkörper mit rein dispersem Anteil der Oberflächenenergie. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 2012.

DIN 65583 — DIN 65583, April 1999: Luft- und Raumfahrt. Faserverstärkte Kunststoffe. Bestimmung des Glasübergangs von Faserverbundwerkstoffen unter dynamischer Belastung. Deutsche Norm. Berlin: Beuth, 1999.

EN 410 — DIN EN 410, April 2011: Glas im Bauwesen. Bestimmung der lichttechnischen und strahlungsphysikalischen Kenngrößen der Verglasungen. Deutsche Fassung EN 410:2011. Berlin: Beuth, 2011.

EN 542 — DIN EN 542, August 2003: Klebstoffe. Bestimmung der Dichte. Deutsche Fassung EN 542:2003. Berlin: Beuth, 2003.

EN 572-1 — DIN EN 572-1, Juni 2016: Glas im Bauwesen. Basiserzeugnisse aus Kalk-Natronsilicatglas. Teil 1: Definitionen und allgemeine physikalische und mechanische Eigenschaften. Deutsche Fassung EN 572-1:2012+A1:2016. Berlin: Beuth, 2016.

EN 572-2 — DIN EN 572-2, November 2012: Glas im Bauwesen. Basiserzeugnisse aus Kalk-Natronsilicatglas. Teil 2: Floatglas. Deutsche Fassung EN 572-2:2012. Berlin: Beuth, 2012.

EN 828 — DIN EN 828, April 2013: Klebstoffe. Benetzbarkeit. Bestimmung durch Messung des Kontaktwinkels und der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen. Deutsche Fassung EN 828:2013. Berlin: Beuth, 2013.

EN 1090-2 — DIN EN 1090-2, Oktober 2011: Ausführung von Stahltragwerken und Aluminiumtragwerken. Teil 2: Technische Regeln für die Ausführung von Stahltragwerken. Deutsche Fassung EN 1090-2:2008 und A1:2011. Berlin: Beuth, 2011.

EN 1096-1 — DIN EN 1096-1, April 2012: Glas im Bauwesen. Beschichtetes Glas. Teil 1: Definitionen und Klasseneinteilung. Deutsche Fassung EN 1096-1:2012. Berlin: Beuth, 2012.

EN 1863-1 — DIN EN 1863-1, Februar 2012: Glas im Bauwesen. Teilvorgespanntes Kalknatronglas. Teil 1: Definition und Beschreibung. Deutsche Fassung EN 1863-1: 2011. Berlin: Beuth, 2012.

EN 10020 — DIN EN 10020, Juli 2000: Begriffsbestimmungen für die Einteilung der Stähle. Deutsche Fassung EN 10020:2000. Berlin: Beuth, 2000.

EN 10088-1 — DIN EN 10088-1, Dezember 2014: Teil 1: Nichtrostende Stähle. Verzeichnis der nichtrostenden Stähle. Deutsche Fassung EN 10088-1:2014. Berlin: Beuth, 2014.

EN 10088-5 — DIN EN 10088-5, Juli 2009: Nichtrostende Stähle. Teil 5: Technische Lieferbedingungen für Stäbe, Walzdraht, gezogenen Draht, Profile und Blankstahlerzeugnisse aus korrosionsbeständigen Stählen für das Bauwesen. Deutsche Fassung EN 10088-5:2009. Berlin: Beuth, 2009.

EN 12150-1 — DIN EN 12150-1, Dezember 2015: Glas im Bauwesen. Thermisch vorgespanntes Kalknatron-Einscheiben-Sicherheitsglas. Teil 1: Definition und Beschreibung. Deutsche Fassung EN 12150-1:2015. Berlin: Beuth, 2015.

EN 13022-2	DIN EN 13022-2, August 2014: Glas im Bauwesen. Geklebte Verglasungen. Teil 2: Verglasungsvorschriften für Structural-Sealant-Glazing (SSG-) Glaskonstruktionen. Deutsche Fassung EN 13022-2:2014. Berlin: Beuth, 2014.
EN 13887	DIN EN 13887, November 2003: Leitlinien für die Oberflächenvorbehandlung von Metallen und Kunststoffen vor dem Kleben. Deutsche Fassung EN 13887:2003. Berlin: Beuth, 2003.
EN 14869-1	DIN EN 14869-1, Oktober 2004: Strukturklebstoffe. Bestimmung des Scherverhaltens struktureller Klebungen. Teil 1: Torsionsprüfverfahren unter Verwendung stumpf verklebter Hohlzylinder. Deutsche Fassung EN 14869-1:2004. Berlin: Beuth, 2004.
EN 15434	DIN EN 15434, Juli 2010: Glas im Bauwesen. Produktnorm für lastübertragende und/oder UV-beständige Dichtstoffe (für geklebte Verglasungen und/oder Isolierverglasungen mit exponierten Dichtungen. Deutsche Fassung EN 15434:2006 (enthält Berichtigung A1:2010). Berlin: Beuth, 2010.
EN 15870	DIN EN 15870, August 2009: Klebstoffe. Bestimmung der Zugfestigkeit von Stumpfklebungen. Deutsche Fassung EN 15870:2009. Berlin: Beuth, 2009.
EN ISO 175	DIN EN ISO 175, März 2011: Kunststoffe. Prüfverfahren zur Bestimmung des Verhaltens gegen flüssige Chemikalien. Deutsche Fassung EN ISO 175:2010. Berlin: Beuth, 2011.
EN ISO 291	DIN EN ISO 291, August 2008: Kunststoffe. Normalklimate für Konditionierung und Prüfung. Deutsche Fassung EN ISO 291:2008. Berlin: Beuth, 2008.
EN ISO 527-1	DIN EN ISO 527-1, Juni 2012: Kunststoffe. Bestimmung der Zugeigenschaften. Teil 1: Allgemeine Grundsätze. Deutsche Fassung EN ISO 527-1:2012. Berlin: Beuth, 2012.
EN ISO 527-2	DIN EN ISO 527-2, Juni 2012: Kunststoffe. Bestimmung der Zugeigenschaften. Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen. Deutsche Fassung EN ISO 527-2:2012. Berlin: Beuth, 2012.
EN ISO 604	DIN EN ISO 604, Dezember 2003: Kunststoffe. Bestimmung von Druckeigenschaften. Deutsche Fassung EN ISO 604:2003. Berlin: Beuth, 2003.
EN ISO 2818	DIN EN ISO 2818, Juni 1997: Kunststoffe. Herstellung von Probekörpern durch mechanische Bearbeitung. Deutsche Fassung EN ISO 2818:1996. Berlin: Beuth, 1997.
EN ISO 3231	DIN EN ISO 3231, Februar 1998: Beschichtungsstoffe. Bestimmung der Beständigkeit gegen feuchte, Schwefeldioxid enthaltende Atmosphären. Deutsche Fassung EN ISO 3231:1997. Berlin: Beuth, 1998.
EN ISO 3668	DIN EN ISO 3668, Dezember 2001: Beschichtungsstoffe. Visueller Vergleich der Farbe von Beschichtungen. Deutsche Fassung EN ISO 3668:2001. Berlin: Beuth, 2001.
EN ISO 4892-1	DIN EN ISO 4892-1, September 2001: Kunststoffe. Künstliches Bestrahlen oder Bewittern in Geräten. Teil 1: Allgemeine Anleitung. Deutsche Fassung EN ISO 4892-1:2000. Berlin: Beuth, 2001.

EN ISO 4892-2 — DIN EN ISO 4892-2, Juni 2013: Kunststoffe. Künstliches Bestrahlen oder Bewittern in Geräten. Teil 2: Xenonbogenlampen. Deutsche Fassung EN ISO 4892-2:2013. Berlin: Beuth, 2013.

EN ISO 6270-2 — DIN EN ISO 6270-2, September 2005: Beschichtungsstoffe. Bestimmung der Beständigkeit gegen Feuchtigkeit. Teil 2: Verfahren zur Beanspruchung von Proben in Kondenswasserklimaten. Deutsche Fassung EN ISO 6270-2:2005. Berlin: Beuth, 2005.

EN ISO 6721-1 — DIN EN ISO 6721-1, Januar 2003: Kunststoffe, Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften. Teil 1: Allgemeine Grundlagen. Deutsche Fassung der EN ISO 6721-1:2003. Berlin: Beuth, 2003.

EN ISO 6892-1 — DIN EN ISO 6892-1, April 2010: Metallische Werkstoffe. Zugversuch. Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur. Deutsche Fassung EN ISO 6892-1:2009. Berlin: Beuth, 2010.

EN ISO 7500-1 — DIN EN ISO 7500-1, November 2004: Metallische Werkstoffe. Prüfung von statischen einachsigen Prüfmaschinen. Teil 1: Zug- und Druckprüfmaschinen. Prüfung und Kalibrierung der Kraftmesseinrichtung. Deutsche Fassung EN ISO 7500-1:2004. Berlin: Beuth, 2004.

EN ISO 9142 — DIN EN ISO 9142, Mai 2004: Klebstoffe. Auswahlrichtlinien für Labor-Alterungsbedingungen zur Prüfung von Klebverbindungen. Deutsche Fassung EN ISO 9142:2003. Berlin: Beuth, 2004.

EN ISO 9227 — DIN EN ISO 9227, September 2012: Korrosionsprüfungen in künstlichen Atmosphären. Salzsprühnebelprüfungen. Deutsche Fassung EN ISO 9227:2012. Berlin: Beuth, 2012.

EN ISO 9396 — DIN EN ISO 9396, Februar 2001: Kunststoffe. Phenolharze. Bestimmung der Gelierzeit mit einem Automaten unter spezifischen Bedingungen. Deutsche Fassung EN ISO 9396:2000. Berlin: Beuth, 2001.

EN ISO 9513 — DIN EN ISO 9513, Mai 2013: Metallische Werkstoffe. Kalibrierung von Längenänderungs-Messeinrichtungen für die Prüfung mit einachsiger Beanspruchung. Deutsche Fassung EN ISO 9513:2012. Berlin: Beuth, 2013.

EN ISO 10350-1 — DIN EN ISO 10350-1, Januar 2010: Kunststoffe. Ermittlung und Darstellung vergleichbarer Einpunktkennwerte. Teil 1: Formmassen. Deutsche Fassung EN ISO 10350-1:2008. Berlin: Beuth, 2010.

EN ISO 10365 — DIN EN ISO 10365, August 1995: Klebstoffe. Bezeichnung der wichtigsten Bruchbilder. Deutsche Fassung EN ISO 10365:1995. Berlin: Beuth, 1995.

EN ISO 11357-1 — DIN EN ISO 11357-1, März 2010: Kunststoffe. Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC). Teil 1: Allgemeine Grundlagen. Deutsche Fassung EN ISO 11357-1:2009. Berlin: Beuth, 2010.

EN ISO 11357-2 — DIN EN ISO 11357-2, Juli 2014: Kunststoffe. Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC). Teil 2: Bestimmung der Glasübergangstemperatur und der Glasübergangsstufenhöhe. Deutsche Fassung EN ISO 11357-2:2013. Berlin: Beuth, 2014.

EN ISO 11357-5	DIN EN ISO 11357-5, Juli 2014: Kunststoffe. Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC). Teil 5: Bestimmung von charakteristischen Reaktionstemperaturen und -zeiten, Reaktionsenthalpie und Umsatz. Deutsche Fassung EN ISO 11357-5:2013. Berlin: Beuth, 2014.
EN ISO 11403-1	DIN EN ISO 11403-1, September 2014: Kunststoffe. Ermittlung und Darstellung von vergleichbaren Vielpunktkennwerten. Teil 1: Mechanische Eigenschaften. Deutsche Fassung EN ISO 11403-1:2014. Berlin: Beuth, 2014.
EN ISO 11431	DIN EN ISO 11431, Januar 2003: Hochbau. Fugendichtstoffe. Bestimmung des Haft- und Dehnverhaltens von Dichtstoffen nach Einwirkung von Wärme, Wasser und künstlichem Licht durch Glas. Deutsche Fassung EN ISO 11431:2002. Berlin: Beuth, 2003.
EN ISO 12543-4	DIN EN ISO 12543-4, Dezember 2011: Glas im Bauwesen. Verbundglas und Verbund-Sicherheitsglas. Teil 4: Verfahren zur Prüfung der Beständigkeit. Deutsche Fassung EN ISO 12543-4:2011. Berlin: Beuth, 2011.
EN ISO 12543-6	DIN EN ISO 12543-6, September 2012: Glas im Bauwesen. Verbundglas und Verbund-Sicherheitsglas. Teil 6: Aussehen. Deutsche Fassung EN ISO 12543-6:2011 (enthält Berichtigung AC:2012). Berlin: Beuth, 2012.
EN ISO 13445	DIN EN ISO 13445, September 2006: Klebstoffe, Bestimmung der Scherfestigkeit von Klebungen zwischen starren Werkstoffen nach dem Blockscherverfahren. Deutsche Fassung EN ISO 13445:2006. Berlin: Beuth, 2006.
EN ISO 13920	DIN EN ISO 13920, November 1996: Schweißen. Allgemeintoleranzen für Schweißkonstruktionen. Längen- und Winkelmaße. Form und Lage. Deutsche Fassung EN ISO 13920:1996. Berlin: Beuth, 1996.
ETAG 002-1	ETAG 002-1, Juli 1998: Geklebte Glaskonstruktionen (SSGS). Teil 1: Gestützte und ungestützte Systeme. Leitlinie für die Europäische Technische Zulassung. Berlin: Bundesanzeiger, 1999.
ISO 3601-1	DIN ISO 3601-1, November 2013: Fluidtechnik. O-Ringe. Teil 1: Innendurchmesser, Schnurstärken, Toleranzen und Bezeichnung. Deutsche Fassung ISO 3601-1:2012. Berlin: Beuth, 2013.
ISO 3601-2	DIN ISO 3601-2, August 2010: Fluidtechnik. O-Ringe. Teil 2: Einbauräume für allgemeine Anwendungen. Deutsche Fassung ISO 3601-2:2008. Berlin: Beuth, 2010.
ISO 3696	DIN ISO 3696, Juni 1991: Wasser für analytische Zwecke. Anforderungen und Prüfungen. Deutsche Fassung ISO 3696:1987. Berlin: Beuth, 1991.
ISO 6721-4	ISO 6721-4, Mai 2005: Plastics. Determination of dynamic mechanical properties. Part 4: Tensile vibration. Non-resonance method. Genf: International Organization for Standardization, 2005.
ISO 7884-1	DIN ISO 7884-1, Februar 1998: Glas. Viskosität und viskosimetrische Festpunkte. Teil 1: Grundlagen für die Bestimmung der Viskosität und der viskosimetrischen Festpunkte. Deutsche Fassung ISO 7881-1:1987. Berlin: Beuth, 1998.
TR 1	TR 1, Fassung 2009: Technische Richtlinien des Instituts des Glaserhandwerks für Verglasungstechnik und Fensterbau. Nr. 1: Dichtstoffe für Verglasungen und Anschlussfugen. 9. Auflage. Düsseldorf: Verlagsanstalt Handwerk, 2009.

TR 3 — TR 3, Fassung 2009: Technische Richtlinien des Instituts des Glaserhandwerks für Verglasungstechnik und Fensterbau. Nr. 3: Klotzung von Verglasungseinheiten. 7. Auflage Düsseldorf: Verlagsanstalt Handwerk, 2009.

TR 13 — TR 13, Fassung 1987: Technische Richtlinien des Instituts des Glaserhandwerks für Verglasungstechnik und Fensterbau. Nr. 13: Verglasungen mit Dichtprofilen. 2. Auflage. Düsseldorf: Verlagsanstalt Handwerk, 1987.

VDI 2229 — VDI 2229, Fassung Juni 1979: Metallkleben. Hinweise für Konstruktion und Fertigung. VDI-Richtlinie. Düsseldorf: VDI-Verlag, 1979.

VDI 2232 — VDI 2232, Fassung Januar 2004: Methodische Auswahl fester Verbindungen. Systematik, Konstruktionskataloge, Arbeitshilfen. VDI-Richtlinie. Düsseldorf: VDI-Verlag, 2004.

10.3 Datenblätter und Zulassungen

DetV CITOS Glasreiniger — Inhaltsstoffangabe nach Detergenzienverordnung ((EC) No 648/2004) für CITOS Glasreiniger, 09.10.2007. Calbe: Cito Chemie, 2007. 1 Seite.

DetV Pril Original — Inhaltsstoffangabe nach Detergenzienverordnung ((EC) No 648/2004) für Pril Original, undatiert (Download Juni 2013). München: Henkel Deutschland, 2013. 1 Seite.175

ETA-10/0362 — ETA-10/0362, November 2011: VARIO. Isolierglaselement mit tragender Verklebung und punktgestützter Befestigung. Europäisch technische Zulassung. 22 Seiten.

SDB Araldite 2011A — Sicherheitsdatenblatt für Araldite 2011A, 09.05.2009: Resin/Harz. Everberg: Huntsman Advanced Materials (Europe) BVBA, 2009. 8 Seiten.

SDB Araldite 2011B — Sicherheitsdatenblatt für Araldite 2011B, 09.05.2009: Hardener/Haerter/Durcisseur. Everberg: Huntsman Advanced Materials (Europe) BVBA, 2009. 7 Seiten.

SDB Araldite 2020A — Sicherheitsdatenblatt für Araldite 2020A, 09.05.2009: Resin/Harz. Everberg: Huntsman Advanced Materials (Europe) BVBA, 2009. 8 Seiten.

SDB Araldite 2020B — Sicherheitsdatenblatt für Araldite 2020B, 09.05.2009: Hardener/Haerter/Durcisseur. Everberg: Huntsman Advanced Materials (Europe) BVBA, 2009. 8 Seiten.

SDB Loctite 3430A — Sicherheitsdatenblatt für Loctite Hysol 3430A, 08.01.2003: Epoxidharz. München: Henkel Loctite Deutschland, 2003. 4 Seiten.

SDB Loctite 3430B — Sicherheitsdatenblatt für Loctite Hysol 3430B, 26.06.2003: Härter für Epoxidharz. München: Henkel Loctite Deutschland, 2003. 4 Seiten.

SDB Loctite 9483A — Sicherheitsdatenblatt für Loctite Hysol 9483A, 05.05.2010: Loctite 9483A Kit component. Düsseldorf: Henkel AG & Co. KGaA, 2010. 6 Seiten.

SDB Loctite 9483B — Sicherheitsdatenblatt für Loctite Hysol 9483B, 05.05.2010: Loctite 9483A Kit component. Düsseldorf: Henkel AG & Co. KGaA, 2010. 6 Seiten.

SDB Loctite M-31CLA — Sicherheitsdatenblatt für Loctite Hysol M-31CLA, 20.07.2010: M-31CL HYSOL - Resin. Düsseldorf: Henkel AG & Co. KGaA, 2010. 6 Seiten.

SDB Loctite M-31-CLB Sicherheitsdatenblatt für Loctite Hysol M-31CLB, 20.07.2010: M-31CL HYSOL - Hardener. Düsseldorf: Henkel AG & Co. KGaA, 2010. 7 Seiten.

SDB Scotch-Weld DP 100 Sicherheitsdatenblatt für Scotch-Weld DP 100, 23.01.2009: 3M(TM) Scotch-Weld(TM) DP 100 Transparent (Kit) - Konstruktionsklebstoff. Neuss: 3M Deutschland GmbH, 2009. 10 Seiten.

SDB Scotch-Weld DP 105 Sicherheitsdatenblatt für Scotch-Weld DP 105, 26.05.2010: 3M(TM) Scotch-Weld(TM) DP-105 transparent B/A (Kit, US). Neuss: 3M Deutschland GmbH, 2010. 11 Seiten.

SDB Scotch-Weld DP 110 Sicherheitsdatenblatt für Scotch-Weld DP 110, 21.11.2009: 3M(TM) Scotch-Weld(TM) DP 110 Klar (Kit). Neuss: 3M Deutschland GmbH, 2009. 12 Seiten.

TDB Araldite 2011 Technisches Datenblatt für Araldite 2011, Mai 2007: Pastöser Zweikomponentenklebstoff auf Epoxidharzbasis. Basel: Huntsman Advanced Materials (Switzerland) GmbH, 2007. 6 Seiten.

TDB Araldite 2020 Technisches Datenblatt für Araldite 2020, August 2004: Farbloses Zweikomponenten-Klebstoffsystem auf Epoxidharzbasis. Basel: Huntsman Advanced Materials (Switzerland) GmbH, 2004. 4 Seiten.

TDB COOL-LITE® SKN 144 II Technisches Datenblatt für SGG COOL-LITE® SKN 144 II, Mai 2010. Aachen: Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, 2010. 2 Seiten.

TDB COOL-LITE® SKN 174 Technisches Datenblatt für SGG COOL-LITE® SKN 174 und COOL-LITE® SKN 174 II, Oktober 2005. Aachen: Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, 2005. 2 Seiten.

TDB Loctite 3430 Technisches Datenblatt für Loctite Hysol 3430, März 2008: Hysol 3430. München: Henkel Loctite Deutschland, 2008. 4 Seiten.

TDB Loctite 9483 Technisches Datenblatt für Loctite Hysol 9483, März 2008: Hysol 9483. München: Henkel Loctite Deutschland, 2008. 4 Seiten.

TDB Loctite M-31CL Technisches Datenblatt für Loctite Hysol M-31CL, August 2005: Loctite M-31CL. München: Henkel Loctite Deutschland, 2005. 3 Seiten.

TDB Scotch-Weld DP 100 Technisches Datenblatt für Scotch-Weld DP 100, Januar 1999: Scotch-Weld™ DP 100. Zweikomponenten-Konstruktionsklebstoff auf Epoxidharzbasis für das EPX-System. Neuss: 3M Deutschland GmbH, 1999. 6 Seiten.

TDB Scotch-Weld DP 105 Technisches Datenblatt für Scotch-Weld DP 105, Januar 1999: Scotch-Weld™ DP 105. Zweikomponenten-Konstruktionsklebstoff auf Epoxidharzbasis für das EPX-System. Neuss: 3M Deutschland GmbH, 1999. 6 Seiten.

TDB Scotch-Weld DP 110 Technisches Datenblatt für Scotch-Weld DP 110, Januar 1999: Scotch-Weld™ DP 110 klar, grau. Zweikomponenten-Konstruktionsklebstoff auf Epoxidharzbasis für das EPX-System. Neuss: 3M Deutschland GmbH, 1999. 6 Seiten.

TDB 1.4301 Technisches Datenblatt für den nichtrostenden austenitischen Stahl 1.4301 (X5CrNi18-10), 01.03.2008. Witten: Deutsche Edelstahlwerke, 2008. 4 Seiten.

TDB 1.4307 Technisches Datenblatt für den nichtrostenden austenitischen Stahl 1.4307 (X2CrNi18-9), 01.03.2008. Witten: Deutsche Edelstahlwerke, 2008. 4 Seiten.

TDB 1.4541 Technisches Datenblatt für den nichtrostenden austenitischen Stahl 1.4541 (X6CrNiTi18-10), 01.08.2007. Witten: Deutsche Edelstahlwerke, 2007. 2 Seiten.

TDB 1.4567 Technisches Datenblatt für den nichtrostenden austenitischen Stahl 1.4567 (X3CrNiCu18-9-4), 01.08.2007. Witten: Deutsche Edelstahlwerke, 2007. 2 Seiten.

Z-30.3-6 Z-30.3-6, April 2009: Erzeugnisse, Verbindungsmittel und Bauteile aus nichtrostenden Stählen. Allgemeine bauaufsichtliche Zulassung. 64 Seiten.

Z-70.2-117 Z-70.2-117, Mai 2006: GLASID Vertikalverglasung mit TH 1. Allgemeine bauaufsichtliche Zulassung. 28 Seiten.

Z-70.2-135 Z-70.2-135, Oktober 2008: Punktförmig gelagerte Verglasungen mit Tellerhaltern der Firma Pauli + Sohn GmbH. Allgemeine bauaufsichtliche Zulassung. 39 Seiten.

11 Abbildungsnachweis

Bild 1.1	Weller 2008, Seite 68.
Bild 1.2	Institut für Baukonstruktion. Foto: Dr. Michael Kothe.
Bild 1.2	Weller 2011a, Seite 596.
Bild 1.4	Institut für Baukonstruktion. Foto: Stefan Unnewehr.
Bild 2.1	nach: Habenicht 2009, Seite 316.
Bild 2.2	nach: Kaiser 2011, Seite 38.
Bild 2.3	nach: DIN 7724, Seite 4.
Bild 2.4	nach: DIN 7724, Seite 4.
Bild 2.5	nach: DIN 7724, Seite 5.
Bild 2.6	nach: DIN 7724, Seite 6.
Bild 2.11	nach: Grellmann 2011, Seite 129.
Bild 2.12	nach: Grellmann 2011, Seite 125.
Bild 2.13	nach: Grellmann 2011, Seite 127.
Bild 2.22	nach: Bueche 1960, Seite 110.
Bild 3.4	nach: Bargel 2012, Seite 360.
Bild 3.5	nach: Schaeffer 2014, Seite 145.
Bild 3.7	nach: Wörner 2001, Seite 10.
Bild 3.8	nach: Lohmeyer 1987, Seite 184.
Bild 4.1	nach: Norm EN ISO 6721-1, Seite 6.
Bild 4.4	nach: NETZSCH 2007b.
Bild 4.6	nach: Norm EN ISO 11357-5, Seite 7.
Bild 4.7	nach: Norm EN ISO 11357-5, Seite 9.
Bild 4.8	nach: Norm EN ISO 11357-2, Seite 7.
Bild 4.9	nach: Norm EN ISO 527-2, Seite 8.
Bild 4.10	nach: Norm EN ISO 527-1, Seite 14.
Bild 4.11	nach: Norm EN ISO 10350-1, Seite 14.
Bild 4.12	nach: Bargel 2012, Seite 125.

Bild 4.15	Institut für Baukonstruktion. Foto: Stefan Unnewehr.
Bild 4.18	nach: Norm EN ISO 10365 Seite 3.
Bild 4.23	Institut für Baukonstruktion. Foto: Dr. Michael Kothe.
Bild 4.24	nach: Norm EN 828, Seite 4.
Bild 4.25	nach: Norm EN 828, Seite 7.
Bild 4.26	C. Kothe 2013, Seite 81.
Bild 4.27	nach. FEUTRON 2006.
Bild 4.28	nach EN ISO 9142, Seite 15.
Bild 4.29	nach EN ISO 12543-4, Seite 12.
Bild 5.1	nach: Siebertz 2010, Seite 132.
Bild 6.3	nach: Gonzalez 2003, Seite 115.
Bild 6.5	nach: Wacker 2010, Seite 2.
Bild 6.6	nach: C. Kothe 2013, Seite 115.
Bild 6.19	C. Kothe 2013, Seite 67 nach: Musil 1989.
Bild 6.20	Institut für Baukonstruktion. Foto: Dr. Christiane Kothe.
Bild 6.21	C. Kothe 2013, Seite 71 nach: Beer 2009, Seite 842.
Bild 6.23	C. Kothe 2013, Seite 76.
Bild 7.31	Institut für Baukonstruktion. Foto: Dr. Michael Kothe.

Die restlichen Abbildungen stammen aus dem Archiv des Autors.

12 Bezeichnungen

12.1 Formelzeichen

Lateinische Buchstaben

A	Anfangsfläche des Querschnitts
D_λ	relative spektrale Verteilung der Normlichtart D65
D_i	dimensionsloser Hilfswert eines Qualitätsmerkmals
E	Zugelastizitätsmodul
E^*	Komplexer Zugmodul
E'	Zugspeichermodul (auch kurz als Speichermodul bezeichnet)
$E'_{+60\ °C}$	Zugspeichermodul bei einer Probentemperatur von +60 °C
E''	Zugverlustmodul (auch kurz als Verlustmodul bezeichnet)
F	Kraft
G	Schubmodul
G_i	Gewichtungsfaktor eines Qualitätsmerkmals
L	Anfangsabstand der Spannzeuge beziehungsweise der Druckplatten
L_0	Messlänge für die Dehnungs- beziehungsweise Stauchungsmessung
L_1	Länge des engen parallelen Teils des Probekörpers nach EN ISO 527-2
L_3	Gesamtlänge des Probekörpers nach EN ISO 527-2
M^*	Komplexer Modul, allgemeine Formulierung
M'	Speichermodul, allgemeine Formulierung
M''	Verlustmodul, allgemeine Formulierung
N	Nutzwert
N_A	Avogrado-Konstante
Q_e	Photonenenergie
T	Temperatur
T_{g0} (lin.)	Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs (DMA) in linearer Darstellung
T_{g0} (log.)	Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs (DMA) in logarithmischer Darstellung
T_g (tan δ)	Endtemperatur des Glasübergangsbereichs (DMA)
$T_{g,ei}$	Anfangstemperatur des Glasübergangsbereichs (DSC) oder extrapolierte Anfangstemperatur
$T_{g,ef}$	extrapolierte Endtemperatur (DSC)
$T_{g,1/2}$	Glasübergangstemperatur auf Halbstufenhöhe (DSC)
T_{N14}	Prüfgröße zur Untersuchung auf Anpassung von Beobachtungswerten an eine Verteilungsannahme mithilfe des Momentenkoeffizienten der Schiefe
T_{N17}	Prüfgröße zur Untersuchung auf Anpassung von Beobachtungswerten an eine Verteilungsannahme nach dem Verfahren von Shapiro-Wilk
T_{NEP}	Prüfgröße zur Untersuchung auf Anpassung von Beobachtungswerten an eine Verteilungsannahme nach dem Verfahren von Epps-Pulley
T_R	Kälterichtwert nach DIN 7724
$T_{r,ef}$	extrapolierte Endtemperatur
$T_{r,ei}$	extrapolierte Anfangstemperatur
$T_{r,f}$	Temperatur zum Reaktionsende
$T_{r,i}$	Temperatur zum Reaktionsbeginn
$V(\lambda)$	Spektraler Hellempfindlichkeitsgrad
b_1	Breite des engen parallel Teils des Probekörpers nach EN ISO 527-2
b_2	Breite der Enden des Probekörpers nach EN ISO 527-2
c	Lichtgeschwindigkeit
d	Durchmesser punktueller Fehler
d_a	Außendurchmesser
d_i	Innendurchmesser
$\mathrm{d}Q/\mathrm{d}t$	Wärmestrom
f	Frequenz

f_t	Zylinderzugfestigkeit, Bruchspannung im Zylinderzugversuch
$f_{t,5\%,75\%}$	5 %-Fraktil der Bruchfestigkeit im Zylinderzugversuch mit einer Aussagewahrscheinlichkeit von 75 %
h	Dicke, Nenndicke
h	Plancksches Wirkungsquantum
n	Stichprobenumfang, Anzahl der berücksichtigten Qualitätsmerkmale
p	Reaktionsumsatz (auch kurz als Umsatz bezeichnet)
p_{dyn}	Reaktionsumsatz bestimmt im dynamischen Modus
$p_{dyn,tr,f}$	Reaktionsumsatz am Versuchsende
p_{iso}	Reaktionsumsatz bestimmt isothermen Modus
r_1	Radius am Probekörper nach EN ISO 527-2
t	Zeit
t_R	Reaktionszeit
$t_{r,i}$	Zeitpunkt bei Einbringung der Probe beziehungsweise des Reaktionsbeginns
$t_{r,f}$	Zeitpunkt des Reaktionsendes
$t_{r,k}$	Zeitpunkt zur Bewertung einer laufenden exothermen chemischen Reaktion
tan δ	Verlustfaktor
y	dimensionsbehafteter Ergebniswert eines Qualitätsmerkmals
y_1	Unterer Grenzwert eines Qualitätsmerkmals
y_2	Unterer Zielwert eines Qualitätsmerkmals
y_3	Oberer Zielwert eines Qualitätsmerkmals
y_4	Oberer Grenzwert eines Qualitätsmerkmals

Griechische Buchstaben

ΔH	Dissoziationsenergie der homöopolaren (auch kovalenten oder Atom-) Bindung
ΔH_T	Enthalpieänderung einer Probe infolge einer chemischen Reaktion (kurz Reaktionsenthalpie)
$\Delta H_{post,T}$	Restenthalpie
$\Delta H_{tot,T}$	Gesamtreaktionsenthalpie beginnend unterhalb des Glasübergangs einer frisch angesetzten Mischung
$\Delta H_{k,t}$	Reaktionsenthalpie zwischen Reaktionsbeginn und Zeitpunkt $t_{r,k}$
$\Delta H_{tot,t}$	Gesamtreaktionsenthalpie zwischen Reaktionsbeginn und Versuchsende
ΔL_0	Längenänderung des Messbereichs
ΔL_t	Zuwachs des Abstandes zwischen den Spannzeugen nach Überschreiten der Streckgrenze
ΔQ	Wärmeänderung
Δc_p	Wärmekapazität
$\Delta\lambda$	Wellenlängenintervall
γ_{SL}	Grenzflächenspannung zwischen fester und flüssiger Phase
δ	Phasenwinkel
ε	Normative Längsdehnung beziehungsweise normative Längsstauchung
ε^*	Maximale nominelle Stauchung nach EN ISO 604
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrate
$\bar{\varepsilon}$	Mittelwert der beobachteten Längsdehnungen
ε_A	Amplitude der Dehnung
ε_B	Bruchdehnung
ε_S	Streckdehnung
ε_i	Beobachtungswert der Längsdehnung
ε_p	plastische Dehnung
ε_q	Querdehnung
ε_t	Nominelle Längsdehnung
θ	Kontaktwinkel
λ	Wellenlänge
μ	Querdehnzahl (auch Poissonzahl)

σ	Nennzugspannung (kurz auch als Zugspannung bezeichnet)
$\overline{\sigma}$	Mittelwert der beobachteten Zugspannung
σ_{50}	Spannungswert bei einer Längsdehnung von 50 %
σ_A	Amplitude der Spannung
σ_B	Bruchspannung
σ_L	Oberflächenspannung der Flüssigkeit
σ_L^D	Disperser Anteil der Oberflächenspannung der Flüssigkeit
σ_L^P	Polarer Anteil der Oberflächenspannung der Flüssigkeit
σ_S	Streckspannung
σ_S	Freie Oberflächenenergie des Festkörpers
σ_S^D	Disperser Anteil der freien Oberflächenenergie des Festkörpers
σ_L^P	Polarer Anteil der freien Oberflächenenergie des Festkörpers
$\sigma_{d0,2}$	0,2 %-Strauchgrenze
σ_i	Beobachtungswert der Zugspannung
$\sigma_{p0,2}$	0,2 %-Dehngrenze
τ	spektrale Transmission
τ_B	Zugscherfestigkeit
$\tau(\lambda)$	spektraler Transmissionsgrad
τ_{Vis}	Lichttransmissionsgrad im Spektralbereich des sichtbaren Lichts

12.2 Abkürzungen

ATR	englisch: attenuated total reflection = „abgeschwächte Totalreflexion“
AV1, AV2	Adhäsives Versagen auf Substrat 1 beziehungsweise auf Substrat 2
CH	englisch: constant high humidity = „konstant hohe Luftfeuchte“
D	Fehlerbild großflächige Delamination
D	Fehlerbild vollständige Delamination
DETA	Diethylentriamin
DGEBA	Diglycidylether des Bisphenol A
DGEBF	Diglycidylether des Bisphenol F
DGEBD	Diglycidylether des 1,4-Butandiol
DMA	Dynamisch-mechanische Analyse
DMDPTA	N,N- Dimethyldipropylentriamin
DMP-30	2,4,6-Tri-(dimethylamino-methyl)phenol
DMS	Dehnungsmessstreifen
DODT	3,6-Dioxa-1,8-octandithiol
DSC	englisch: differential scanning calorimetry = „Dynamische Differenzkalorimetrie“
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
ESG	Einscheibensicherheitsglas
ETAG	englisch: European Technical Approval Guideline = „Leitlinie zur Erstellung Europäisch Technischer Zulassungen“
FEU	Beanspruchung mit Kondenswasserklimaten für 500 Stunden (EN ISO 6270-2, CH-Prüfung)
FTIR	Fouriertransformation-Infrarot
G	englisch: gas = „Gas“
GEM	Gemäßigte Reinigungsmittelbeanspruchung mit demineralisiertem Wasser unter Zugabe von 0,1% Reinigungsmittel bei +45 °C für 500 Stunden
IPDA	Isophorondiamin
IR	Infrarot
KLI	Klimawechselbeanspruchung für 500 Stunden (EN ISO 9142, Zyklus D3)
KOR	Korrosionsprüfung für 504 Stunden (EN ISO 9227, NSS-Prüfung)
KPO	Polierte Kante nach DIN 1249-11
KV	Kohäsives Versagen innerhalb der Klebschicht
L	englisch: liquidity = „Flüssigkeit“
MBS	Mathylmethacrylat-Butadien-Styrol-Copolymer
MMA	Methylmethacrylat

MP	(Poly-)Mercaptanpolymere
MS	englisch: modified silan = „silanmodifiziert”
MVQ	Methyl-Vinyl-Polysiloxan
NBR	Acrylnitril-Butadien-Kautschuk
NP	Nicht prüfbar
NSS	englisch: neutral salt spray = „neutraler Salzsprühnebel“
OWRK	Owens, Wendt, Rabel, Kaelble
PAPM	Polyamin-Polymercaptan-Copolymer
PC	Polycarbonat
PDSM	Polydimethylsiloxan
PEPA	Polyethylenpolyamid
PMMA	Polymethylmethacrylat
PU	Polyurethan
PVB	Polyvinylbutyral
REI	Beanspruchung mit Fassadenreiniger bei einer Temperatur von +45 °C für 500 Stunden
RTV	englisch: room temperature vulcanization = „bei Raumtemperatur aushärtend”
S	englisch: solid = „Festkörper“
SB1, SB2	Substratbruch des Substrats 1 beziehungsweise des Substrats 2
SDB	Sicherheitsdatenblatt
SO2	Kondenswasser-Wechselklimaprüfung mit Schwefeldioxid enthaltender Atmosphäre für 480 Stunden (EN ISO 3231)
SSG	englisch: Structural Sealant Glazing = „geklebte Glaskonstruktionen“
SUN	Kombinierte Beanspruchung mit Temperatur, demineralisiertem Wasser und künstlichem Licht für 500 Stunden (EN ISO 11431 im automatischen Zyklus)
T	Fehlerbild Trübung
T	Dreiphasenpunkt (englisch: triple point = „Tripelpunkt“)
TDB	Technisches Datenblatt
TEM	Beanspruchung mit erhöhter Temperatur von +80 °C für 500 Stunden
TMD	Trimethylexamethylendiamin
TSSA	Transparent Silicone Structural Adhesive
TTDD	4,7,10-Trioxa-1,13-tridecandiamin
TTT	Time-Temperature-Transformation
TVG	Teilvorgespanntes Glas
UV	Beanspruchung mit künstlichem Licht für 2000 Stunden (EN ISO 12543-4)
UV	Ultraviolett
V	Fehlerbild deutliche Farbabweichung
V1E bis V6E	Verfahren zur Oberflächenbehandlung des nichtrostenden Stahls
V1G bis V4G	Verfahren zur Oberflächenbehandlung der Atmosphärenseite des Glases
VSG	Verbund-Sicherheitsglas
WAS	Beanspruchung mit demineralisiertem Wasser mit Temperatur von +45 °C für 500 Stunden
ZTU	Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild

d	Fehlerbild örtlich begrenzte Delamination im Randbereich
p	Fehlerbild mäßige punktuelle Fehler
v	Fehlerbild mäßige Farbabweichung

1K	Einkomponentig
2K	Zweikomponentig