



Studie zum Einfluss verschiedener Misch-Methoden auf die Qualität von Klebschichten bei Einarbeitung von Füllstoffen in Klebstoffe

Autor M. Sc. David Herbig / Kleben und Oberflächentechnik / SKZ, Würzburg

Motivation und Zielsetzung

Im Rahmen eines Forschungsvorhabens am SKZ, einem Mitglied der Zuse-Gemeinschaft, sollten Rückschlüsse auf die lokale Spannungsverteilung in Klebungen und damit auf die Materialeigenschaften der Interphase (Randschicht zwischen Klebstoff und Substrat) ermittelt werden. Hierzu wurde die lokale Deformation von Klebstoffen mittels in-situ-Röntgentomographie (CT) in Klebverbindungen bestimmt. Um die Deformation in Klebverbindungen röntgentomographisch untersuchen zu können, wurden Hohlglasskugeln als Tracer in Klebstoffe eingearbeitet. Hier kam es bei händischem Einmischen der Glaskugeln mittels Spatel zur Luftblasenbildung und inhomogener Verteilung der Glaskugeln im Klebstoff. Dies beeinflusste die nachfolgenden in-situ-CT-Messungen signifikant, weshalb ein Vakuum-Planetenzentrifugal-Mischer (Modell: THINKY MIXER ARV-310P) der Fa. Thinky Corporation über den Vertriebspartner C3 Prozess- und Analysetechnik GmbH angeschafft wurde, um dem Problem entgegen zu wirken. Die folgende Studie zeigt die deutliche Qualitätssteigerung des Mischprozesses mit Vakuumzentrifugalmischer im Vergleich zum Vorgängerprozess.

Materialien und Methoden

Als Substrate für die Untersuchungen wurde ein Polyvinylchlorid MEDUR PVC-U der Fa. BEN Kunststoffe Vertriebs GmbH mit einer Materialdicke von 2,0 mm verwendet. Diese wurden in einer Klebvorrichtung mit dem zweikomponentigen Polyurethan-Klebstoff SikaForce 7570 L05 (kurz: 7570) der Fa. Sika AG gefügt. Der Klebstoff wird innerhalb von 5 Minuten nach Mischen der beiden Komponenten handfest und nicht mehr verarbeitbar. Die Schichtdicke wurde über einen Abstandshalter auf ca. 1,0 mm eingestellt.

Zuvor erfolgte die Einmischung von 3 Gew.-% Hohlglasskugeln Spheriglass® Mikroglasskugeln der Fa. Potters Ballotini GmbH, welche ein D10 von 13,3 µm, ein D50 von 27,9 µm und ein D90 von 56,2 µm aufweisen, als Tracer in den Klebstoff mit insgesamt drei unterschiedlichen Methoden, um die Wirksamkeit des Vakuumzentrifugalmischers zu überprüfen:

1. Händisch: Mischen der beiden Komponenten (Isocyanat und Polyol) des Klebstoffs 7570 und der Hohlglasskugeln mittels Holzspatel.
2. Ohne Vakuum: Mischen der nicht-feuchtigkeitsempfindlichen Komponente (Polyol) des Klebstoffs 7570 und der Hohlglasskugeln bei 600 rpm ohne Vakuum für 30 s und anschließend bei 1.500 rpm ohne Vakuum für 180 s im Vakuumzentrifugalmischer. Nachfolgend wurde die Isocyanat-Komponente des Klebstoffs bei 1.000 rpm für 30 s im Vakuumzentrifugalmischer gemischt.

3. Mit Vakuum: Mischen der nicht-feuchtigkeitsempfindlichen Komponente (Polyol) des Klebstoffs 7570 und der Hohlglaskugeln bei 600 rpm und 10 mbar für 30 s und anschließend bei 1.500 rpm und 10 mbar für 180 s im Vakuumzentrifugalmischer (s. Abbildung 1). Nachfolgend wurde die Isocyanat-Komponente des Klebstoffs bei 1.000 rpm für 30 s im Vakuumzentrifugalmischer gemischt.

Direkt nach dem Mischen wurde der Klebstoff auf die PVC-U-Stäbe ((100 x 25 x 2) mm²) appliziert und eine Überlappklebung nach DIN EN 1465:2009-07 pro Mischvariante gefertigt. Nach einwöchiger Lagerung im Normklima bei 23 ± 2 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 50 ± 5 % wurden aus den Klebverbindungen (5 x 5 x 2) mm² große Proben gesägt und in der CT Micro CT Workstation exaCT® S60 der Fa. WENZEL Group GmbH & Co. KG mit einer Detailerkennbarkeit von ca. 7 µm hinsichtlich Lufteinschlüsse analysiert.



Abbildung 1: Zugabe von 3 Gew.-% Glaskugeln zur Polyol-Komponente des Klebstoffs (links), Mischen im Vakuumzentrifugalmischer (Mitte) und homogenes Mischergebnis (rechts).

Ergebnisse der Computertomographie-Messungen

Bei Betrachtung der Ergebnisse der CT-Messung in Abbildung 2 ist deutlich zu erkennen, dass unabhängig von der Mischmethode die beiden Komponenten des Klebstoffs zu einem homogenen Polyurethan ausgehärtet sind. Auch ist eine gleichmäßige Verteilung der Glaskugeln (weiße Partikel) bei den verschiedenen Varianten zu erkennen. Die unterschiedliche Partikelgröße der einzelnen Glaskugeln wird ebenfalls klar sichtbar.

Auffällig an den Bildern in Abbildung 2 sind vor allem die schwarzen Stellen innerhalb der Klebstoffmatrix. Es handelt sich hierbei um Luftblasen, welche durch den Misch- oder Applikationsprozess beim Fügen in den Klebstoff eingearbeitet wurden. Vor allem beim händischen Mischen (Methode 1) des Klebstoffs und der Glaskugeln sind neben der hohen Anzahl insbesondere große Luftporen mit Durchmessern von bis zu 0,5 mm vorhanden. Beim Mischen im THINKY Vakuumzentrifugalmischer ohne Vakuum (Methode 2) kann eine deutliche Verringerung in der Größe der Luftblasen festgestellt werden. Zwar sind noch immer viele Luftporen im Klebstoff sichtbar, diese weisen jedoch deutlich geringere Abmessungen von max. 80 µm im Durchmesser auf. Abhilfe schafft hier das Mischen der unterschiedlichen Komponenten im Vakuumzentrifugalmischer unter Vakuum (Methode 3).

Durch die Entlüftung des Klebstoffs wird die in der Klebstoffmatrix befindliche Luft aus dem Klebstoff entfernt und es bildet sich eine homogene Mischung ohne bzw. mit kaum Lufteinschlüssen. Vereinzelt können Lufteinschlüsse im CT-Bild erahnt werden, jedoch befinden diese sich an der Grenze bzw. unterhalb der Auflösungsgrenze der CT von 7 μm .

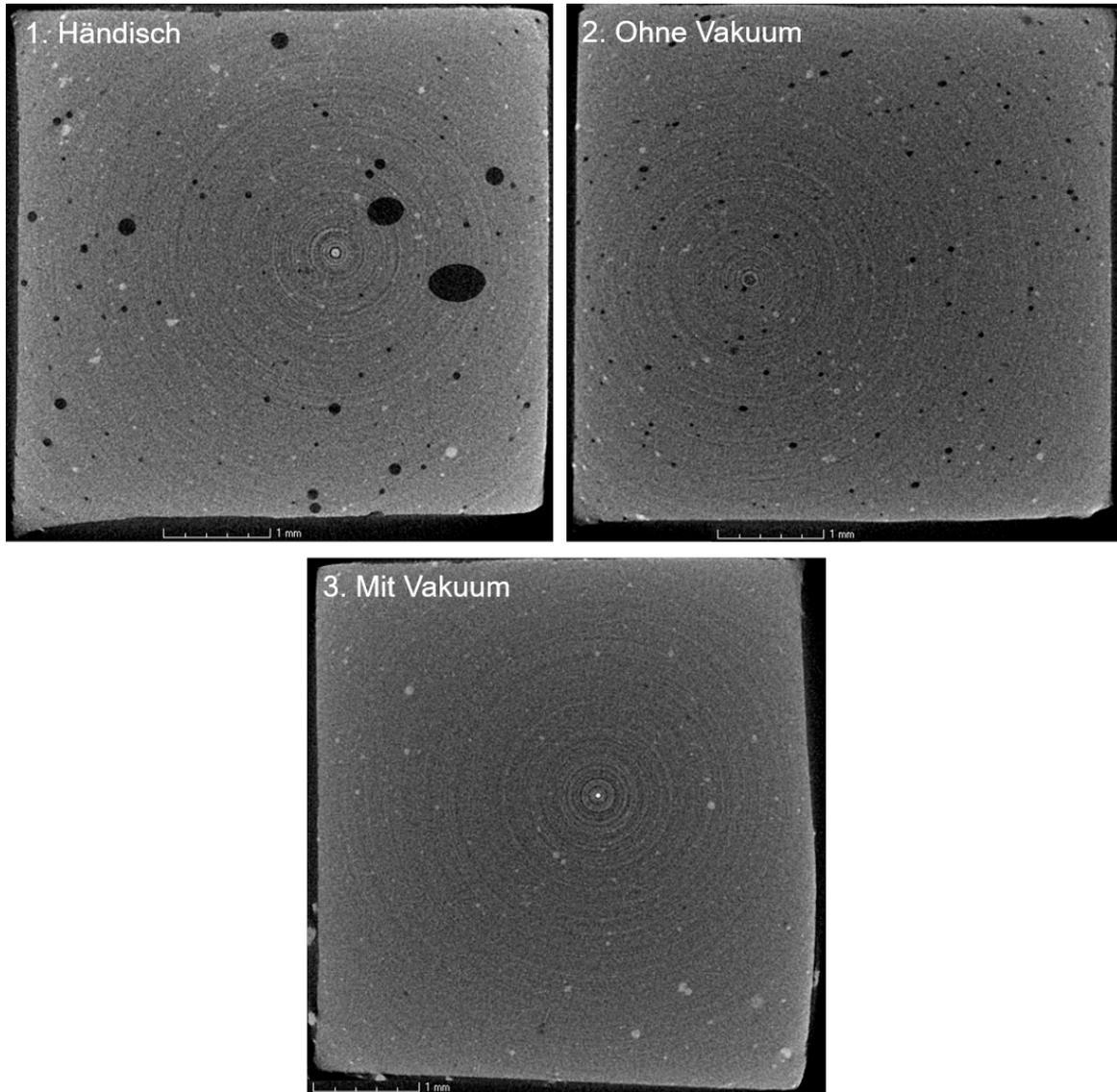


Abbildung 2: CT-Aufnahmen der verschiedenen Mischprozesse (Klebstoffkomponenten und Glaskugeln): 1. Händisches Mischen; 2. Mischen ohne Vakuum im Vakuumzentrifugalmischer; 3. Mischen mit Vakuum im Vakuumzentrifugalmischer.

Fazit

Es lässt sich zusammenfassen, dass der Einsatz des verwendeten THINKY Vakuumzentrifugalmischers zu einer deutlichen Verbesserung der Mischqualität des Klebstoffs geführt hat. Durch die Entlüftung des Klebstoffs aufgrund des angelegten Vakuums während des Mischprozesses wurden unerwünschte Lufteinschlüsse im Klebstoff vermieden.

Für das anfangs erwähnte Forschungsvorhaben bedeutete dies einen immensen Vorteil, da die durch händisches Mischen entstandenen Luftblasen erheblichen negativen Einfluss auf die nachfolgenden in-situ-CT-Messungen hatten bei denen die Verformung der Klebstoffmatrix während Zug-Scher-Belastung vermessen wurde. Zudem sind Lufteinschlüsse Störstellen, an denen eine Klebverbindung unter Umständen bevorzugt versagt, da hier Risswachstum schnell voranschreiten kann. Durch die Anschaffung des THINKY MIXERs ARV-310P der Fa. Thinky Corporation konnte somit gewährleistet werden, dass es vor allem bei Modifikation von Klebstoffen mit Füllstoffen wie z. B. Glaskugeln zu keinen Qualitätseinbußen der Klebschicht und damit auch der Klebverbindung kommt.

Ansprechpartner - SKZ

M. Sc. David Herbig
Projektleiter
Kleben und Oberflächentechnik
Tel.: +49 931 4104-686
Mail: d.herbig@skz.de

Dr. Eduard Kraus
Bereichsleiter
Fügen und Oberflächentechnik
Tel.: +49 931 4104-480
Mail: e.kraus@skz.de



C3 PROZESS- UND
ANALYSENTECHNIK

www.c3-analysentechnik.de | info@c3-analysentechnik.de