

Institut für Werkstoffkunde
Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik
Universität der Bundeswehr München

Untersuchungen zum mechanischen Verhalten von Klebverbindungen unter Berücksichtigung von Grenzflächendefekten

Dipl.-Chem. Stephan Andreas Frömmel

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik
der Universität der Bundeswehr München
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Alexander Lion
1. Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. rer. nat. habil. Hans-Joachim Gudladt
2. Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Paul Ludwig Geiß

Die Dissertation wurde am 08.05.2013 bei der Universität der Bundeswehr München eingereicht und durch die Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik am 23.07.2013 angenommen. Die mündliche Prüfung fand am 14.08.2013 statt.

Diese Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde in der Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik der Universität der Bundeswehr München.

Mein besonderer Dank gilt dem Leiter des Instituts für Werkstoffkunde, Herrn Prof. Dr. Gudladt, der mir die Bearbeitung dieser interessanten Thematik ermöglichte. Sein wissenschaftlicher Tatendrang und die damit verbundenen ausführlichen Diskussionen von Ideen und Ergebnissen haben entscheidend zur Reifung der Thematik somit zu den Ergebnissen dieser Arbeit beigetragen. Ebenso bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. Lion für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes sowie bei Herrn Prof. Dr. Geiß für die Begutachtung der vorliegenden Arbeit.

Weiterer Dank gebührt natürlich Herrn Dr. Jürgen Bär, der stets ein offenes Ohr bei experimentellen Problemen hatte und durch dessen Erfahrung diese schnell und unkompliziert gelöst werden konnte. Ohne sein Wissen und Engagement wäre u.a. die Charakterisierung der Oberflächen mittels REM-Technik nicht in diesem Stil möglich gewesen.

Vielen Dank auch an den Leiter der institutseigenen Werkstatt, Herrn Feinwerkmechanikermeister Dietmar Krause, der mit seiner präzisen Fertigung der Proben erst die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ermöglichte. Des Weiteren sorgte er mit schnellen und unbürokratischen Lösungen dafür, dass auftretende, mechanisch bedingte Probleme kurzfristig gelöst werden konnten.

Herrn Thomas Kaspar danke ich für die Aufrechterhaltung der Einsatzfähigkeit der Geräte zur Thermo- und Wasseranalyse, sowie für die durchgeführten Messungen auch im Rahmen der studentischen Arbeiten. Herrn Christoph Kröber danke ich für seine Unterstützung im Bereich der metallographischen Probenpräparation. Vielen Dank auch an Frau Müller, die durch die Übernahmen von administrativ-organisatorischen Tätigkeiten, zusätzlichen Raum für die wissenschaftliche Arbeit schaffte.

Weiterer Dank gilt natürlich auch allen ehemaligen und aktuellen Mitdoktoranden, namentlich Frau Dr.-Ing. Johanna Steinbock, Herrn Dr.-Ing. Rolf Brucksch, Herrn Dr.-Ing. Thomas Felsner, Herrn Major Dipl.-Ing. Gero Wilhelm, Frau Dipl.-Ing. Christine Winter, Herrn M.Sc. Thomas Schuster, Herrn M.Sc. Christian Nittel und Herrn M.Sc. Jan Schäfer.

Ein herzlicher Dank für die gute, behördenübergreifende Zusammenarbeit geht an die Mitarbeiter des Wehrwissenschaftlichen Instituts für Werk- und Betriebsstoffe, insbesondere an Herrn Prof. Dr. von Czarnecki, Herrn Dr.-Ing. Dipl.-Inf. Jens Holtmannspötter, Herrn Dr. Sebastian Eibl sowie Herrn Dipl.-Ing. Dipl.-Kaufm. Michael Wetzell.

Vielen Dank natürlich auch an alle von mir betreuten Studenten, die mit den Ergebnissen ihrer Studien-, Bachelor-, Master- und Diplomarbeiten wertvolle Bausteine zu dieser Arbeit beigetragen haben.

Ein besonderer Dank gilt allen Mitarbeitern des Instituts, insbesondere auch den ehemaligen Mitarbeitern Herrn Semmelmann und Frau Friebel, die mich alle freundlich aufgenommen haben und mit dem so geschaffenen, positiven Betriebsklima zu einer motivierten und erfolgreichen Arbeit beigetragen haben.

Mein letzter und auch größter Dank gilt meiner Frau Christiane, die mich immer, sowohl in den Höhen als auch den Tiefen der letzten Jahre unterstützt hat, und somit entscheidend am Gelingen dieser Arbeit beteiligt war.

Unterföhring, den 30.08.2013

„Man braucht nichts im (K)leben zu fürchten, man muss nur alles verstehen.“

Marie Curie

Für Christiane und Katharina

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung, Motivation.....	1
2.	Stand der Technik.....	3
2.1.	Strukturklebstoffe.....	3
2.1.1.	Kunststoffe und Klebstoffe auf Epoxidbasis.....	6
2.2.	Oberflächen und Eigenschaften.....	7
2.2.1.	Methoden der Oberflächenvorbehandlung.....	8
2.3.	Auslegung von Klebverbindungen.....	10
2.4.	Statistische Versuchsauswertung.....	18
2.5.	Prüfverfahren für Klebverbindungen.....	22
2.6.	Alterungseffekte.....	24
3.	Geräteausstattung.....	25
3.1.	Mischsystem Speedmixer™ DAC 150 FVZ.....	25
3.2.	Trockenschrank ULM400.....	25
3.3.	Laserstation TruMark® Station 5000.....	25
3.4.	Bildgebende Analytik.....	26
3.4.1.	Lichtmikroskopie.....	26
3.4.2.	Rasterelektronenmikroskopie.....	26
3.5.	Thermische, thermomechanische und mechanische Analytik.....	27
3.5.1.	Thermogravimetriesystem.....	27
3.5.2.	Dynamisches Differenzkalorimeter.....	27
3.5.3.	Dynamisch-mechanischer Analysator.....	28
3.5.4.	Mikrohärtemesssystem Fischerscope® HM2000.....	28
3.6.	Mechanische Prüfmaschinen.....	29
3.6.1.	Zwick Z2,5 / TN1S.....	29
3.6.2.	Zwick 1484.....	29
3.6.3.	Servohydraulische Prüfmaschine MTS 858.....	29
3.6.4.	Resonanzprüfmaschine Rumul Mikrotron.....	30
4.	Probenpräparation und Materialeigenschaften.....	30
4.1.	Verbundproben.....	31
4.2.	Probenmaterial.....	32
4.2.1.	Fügeteile.....	32
4.2.2.	Klebstoffsystem Hysol EA939X.....	34

4.3. Laseraktivierung der Fügeteiloberfläche	40
4.3.1. Laserinduzierte Veränderungen der Metalloberfläche.....	40
4.3.2. Einfluss der Oberflächenlaserung auf mechanische Eigenschaften.....	53
4.4. Chemische, thermische und mechanische Eigenschaften des Klebstoffmaterials	56
4.4.1. Infrarot- und Massenspektroskopische Analyse	56
4.4.2. Thermogravimetrische Analyse.....	58
4.4.3. DSC-Analyse	59
4.4.4. Mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit des Aushärtegrads	62
4.5. Zusammenfassung der Erkenntnisse zu Probenpräparation und Materialeigenschaften	68
5. Mechanisches Verhalten geklebter Verbunde	69
5.1. Bruchmechanische Aspekte unter Berücksichtigung einer Fehlstellenhypothese	69
5.2. Statische Zug-Scherversuche	72
5.3. Ermüdungsversuche.....	80
5.3.1. Lebensdauer und Schädigungsgrößen	80
5.3.2. Einfluss der Grenzflächengüte auf die Lebensdauer	82
5.3.3. Statistische Betrachtung im Sinne der Zuverlässigkeit.....	87
5.4. Fazit der Ergebnisse aus den statischen und zyklischen Versuche.....	93
5.5. Einfluss der Biegebeanspruchung auf die Lebensdauer	95
5.5.1. Problemstellung	96
5.5.2. Experimentelle Versuchsführung	98
6. Einfluss der Alterung auf die Lebensdauer.....	107
7. Einfluss des Klebers auf die Güte einer Klebverbindung.....	113
8. Diskussion der Ergebnisse im Hinblick auf die LEBM und die Kontinuumsmechanik.....	117
9. Ausblick.....	123
10. Zusammenfassung	125
11. Abbildungsverzeichnis	126
12. Tabellenverzeichnis	130
13. Abkürzungsverzeichnis.....	131
14. Literaturverzeichnis	136
15. Anhang.....	148
15.1. Eidesstattliche Versicherung gemäß Anlage 5 UniBw M PromO.....	148
15.2. Lebenslauf	149

1. Einleitung, Motivation

Klebstoffe werden schon seit frühester Menschheitsgeschichte genutzt. 1991 wurde in den Ötztaler Alpen die Gletscherleiche „Ötzi“ aus der Kupferzeit (ca. 3000 v.Chr.) gefunden. Bei ihr fanden sich unter anderem Pfeile, deren Spitzen aus Feuerstein mit Birkenpech am Schaft angeklebt waren. Ebenso wurden auch die Stabilisierungsfedern am Schaftende mit diesem thermoplastischen Klebstoff befestigt (Bahn, Everett 1993 ; Spindler 1995). Neuere Untersuchungen an steinzeitlichen Werkzeugen zeigten, dass Birkenpech auch schon im Mittelpleistozän (100 000 – 750 000 v.Chr.) als Klebstoff verwendet wurde (Dinnis, Pawlik, Gaillard 2009 ; Mazza u. a. 2006 ; Pawlik, Thissen 2011 , Thissen, Pawlik 2010). Mit den Fisch- und Knochenleimen kamen zur Zeit der römischen und ägyptischen Herrscherdynastien weitere Klebstoffsorten hinzu. Im Europa des Mittelalters wurden weitere Klebstoffe auf Basis von Tier- oder Pflanzenstoffen entwickelt, die sich zum Teil bis in die heutige Zeit bewährt haben. Alle diese Klebstoffe besitzen auf Grund ihres molekularen Aufbaus die Fähigkeit, lasttragende Verbindungen zwischen zwei Fügepartnern aufzubauen (Matting 1969). Durch das Verständnis chemischer Reaktionen und die Fortschritte in der chemischen Synthese polymerer Moleküle mittels selektiv wirkender Katalysatoren (Beyer, Walter 1998 ; Brückner 1996), verdrängten Anfang bis Mitte des 20. Jahrhunderts künstlich hergestellte Klebstoffe mit der Zeit die Natürlichen in der breiten Anwendung. Der Erfolg der Klebtechnik zeigte sich auch in der Verwendung von geklebten Strukturen in der Konstruktion von Flugzeugen der Hersteller DeHavilland, Fokker, Jetstream und Boeing in der Zeit nach dem zweiten Weltkrieg. Seit den 1970er Jahren setzten auch Saab und Airbus verstärkt auf die Kleb- und Kunststofftechnik (Higgins 2000).

Dieser Übergang von einem Metall- in ein Kunststoffzeitalter spiegelt sich sowohl in einem weltweiten Produktionsanstieg von Kunststoffen zwischen 1950 und 2011 von 1,7 auf ca. 280 Mt (Plastic Europe, Association of Plastics Manufacturers 11.09.2012) als auch in der deutschen Klebstoffproduktion von 660 kt im Jahr 2004 auf 870 kt im Jahr 2011 wider (Industrieverband Klebstoffe e.V. 2012). Einen vergleichbaren Anstieg in diesem Zeit- und Produktionsraum zeigten auch die Primärformen der Kunststoffe (Verband der chemischen Industrie e.V. 04.09.2012). Zu diesen Primformen gehören sowohl Flüssigkeiten und Pasten als auch feste Stoffe unregelmäßiger Form, wie Pulver, Granulate und Flocken, die z.B. durch Gießen oder Pressen in ihre endgültige Form gebracht werden können (Europäische Union 29.10.2010). Der europaweite Verbrauch von Kunststoffen lag 2011 bei 47 Mt, wovon über 20 % durch das Baugewerbe und mehr als 8 % im Automotive-Bereich verarbeitet wurde. Der Bedarf an Kunststoffen im Kraftfahrzeugsektor wird sich auf Grund der Notwendigkeit, gewichtsreduzierend zu konstruieren, weiter erhöhen (Plastic Europe, Association of Plastics Manufacturers 11.09.2012). Dieser Trend erfordert jedoch sowohl belastbare und zuverlässige, als auch gewichtsökonomische Fügeverfahren für die notwendigen Materialkombinationen, was durch Schweißen, Schrauben oder Nieten allein nicht optimal erreicht werden kann. Durch die Möglichkeit, Klebstoffe auf die strukturellen Anforderungen einer Konstruktion, wie Festigkeit oder Duktilität, anzupassen und der Kombinationsmöglichkeit mit den traditionellen Fügeverfahren, steht dem Strukturkleben dieses breite Spektrum von Anwendungen offen. Ihre Vorteile kann sie z. B. bei der Verbindung von Materialien mit stark unterschiedlichen Eigenschaften, wie Metallen und Kunststoffen, ausschöpfen. Konstruktionen mit Werkstoffverbunden

und Verbundwerkstoffen werden, wie in Abbildung 1 und Abbildung 2 gezeigt, z. B. im Bereich der Luft- und Kraftfahrzeugtechnik in Zukunft den Bereich der Manufakturfertigung verlassen und zur Serienproduktion geführt werden (Feustel, Lang, Hand 2013 ; BMW Group AG 2012 ; Boeing Company 2012).

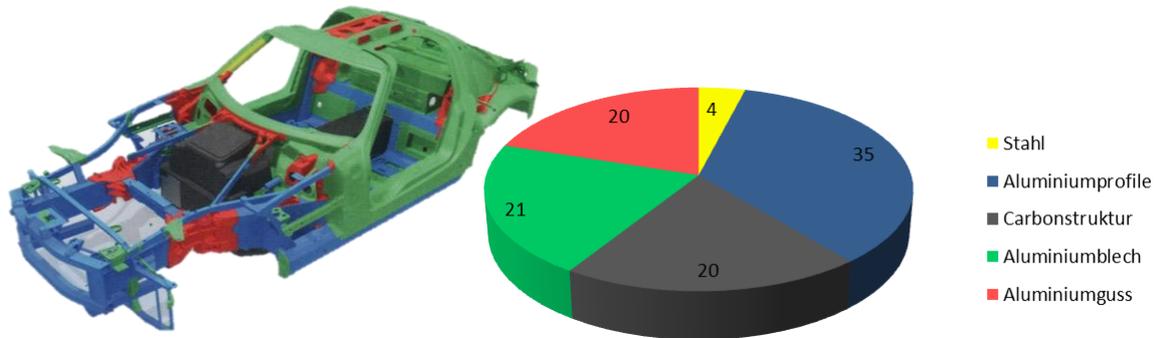


Abbildung 1: Verwendung unterschiedlicher Materialien im Elektrofahrzeug Mercedes SLS AMG Coupé Electric Drive (Feustel, Lang, Hand 2013)



Abbildung 2: BMW i30; Elektromobil auf dem Weg in die Serienproduktion mit einer CFK-Fahrgastzelle (Life-Modul) und einem Drive-Modul auf Aluminium-Basis zur Unterbringung von Antriebs-, Fahrwerks und Aufprallkomponenten sowie der notwendigen Energiespeicher (BMW Group 2011)

Hierzu ist es jedoch notwendig, dass diese geklebten Konstruktionen nicht nur eine definierte Festigkeit, sondern auch ein hohes Maß an Zuverlässigkeit besitzen. Diese Zuverlässigkeit muss dabei sowohl im Bereich der makroskopischen Klebungen von Bauteilen als auch auf mikroskopischer Ebene, wie sie bei der Anbindung von Fasern an die polymere Matrix in Faserkunststoffverbundstrukturen auftritt, gewährleistet sein. Entscheidend für die Güte einer Klebverbindung ist aber immer das Gesamtsystem. Letzteres besteht nicht nur aus den Fügeteilwerkstoffen und dem Klebstoffmaterial sondern auch aus der Grenzfläche und einem Übergangsbereich, beginnend von der Grenzfläche bis hinein in das Bulk-Material. Dieser Bereich soll im Folgenden als Inter-Phase bezeichnet werden (Possart u. a. 1996 ; Possart u. a. 1995 ; Possart u. a. 2006 ; Wehlack u. a. 2007). Für eine Optimierung der mechanischen Eigenschaften einer strukturellen

Klebung, wie Festigkeit oder Lebensdauer, müssen daher alle mechanisch beanspruchten Teilbereiche gleichberechtigt betrachtet werden. Dies kann jedoch nur erfolgen, wenn das strukturelle Verhalten der einzelnen Bereiche verstanden ist und die wichtigsten Einflussfaktoren bekannt sind.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit soll das Verständnis dieses mechanischen Verhaltens von Klebverbindungen sowohl unter statischer als auch unter zyklischer Belastung vertieft werden. Dazu werden die Oberflächen von Aluminiumlegierungsfügeteilen mittels Nd:YAG-Festkörperlaser thermisch oxidiert und anschließend verklebt. Die in den mechanischen Versuchen erhaltenen Ergebnisse werden dabei auch unter den statistischen Aspekten der Zuverlässigkeit bewertet. Damit werden Wege aufgezeigt, welche die Güte einer Klebung definieren können. Die so gewonnenen Erkenntnisse zu Festigkeit und Zuverlässigkeit ermöglichen im Sinne eines konsequenten Leichtbaus, geklebte Strukturen zu optimieren und führen somit zur Verstärkung höher belasteter Bereiche bei gleichzeitiger Materialeinsparung im Bereich geringer Belastung.

2. Stand der Technik

Im diesem Kapitel wird ein Überblick über den aktuellen Stand der Forschung im Bereich der Klebtechnik gegeben. Der Schwerpunkt dieser Betrachtungen liegt dabei einerseits auf den Einflussfaktoren, die die Festigkeit einer Klebung beeinflussen und andererseits auf den Methoden zur Auslegung und Prüfung von Klebverbindungen. Dabei werden speziell die Themen angesprochen, die für die durchgeführten praktischen Versuche und deren Interpretation notwendig sind. Hierzu zählen die Methode der Oberflächenbehandlung mit ihren haftungserhöhenden Einflüssen auf die Grenzflächenfestigkeit sowie die thermischen und thermomechanischen Eigenschaften von Strukturklebstoffen. Im Bereich der Auslegung von Klebverbindungen werden sowohl die Konzepte der Kontinuumsmechanik als auch die der Bruchmechanik vorgestellt und bewertet. Anschließend werden verschiedene Methoden der Prüfung von Klebungen unter betriebsnaher Beanspruchung erläutert. Hierzu zählen Versuche sowohl unter statischer als auch unter zyklischer Belastung sowie die Einflüsse von Temperaturbeanspruchung und Feuchtigkeitsaufnahme auf die Versuchsergebnisse.

2.1. Strukturklebstoffe

Als Klebstoff bezeichnet man einen „*nichtmetallischen Stoff, der Werkstoffe durch Oberflächenhaftung (Adhäsion) so verbinden kann, dass die Verbindung eine ausreichende innere Festigkeit (Kohäsion) besitzt*“ (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2008). Wie in Abbildung 3 dargestellt, liegen in Polymeren unterschiedliche Bindungsarten parallel nebeneinander vor. Die adhäsive Festigkeit wird vorrangig durch nebenvalente Bindungen und elektrostatische Wechselwirkungen wie z. B. van-der Waals-Kräfte oder Wasserstoffbrückenbindungen ausgebildet. Letztere können dabei, wie in Abbildung 4 dargestellt, das komplette Energiespektrum zwischen den

hochenergetischen kovalenten und den niederenergetischen van-der-Waals-Bindungen abdecken. Für alterungsbeständige Bindungen zwischen Füge­teil und Polymerwerkstoff sind zusätzlich Hauptvalenzbindungen notwendig. Für die kohäsiven Festigkeitseigenschaften sind neben den nebenvalenten Wechselwirkungen hauptsächlich kovalente Bindungen der Hauptvalenzen verantwortlich. Durch diesen Bindungstyp werden sowohl die präpolymeren Ketten als auch die makromolekularen Polymerstränge aufgebaut, was eine sehr hohe Festigkeit entlang der Molekülketten bewirkt. Werden, wie links in Abbildung 5 dargestellt, nur nicht-kovalent miteinander vernetzbare Polymerketten eingesetzt, kann die Festigkeit quer zum Polymerstrang nur durch mechanische Verschlingungen und den Aufbau von niederenergetischen, elektrostatischen Wechselwirkungen erfolgen. Dies führt zu einem thermoplastischen, amorphen Klebstoff, der einen ausgeprägten Glasübergangspunkt, T_G , besitzt. In diesem Temperaturbereich werden die Rotationsfreiheitsgrade der Molekülketten angeregt, was sowohl die mechanische Festigkeit als auch die Steifigkeit des Polymers stark vermindert. Dies tritt bei einem Duromerklebstoff weniger stark ausgeprägt auf. Wie rechts in Abbildung 5 durch die roten Punkte an den Kettenverzweigungen dargestellt, wird bei diesem Klebstofftyp das dreidimensionale Netzwerk weitgehend durch kovalente Bindungen aufgebaut. Daraus ergibt sich auch bei Temperaturen im Bereich des Glaspunktes lediglich eine leichte Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften. Die Strukturintegrität wird dabei aber noch erhalten bleiben.

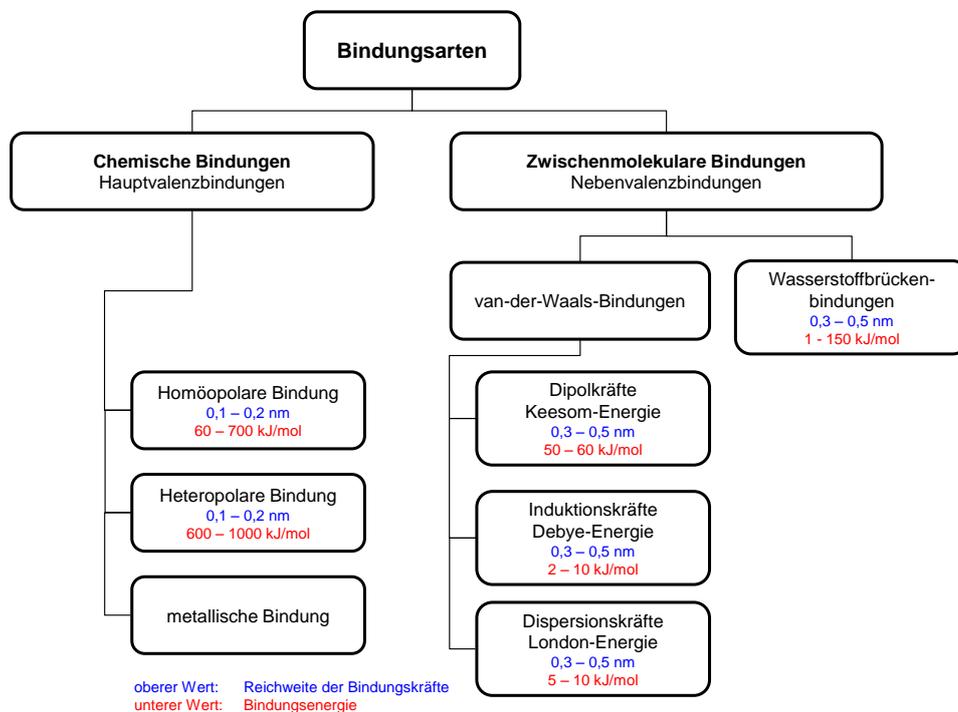


Abbildung 3: Bindungsarten in Klebstoffen nach (Brockmann 2009 ; Habenicht 2009)

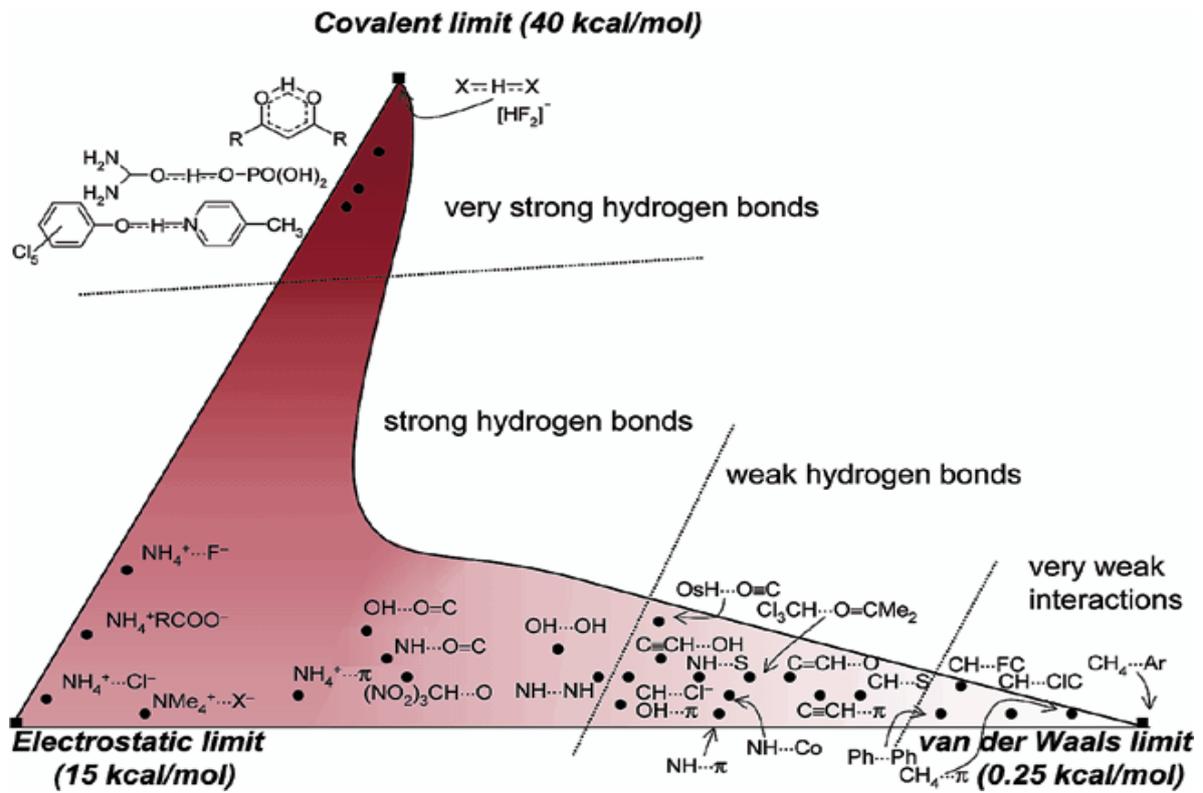


Abbildung 4: Spektrum der Bindungsenergien von Wasserstoffbrückenbindungen in kristallinen Festkörpern (Desiraju 2002)

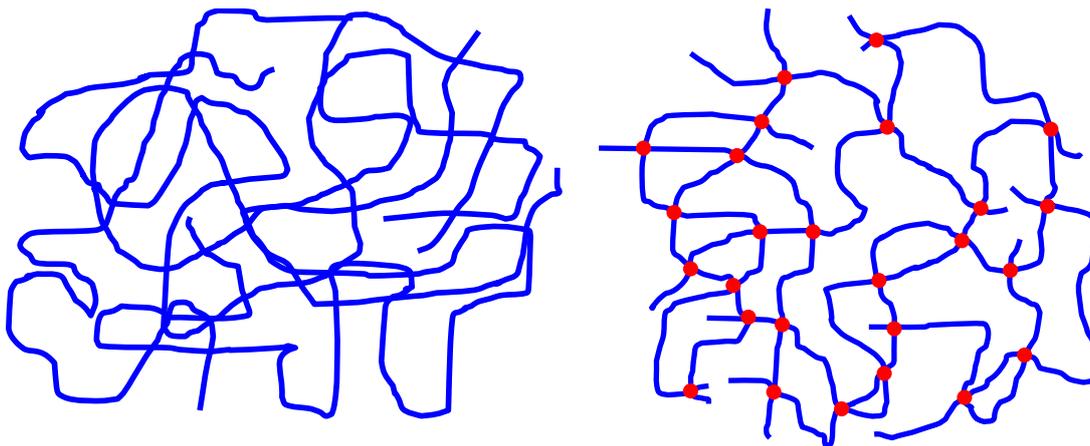


Abbildung 5: Thermoplastischer Klebstoff (links), dessen Polymerstränge nur durch mechanische Verwindungen und niederenergetische Wechselwirkungen aufgebaut sind. Duromer (rechts) mit einem 3-dimensionalen Polymernetzwerk

Die chemische Vernetzung der Klebstoffe kann durch radikalische Kettenreaktion (Polymerisation) Polykondensation oder Polyaddition erfolgen. Bei der Polymerisation wird über ein licht- oder temperaturempfindlichen Startmolekül ein Radikal freigesetzt, welches in einer Kettenreaktion die Präpolymere vernetzt und als ein Reaktionsprodukt ein weiteres Radikal freisetzt, das dann seinerseits weiter reagieren kann. Wenn die Kettenabbruchreaktionen, die zur Vernichtung der Radikale führen, nicht überwiegen, setzt sich diese Reaktion selbstständig bis zum vollständigen Umsatz fort. Bei Polykondensationen reagieren zwei funktionelle Gruppen unter Ausbildung einer kovalenten Bindung und Abspaltung eines kleinen Produktmoleküls miteinander. Bei den weit verbreiteten Veresterungen oder Amidierungen, mit denen z. B. Polycarbonat bzw. Nylon hergestellt werden, erfolgt beim Kettenaufbau die Abspaltung eines Wassermoleküls, welches im gebildeten Kunststoff verbleibt. Dies ist bei der Polyadditionsreaktion nicht der Fall. Hier werden durch Aufbrechen einer Mehrfachbindung oder Lösen eines Ringsystems zwei Eduktmoleküle ohne Nebenprodukte miteinander verbunden (Brückner 1996). Einen umfassenden Überblick über Reaktionsmechanismen, Strukturen und Eigenschaften der einzelnen Klebstoffe liefern (Brockmann 2009 ; Habenicht 2006 , Habenicht 2009).

Zu den Klebstoffen, die durch Polyadditionsreaktionen aufgebaut werden können, gehören auch jene auf Epoxid-Basis, die in dieser Arbeit Verwendung fanden und auf die im nächsten Unterkapitel näher eingegangen wird.

2.1.1. *Kunststoffe und Klebstoffe auf Epoxidbasis*

Kunst- und Klebstoffe auf Epoxidbasis werden über Polyadditionsreaktionen aufgebaut. Wie in Abbildung 6 zu sehen ist, wird dabei im ersten Schritt das sterisch ungehindertere, partiell positiv geladene Kohlenstoffatom des Epoxid-Dreiringssystem durch das freie Valenzelektronenpaar des Amin-Stickstoffs angegriffen und im Zuge der Ausbildung einer kovalenten Kohlenstoff-Stickstoff-Bindung die Elektronen der Kohlenstoff-Sauerstoff-Bindung unter Ringöffnung dem elektronegativeren Sauerstoffatom zugeführt. Über eine nunmehr intramolekulare Protonenwanderung vom positiv geladenen Stickstoff- zum negativ geladenen Sauerstoffatom erfolgt der Ladungsausgleich zum neutralen Produktmolekül.

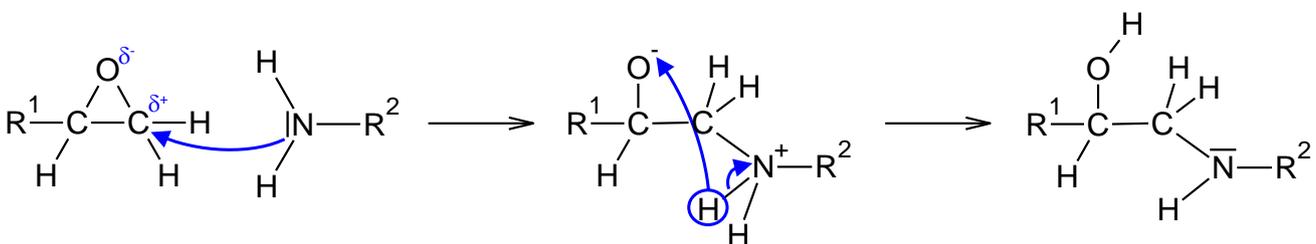


Abbildung 6: Reaktionsmechanismus eines Epoxid-Dreiringssystems mit einer Amin-Verbindung

Über die Reaktivität der beiden beteiligten Gruppen lassen sich sowohl „heißhärtende“, einkomponentige Klebstoffsysteme, als auch kalthärtende, 2k-Epoxidklebstoffe, bei denen die Reaktion direkt nach der Vermischung der beiden Komponenten einsetzt, aufbauen. Heißhärtende Klebstoffsysteme benötigen zur Reaktion zusätzliche Energie, die durch eine Härtung bei Temperaturen über 100°C zur Verfügung gestellt wird. Durch die Verwendung von Monomeren oder Präpolymeren mit mehreren funktionellen Gruppen, wie es bei Polyamin-Derivaten der Fall ist, lassen sich komplexe dreidimensionale Polymernetzwerke mit definierten Eigenschaften z.B. im Hinblick auf Duktilität, Sprödigkeit, Crash-Resistenz, Festigkeit und Ermüdungsverhalten aufbauen. Mit der Nutzung unterschiedlicher Reaktivitäten der eingesetzten funktionellen Gruppen lässt sich außerdem auch noch über die Reaktionstemperatur der Aushärtegrad definieren. Außer Amininen können auch noch Thio-, Hydroxy- und Carboxy-Verbindungen sowie deren Derivate an Epoxidringssysteme addiert werden (May 1988).

2.2. Oberflächen und Eigenschaften

Die Leistungsfähigkeit einer guten Klebverbindung wird einerseits durch das mechanische Verhalten der Fügeteile und des Klebstoffsystems, andererseits aber auch durch die Fähigkeit, eine gute Anbindung zwischen den beiden Materialien zu erreichen, bestimmt. Wie in Abbildung 7 schematisch dargestellt, können sowohl die Materialeigenschaften der Fügeteile als auch die des Klebstoffes selbst im Bereich der Grenzfläche variieren und die sogenannten Inter-Phasen ausbilden. Letztere können z.B. durch Materialdiffusion über die Grenzfläche hinweg oder für das Klebstoffmaterial durch unterschiedliche Vernetzungszustände inhomogene Strukturen ausbilden. Im Bereich dieser Inter-Phasen, die eine Ausdehnung von bis zu 300 µm erreichen können, ergeben sich somit sowohl graduelle Veränderungen der mechanischen Eigenschaften als auch der Duktilität, der Steifigkeit und der Festigkeit (Possart u. a. 1995 ; Possart u. a. 1996 ; Krüger u. a. 2004).

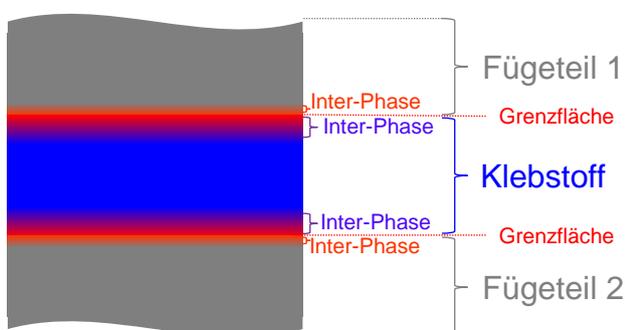


Abbildung 7: Aufbau einer Klebefuge mit den beiden Fügeteilen oben und unten, dem Klebstoffmaterial mit Bulkeigenschaften und den dazwischen liegenden Inter-Phasen, die in der Grenzfläche münden.

Während bei reinen Metallbindungen die Atomrümpfe in einem definierten Kristallgitter angeordnet und die Valenzelektronen dazwischen frei beweglich sind (Holleman u. a. 1995), besitzen amorphe Kunststoffe, zu denen auch die Klebstoffe zu zählen sind, sowohl starke kovalente Bindungen entlang der Polymerketten als auch schwächere nebervalente, elektrostatische Wechselwirkungen zwischen den einzelnen ungeordneten Polymersträngen (Beyer, Walter 1998). Innerhalb der Inter-Phase kann sich das Verhältnis der kovalenten zu nebervalenten Wechselwirkungen verändern. Für die Anbindung eines Klebstoffes auf einer Substratoberfläche stehen sowohl kovalente als auch elektrostatische Wechselwirkungskräfte zur Verfügung. Um diese jedoch effektiv nutzen zu können, müssen zwei grundlegende Voraussetzungen erfüllt sein. Dazu zählen primär der direkte Kontakt des Klebstoffmaterials mit der Oberfläche und die daraus resultierende Fähigkeit, diese auch zu benetzen. Darüber hinaus muss eine ausreichend große Anzahl reaktiver, also zur Ausbildung von bindenden Wechselwirkungen befähigter, funktioneller Gruppen vorhanden sein. Diese Befähigungen werden in der Regel durch verschiedene Methoden der Oberflächenvorbehandlung erreicht. Eine effektive Oberflächenvorbehandlung hat somit eine Steigerung der Festigkeit der Klebung zur Folge (Matting 1969 ; Abel 2006).

2.2.1. Methoden der Oberflächenvorbehandlung

Die älteste aller Oberflächenvorbehandlungsmethoden ist die Reinigung. Hierbei werden auf der Oberfläche befindliche Schmutzpartikel und Verunreinigungen, wie sie z.B. aus dem Produktions- und Verarbeitungsprozess vorhanden sein können, entfernt. Dies kann z. B. durch eine einfache Wischreinigung mit Lösemittel erfolgen. Durch das Lösemittel werden im gleichen Schritt auch fettende oder ölige Substanzen von der Oberfläche gelöst. Eine Entfettung kann auch mittels Dampfbehandlung erfolgen. Hierzu wird das Lösemittel in einer Kammer verdampft und das sich an der Oberfläche des Reinigungsgutes bildende Kondensat entfernt die Verschmutzungen beim Abfließen (Habenicht 2006). Auch Leistungultraschall kann zu Reinigungszwecken eingesetzt werden (Hayek-Boelingen 2004 ; Holtmannspötter, Czarnecki, Gudladt 2010/4). Wie oben angegeben, ist eine Reinigung allein jedoch nicht ausreichend, um eine gut verklebbare Oberfläche zu erhalten. Parallel dazu ist eine Aktivierung der Oberfläche notwendig, für die, abhängig vom jeweiligen Grundmaterial, unterschiedliche Methoden zur Verfügung stehen. Mittels mechanischer Schleifprozesse kann die Oberfläche angeraut und die oberste Materialschicht abgetragen werden. Dabei wird das Grundmaterial mit ggf. vorhandenen, reaktiven Bindungsstellen großflächig freigelegt. Beiz- und Anodisierverfahren hingegen sorgen für einen definierten physiko-chemischen Aufbau von Metalloxiden auf Metalloberflächen. Für Metall- und Kunststoffoberflächen stellt die Plasmaaktivierung ebenfalls ein effektives Werkzeug zur Reinigung und Aktivierung dar. Sie ist in der Lage, organische Verunreinigungen von der Oberfläche zu entfernen und gleichzeitig die Oberflächenatome chemisch zu funktionalisieren, um eine gute Benetzbarkeit zu erreichen sowie reaktive funktionelle Gruppen für eine gute Wechselwirkung mit den Klebstoffmolekülen zur Verfügung zu stellen (Lommatzsch 2005).

Viele Oberflächen lassen sich auch mittels eines Lasers bearbeiten. Dabei wird durch Laserstrahlung in die Substratoberfläche Energie eingekoppelt, in Wärme umgewandelt und dann ein Aufschmelzen der

Oberfläche induziert. Auch mit Energiemengen, die für ein Aufschmelzen noch zu gering sind, wird die Oberfläche schon von organischen Verschmutzungen gereinigt. Dodiuk et al. berichteten 1993 von erfolgreichen Versuchen zur Oberflächenaktivierung von Aluminiumsubstrat vor der Verklebung. Gegenüber unaktiviert verklebten Oberflächen konnten sie eine Steigerung der Zug-Scherfestigkeit um den Faktor 6-7 erreichen und auch im Vergleich zu chromsäure-anodisierten Proben erzielten sie noch Verbesserungen von 40 % (Dodiuk u. a. 1993). 1994 publizierten Mueller et al. Verbesserungen in der Haftung von Polymeren auf Titanoberflächen nach Behandlung mit einem CO₂-Laser. Dabei zeigte sich, dass auch die Prozessgaszusammensetzung die Festigkeit beeinflusst. Während unter reiner Sauerstoff- bzw. Heliumatmosphäre eine Erhöhung der Scherfestigkeit um ca. 40 % bzw. 20 % gegenüber der Laserbearbeitung unter Luftumgebung erreicht wurde, verminderte sich die Scherfestigkeit unter Stickstoffatmosphäre auf ein Drittel. Diese Festigkeitsveränderungen führten sie auf die atmosphärenbedingte Bildung nicht-stöchiometrischer Titanoxide zurück, die eine bessere Anbindung des Polymers an die Fügeoberfläche erlauben (Mueller u. a. 1994). Gendler et al. behandelten mit einem UV-Laser anodisierte Aluminiumoberflächen und charakterisierten diese im Rasterelektronenmikroskop (REM) sowie mit fourier-transformierter Infrarotspektroskopie (FT-IR) und Röntgendiffraktometrie (XRD). In den REM-Aufnahmen zeigten sich Morphologieänderungen der Oberfläche. Mittels der FT-IR-Spektren konnte mit zunehmender Laserleistung eine signifikante Abnahme der Böhmit-Peaks sowie eine Verringerung des Wasser-Peaks detektiert werden. Im Röntgendiffraktogramm zeigte sich eine Abnahme des amorphen Aluminiumoxids und eine Zunahme der kristallinen δ - und γ -Aluminiumoxide. Die so vorbehandelten Oberflächen erreichten nach Verklebung eine Verdoppelung der Zug-Scherfestigkeit (Gendler u. a. 1994). Critchlow et al. konnten die Zug-Scherfestigkeit von Klebverbindungen mit Aluminium- und Stahlfügebauteilen durch CO₂-Laserbehandlung signifikant steigern (Critchlow u. a. 1995 , Critchlow u. a. 1997). Gadag und Srinivasan erreichten durch Nd:YAG- und CO₂-Laserbehandlung von Eisenoberflächen eine Verbesserung der Abriebs- und Korrosionseigenschaften (Gadag 1996). Lafarque et al. nutzten den Laserablationsprozess zur Entfernung von Carbonaten und losen Eisenrückständen auf Stahl (Lafarque 1998). Jahani et al. konnten hingegen nach der Excimer-Laserbehandlung von verzinkten Stählen zwar eine Zunahme der Rauigkeiten, jedoch keine Verbesserung der mechanischen Festigkeiten feststellen (Jahani 1998). Krashennikov et al. schmolzen mit Laserenergie pulverisierten Schnelldrehstahl des Typs R6M5 auf die Oberfläche eines niedrig-legierten Maschinenstahls auf, um die Oberflächenhärte zu erhöhen (Krashennikov 1998) und Jervis et al. erreichten durch Legieren von Werkzeugstahl mit Titan mittels Laserbehandlung eine erhöhte Abriebfestigkeit (Jervis 1997). Lawrence und Li zeigten durch Kontaktwinkelmessungen mit verschiedenen Flüssigkeiten, dass die Benetzbarkeit einer Stahloberfläche durch Laserbehandlung verändert werden kann. Dabei hängt es von der Art des verwendeten Lasertyps ab, ob die Benetzbarkeit zu- oder abnimmt. Ebenso treten Änderungen sowohl im dispersen als auch im polaren Anteil der Oberflächenenergie auf (Lawrence 1999a , Lawrence 1999b , Lawrence 2000). Rechner et al. erreichten mittels Nd:YAG-Laser-Behandlung eine Reinigung ihrer Aluminiumoberfläche von Kohlenstoffverbindungen sowie eine Anreicherung von Sauerstoff im Bereich bis 5 nm unter die Oberfläche. Bei den Ergebnissen von Zug-Scherversuchen verklebter Proben liegen die Werte der Proben mit gelaserten Oberflächen sowohl über denen der Referenzproben als auch über jenen der plasmabehandelten Proben. Dies trifft sogar für Proben, die

vor dem Zugversuch für 2000 Stunden einer korrosiven Atmosphäre ausgesetzt waren, zu (Jansen, Rechner 2008 ; Rechner, Jansen, Beyer 2010).

Neben den Versuchen zur Laseraktivierung, Laserreinigung und dem Laserlegieren von Oberflächen bei Metallen, wurden auch Untersuchungen zum Lasereinsatz an Kunststoffen durchgeführt. Hier ist jedoch grundlegend zu beachten, dass die meisten Kunststoffe für die Laserstrahlung durchlässig sind und somit die Energie nicht in die reine Polymermatrix eingekoppelt werden kann. Wenn jedoch Partikel oder Fasern in der Matrix vorhanden waren, konnte die Laserenergie von diesen Materialien absorbiert werden. Dies kann zu einer Veränderung der Oberfläche z.B. durch Abtrag der obersten Matrixschicht mit einer Festigkeitssteigerung des geklebten Faser-Matrix-Verbundsystems führen, was sich in höheren Bruchlasten oder sogar einem Wechsel des Versagensmechanismus von einem adhäsiven zu einem kohäsiven Bruchbild äußert (Rotel 1995 ; Hartwig u. a. 1996 ; Hartwig 1997 ; Rotel 2000 ; Rhee 2003 ; Benard 2006). Andere Untersuchungen zeigten jedoch, dass der Eintrag der Energie in Fasermaterial von Faserverbundkunststoffen die Faser-Matrix-Anbindung signifikant schwächt und interlaminare Schädigung auftritt (Sigwarth 2009).

Zur Reinigung und Aktivierung von Metalloberflächen scheint mit der Lasertechnologie ein effizientes und vielseitiges Werkzeug zur Verfügung zu stehen. Die mit diesem Verfahren erzeugten Oberflächen sind offenbar in der Lage, die Festigkeit dieser Klebverbindungen auf das Niveau etablierter Oberflächenbehandlungsmethoden, wie z.B. Strahlprozesse oder Anodisierung, zu heben oder dieses sogar noch zu übertreffen. Die durch eine Laservorbehandlung der Fügeflächen erreichten Eigenschaftsverbesserungen zeigen sich ebenso in den Festigkeitswerten nach dem Einwirken von Umwelteinflüssen auf die Fügeverbindung.

2.3. Auslegung von Klebverbindungen

Im Rahmen der betriebsbedingten Auslegung struktureller Bauteile wird immer ein definiertes Lastspektrum zugrunde gelegt. Dieses kann sich von einachsiger, statischer Belastung bis hin zu mehrachsigen Belastungen unter mehrstufiger Beanspruchung erstrecken. Für die Konstruktion großer Maschinen und Fahrzeuge gewann die Kenntnis von Materialeigenschaften einzelner Werkstoffkomponenten immer mehr an Bedeutung. Zu Beginn der Industrialisierung wurde für die Auslegung von Strukturbauteilen und Gesamtstrukturen auf Erfahrungswerte und ggf. auf Versuchsergebnisse zur statischen Festigkeit der verwendeten Materialien, wie z.B. Stahl oder Holz, zurückgegriffen. Wöhler erkannte jedoch Mitte des 19. Jahrhunderts, dass sich Bauteile unter statischer Beanspruchung anders verhalten als unter periodisch wiederkehrender Belastung und stellte einen Zusammenhang zwischen dem Belastungsniveau und der Lebensdauer von Eisenbahnachsen sowie von weiteren Bauteilen aus Eisen, Stahl und Kupfer dar (Wöhler 1863 , Wöhler 1866 , Wöhler 1870). Basquin formulierte 1910 den mathematischen Zusammenhang der Ermüdungsfestigkeit eines Bauteils und der äußeren Belastung in der Form

$$\sigma_a = \sigma_f' \cdot (2N_f)^{n_{Bas}} \quad (1)$$

mit σ_a als Spannungsamplitude, der Bruchlastschwingspielzahl N_f , dem Basquin-Exponenten n_{Bas} sowie σ_f' als Koeffizient der Ermüdungsfestigkeit (Basquin 1910).

Diese Untersuchungen wurden anfangs jedoch immer nur an einfachen Bauteilen mit makroskopisch homogenem Materialgefüge durchgeführt. Anspruchsvollere Konstruktionen lassen sich aber meist nicht ohne die Verwendung von Füge-Techniken wie Nieten, Bolzen, Schrauben oder Schweißen realisieren. Die so gefügten Strukturen unterscheiden sich jedoch in ihrem Festigkeits- und Ermüdungsverhalten von Bauteilen, die aus „einem Guss“ hergestellt wurden. Erste Spannungsberechnungen für Fügeverbindungen gehen auf die Arbeiten von Volkersen zurück, der 1938 die Schubspannungsverteilung von gelaschten Nietverbindungen unter Zugbeanspruchung aus einfachen Materialkennwerten ermittelte (Volkersen 1938). Wenige Jahre später erweiterte er seine Theorie auf gebolzte und verleimte Strukturen. Durch seine Annahme der elastischen Füge-Teil-Dehnung erhielt er einen wannenförmigen Verlauf der Spannung innerhalb des Fügungsbereichs mit Spannungsspitzen an beiden Überlappenden (Volkersen 1953a, Volkersen 1953b, Volkersen 1953c). Goland und Reissner erweiterten 1944 Volkersen's ersten Ansatz, um den Anteil der Biegemomente. Wegen der nicht zentrischen Krafteinleitung in die einfach überlappte Probengeometrie, treten Biegemomente und somit zusätzliche Spannungskomponenten senkrecht zur Klebefuge auf (Goland, Reissner 1944). Anfang der 1970er Jahre untersuchte Hart-Smith im Auftrag der NASA einfach und doppelt überlappte Klebverbindungen und implementierte einen zusätzlichen Term zur Berücksichtigung plastischen Materialverhaltens (Hart-Smith 1973a, Hart-Smith 1973b). Zu Beginn des 21. Jahrhunderts publizierten Luo und Tong einen analytischen Ansatz mit Berücksichtigung nicht-linearer Effekte zur Beschreibung von geklebten Kompositstrukturen (Lou, Tong 2007; Luo, Tong 2008).

Parallel zu diesem speziellen Gesichtspunkt der Spannungsanalyse in Klebverbindungen entwickelte sich in der zweiten Hälfte des 20. Jahrhunderts im Bereich der Kontinuumsmechanik auch die allgemeine Beschreibung von Bauteilverhalten durch entsprechende Differentialgleichungen mit materialspezifischen Parametern. Ausgehend von elastischen Stabmodellen und Matrizenformulierungen für Kraft- und Verschiebungsgrößen etablierte sich in den 1960er Jahren mit der aufkommenden Computertechnik die Methode der finiten Elemente (FEM). Hierbei wird das Bauteil als ein Kontinuum beschrieben, welches aus Teilelementen besteht, die jeweils durch einen materialbeschreibenden, mathematischen Ansatz charakterisiert werden. In diesem mathematischen Ansatz werden die äußeren Kräfte F_i über die Steifigkeit k_{ij} mit der Verschiebung u_i linear verknüpft:

$$F_i = \sum_{j=1}^n k_{ij} \cdot u_j \quad (2)$$

Über eine Matrizenformulierung lässt sich der Zusammenhang von Knotenkräften F_n und Knotenverschiebungen beschreiben:

$$\begin{bmatrix} F_1 \\ F_2 \\ \vdots \\ F_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} k_{11} & k_{12} & \cdots & k_{1n} \\ k_{21} & k_{22} & \cdots & k_{2n} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ k_{n1} & k_{n2} & \cdots & k_{nn} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \\ \vdots \\ u_n \end{bmatrix} \quad (3)$$

Durch die Berücksichtigung aller benötigten Gleichungen und die Festlegung von notwendigen Randbedingungen lassen sich die Systembeziehungen entwickeln und ein allgemeiner Systemzusammenhang der Form

$$\underline{P} = \underline{K} \cdot \underline{U} \quad (4)$$

mit \underline{P} als Gesamtkraftvektor, \underline{U} als Gesamtverschiebungsvektor sowie \underline{K} als Systemsteifigkeitsmatrix formulieren. Mit der Unterdrückung von Starrkörperbewegungen, der Einführung von Randbedingungen und der Partitionierung des Gesamtsystems in je ein Teilsystem für die unbekannte Verschiebung \underline{U} und für die unbekannte Kraft \underline{F} lässt sich das Gleichungssystem lösen und die Schnittgrößen S_{ij} der Elementknoten und die Spannungen in den Elementen $\underline{\sigma}$ bestimmen. Somit können über die aus äußeren Kräften bedingten Verschiebungen die resultierenden lokalen Spannungen im Bauteil berechnet und durch Verwendung passender Parameter die Modelle an das Bauteilverhalten angepasst werden. Durch ihre einfache Handhabung und die immer leistungsfähigeren Computer, stellt die FEM in Verbindung mit dem Computer Aided Design (CAD) einen wichtigen Baustein der Konstruktion dar. Diese auf der Kontinuumsmechanik beruhende Technik beschreibt makroskopische Eigenschaften und geht dabei von einem einheitlichen Materialaufbau und einem linear-elastischen Verhalten aus (Klein 2003 ; Salençon, Lyle 2001).

Klebverbindungen stellen allerdings eine besondere Herausforderung an die kontinuumsmechanischen Ansätze der FEM dar. Sie besitzen nur geringe Ausdehnungen von einigen 100 μm . Bei großen Bauteilen werden daher viele kleine Gitterelemente benötigt. Des Weiteren bilden sich, wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, Grenzflächen und Inter-Phasen mit variierenden Eigenschaften aus, deren Berücksichtigung in der FEM derzeit nicht möglich ist. Aus diesem Grund werden Klebverbindungen oftmals durch Kohäsivzonenelemente ersetzt, die die makroskopische Festigkeit der Klebung als Ganzes repräsentieren (Dugdale 1960 ; Barenblatt 1962 ; Feucht 27.02.2013). Des Weiteren befindet sich der Temperatureinsatzbereich von Klebverbindungen meist in der Nähe der Glasübergangstemperatur (T_G), was für exakte Simulationen die Berücksichtigung des visko-elastischen und ggf. auch des plastischen Anteils des Materialverhaltens notwendig macht.

Während der letzten 20 Jahre gab es eine Vielzahl von Ansätzen auf Basis kontinuumsmechanischer Grundlagen zur Lösung der Problemstellung „Festigkeit von Klebverbindung“. Hierbei griffen die Autoren auf verschiedene Probengeometrien zurück. Häufig genutzt wurden einfach bzw. doppelt überlappte Zug-Scher-Proben (SLS bzw. DLS) sowie verklebte Balkenelemente für Biegebeanspruchungen (Single Cantilever Beam, SLB) und Modus I-Belastungen (Double Cantilever Beam, DCB). 1994 verglichen Tsai und Morton Scher- und Schälspannungen experimenteller Daten von SLS-Proben mit Berechnungen mittels nichtlinearem finite Elemente-Modell sowie der Spannungsverteilung nach Goland und Reissner. Dabei stellten sie fest, dass die experimentell

bestimmten Spannungsspitzen im Anfangs- und Endbereich der Klebung kleiner waren als die berechneten, was sie auf eine Spannungsumlagerung durch plastische Verformung zurück führten (Tsai, Morton 1995). Crocombe et al. stellte 1995 einen Ansatz zur Bestimmung der Festigkeit rissfreier und geschädigter Klebungen vor. Sie führten dazu Versuche sowohl an geklebten Verbunden als auch an Klebstoffmaterial unter verschiedenen Belastungsmodi durch und verglichen diese mit Ergebnissen sowohl aus der elastischen als auch der elasto-plastischen Finite Elemente Analyse (Crocombe 1995). Tong publizierte ein Klebungsmodell, aus dem die Scher- wie auch die Schälanteile an der Gesamtspannung bestimmt und die Verbundfestigkeit vorhergesagt werden kann (Tong 1996 , Tong 1998). 2007 erweiterte er sein Modell um die Berücksichtigung starker Fügeiteilverformungen und Schälkräfte im Klebstoff (Lou, Tong 2007 ; Luo, Tong 2008). Pradhan et al. stellten auf Grund ihrer Ergebnisse fest, dass die Notwendigkeit bestand, das elastische und das visko-plastische Verhalten der Proben berücksichtigen zu müssen (Pradhan 1997). Her stellte 1999 ein einfaches, auf den Arbeiten von Tong beruhendes, Modell zur Berechnung der Scher- und Normalspannungen in SLS- und DLS-Probengeometrien vor, das auch den Einfluss unterschiedlicher Fügeiteileigenschaften, wie Dicke und Steifigkeit, sowie unterschiedlicher Klebfugendicken berücksichtigt (Her 1999). Eine rechenzeit-ökonomische Alternative zur finiten Elementanalyse und zur Balkentheorie, die jedoch im Bereich der Spannungsspitzen von den Ergebnissen der beiden etablierten Methoden zu erhöhten Werten hin abweicht, stellte Nahas 2002 vor (Nahas 2002).

Wahab et al. und Hadavinia et al. nutzten 2003 einen kontinuumsmechanischen Ansatz und koppelten ihn mit Schädigungsfortschritt, um die Versagenslebensdauer unter anderem von DLS-Proben mit uni- und multidirektional verstärkten Fügeiteilen zu bestimmen (Wahab 2003 ; Hadavinia 2003). Magalhaes et al. bestimmten die Scher- und Schälbelastungen in verschiedenen Bereichen von verklebten glas- bzw. kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffverbunden (GFK bzw. CFK). Erwartungsgemäß zeigten die Proben der steiferen Fügeiteile (CFK) um ca. 20% geringere Spannungsspitzen sowohl im Scher- als auch im Schälmodus (Magalhaes, Moura, Goncalves 2005). 2006 konnten Kilic et al. bei ihren Untersuchungen an SLS-Proben einen positiven Einfluss von nicht entferntem Klebstoff am Fügeiteilende auf die Versagenkraft und die Spannungsgradienten belegen (Kilic 2006). Carlberger und Stigh stellten 2007 ein FE-Modell mit integriertem Schädigungsmechanismus zur Bestimmung des Verhaltens einer Klebschicht unter hochdynamischer Belastung vor (Carlberger, Stigh 2007). Durch eine Erweiterung auf einen drei-parametrischen elastischen Ansatz erreichten Wang und Zhang 2009 eine Verbesserung der Beschreibung des Verhaltens von Klebverbindungen (Wang, Zhang 2009b). Sauer und Wiggers berücksichtigten im Rahmen ihres Ansatzes der nicht-linearen Kontinuumsmechanik molekulare Wechselwirkungspotentiale zur Beschreibung von van-derWaals-Wechselwirkungen deformierbarer Strukturen an Grenzflächen, wie sie auch bei der Haftung von Gecko-Fußsohlen auftreten (Sauer, Wiggers 2009). Jen und Ko führten 2010 Parameter zur Beschreibung des Versagensverhaltens von Grenzflächen ein und versuchten so das kohäsive bzw. adhäsive Versagen der Klebung zu beschreiben (Jen, Ko 2010). Graner Solana et al. versuchten mit einem elasto-plastischen Ansatz das Dehnungs- bzw. das Ermüdungsverhalten von SLS-Proben zu beschreiben, indem sie eine schädigungsabhängige Veränderung der Klebstoffeigenschaften und einen zyklusabhängigen Rissfortschritt implementierten (Graner Solana, Crocombe, Ashcroft 2010). Khoramishad et al. passten ihr numerisches Modell zur Anriss- und Rissfortschrittslebensdauer durch

die Wahl physikalisch sinnvoller Kohäsivzonenparameter, die sie aus statischen Versuchen erhielten, an ihre experimentell ermittelten Lebensdauern an. Zusätzlich berücksichtigten sie durch weitere Parameter die belastungsabhängige Veränderung der Klebstoffeigenschaften (Khoramishad u. a. 2010a, Khoramishad u. a. 2010b ; Shenoy u. a. 2010b , Shenoy u. a. 2010a).

In der oben aufgeführten Zusammenstellung der finiten Element-Analyse (FEA) auf kontinuumsmechanischer Basis zeigt sich, dass diese das Verhalten von Klebverbindungen in Bezug auf die auftretenden Dehnungen und den daraus resultierenden Spannungen gut beschreiben können. Im Bereich der Vorhersage von Festigkeitseigenschaften jedoch zeigen die Modelle für statische Beanspruchung Schwächen. Diese beruhen auf der Betrachtung des Klebstoffs und der Füge-teile als Kontinuum mit homogenen Eigenschaften. Die Mikrostruktur der Klebung, die auf der Problematik der Grenzflächenfestigkeit und der der Inter-Phasen beruht, wurde bei keinem der Modelle ausreichend berücksichtigt. Während diese Problematik für genietete Strukturen keine und für Schweißverbindungen nur eine untergeordnete Stellung in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit oder Steifigkeit einnimmt (Felsner 2012), besitzt sie für Klebverbindungen eine signifikante Relevanz. Deshalb ist es notwendig, der Klebung sowohl graduelle kohäsive als auch adhäsive Festigkeitseigenschaften bzw. wenn der Klebstoff nur als ein Kohäsivzonenelement betrachtet wird, eine Gesamtfestigkeit zuzuweisen.

In einem 1989 erschienenen Übersichtsartikel zur Festigkeitsvorhersage geklebter Verbindungen wurde die FEM unter Berücksichtigung von nicht-linearem Materialverhalten als ausreichend für die Auslegung von Klebverbindungen angesehen, während bruchmechanischen Ansätze als rein intellektuelle Standpunkte eingestuft wurden (Adams 1989). Wenn für die FEM ein homogener Materialaufbau und genau definierte, einheitliche mechanische Eigenschaften der Kunst- und Klebstoffe sowie der Grenzflächen und Inter-Phasen vorausgesetzt werden, wie dies z.B. bei der Anwendung von Kohäsivzonenelementen genutzt wird, ist diese Methode zur Lösung der Festigkeitsprobleme in Klebungen vielseitig einsetzbar. Sowohl bei Berücksichtigung graduell veränderlicher Eigenschaften innerhalb einer Klebung als auch zur Beschreibung von imperfekten Klebverbindungen, die ggf. schon rissbehaftet sind, stößt die Kontinuumsmechanik an ihre Grenzen. Diese Grenzen können durch die Implementierung mathematischer Ansätze zur Beschreibung von Anriss- sowie Rissfortschrittsphasen in die FEM erweitert werden. Jedoch besitzen diese Ansätze nur die Fähigkeit, makroskopische Effekte zu beschreiben, ohne auf Basis eines mikromechanischen Materialverhaltens Vorhersagen zu Anrissbildung, Rissfortschritt oder Streuung von realen Messwerten zu erklären.

Diese Möglichkeiten sind aber über einen bruchmechanischen Ansatz gegeben. Dieser wurde in den 1920er Jahren entwickelt. Es wird davon ausgegangen, dass mechanisch beanspruchte Bauteile Risse beinhalten, die sich ausbreiten können. Ein sich ausbreitender Riss wird dabei Energie freisetzen. Die daraus resultierende Energiefreisetzungsrate G ist über die Gleichung

$$G \sim \frac{a \cdot \sigma^2 \cdot \pi}{E} \quad (5)$$

mit der Risslänge a , der Spannung σ sowie dem E -Modul des Materials verknüpft. Wird eine bestimmte kritische Energie G_c überschritten, erfolgt ein instabiles Risswachstum, das zum finalen Materialversagen führt. G_c ist dabei eine materialspezifische Größe (Griffith 1920).

Während des zweiten Weltkriegs traten an ca. 20 % der amerikanischen, kanadischen und englischen Schiffe der Liberty-Klasse Sprödbrüche auf, die teilweise zum kompletten Auseinanderbrechen der Struktur führten. Dieses Rissverhalten ließ sich nicht mit einem rissfreien Bauteil erklären. Auch mit der klassischen Festigkeitslehre der Elastizitätstheorie war es nicht möglich, die Spannungszustände an der Rissspitze eines belasteten Bauteils richtig zu beschreiben. Durch Modifikation des Sprödbruchkriteriums nach Griffith führte Irwin in der Folgezeit einen Spannungsintensitätsfaktor K ein, der mit G folgendermaßen verknüpft ist

$$G = \frac{K^2}{E} \tag{6}$$

Über die Beziehung

$$G_c = \frac{K_c^2}{E} \tag{7}$$

konnte er einen kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_c mit $K \leq K_c$ definieren (Irwin 1957).

Der Spannungsintensitätsfaktor K kann allgemein über

$$\frac{\pi \cdot a \cdot \sigma^2}{E} = \frac{K_c^2}{E} \tag{8}$$

definiert werden. Aus der *Airyshen* Spannungsfunktion als auch aus dem Näherungsausdruck der *Sneddon*-Gleichung ergibt sich für eine Risserweiterung, ein Spannungsintensitätsfaktor K , der mit einem Geometriefaktor $f\left(\frac{a}{w}\right)$ für die endliche Probenausdehnung versehen werden muss:

$$K_I = \sigma \sqrt{a\pi} * f\left(\frac{a}{w}\right) \tag{9}$$

Dabei beschreibt a die Risslänge und w die Probenbreite. Für die Spannungsverteilung an der Rissspitze ergibt sich

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi a}} * f_{ij}(\theta) \tag{10}$$

wobei $f_{ij}(\theta)$ die Winkelfunktion darstellt, die die Spannungsverteilung $\sigma_{ij}(\theta)$ um die Rissspitze beschreibt. Für ein vorgegebenes Θ gilt:

$$\sigma(a) \sim \frac{1}{\sqrt{a}} \tag{11}$$

Man erhält also eine Singularität an der Rissspitze für $a \rightarrow 0$. Jedoch kann streng genommen ein kritischer Wert σ_c nicht überschritten werden. Bei duktilen Werkstoffen, wie z.B. Metallen ist dies die sogenannte Streckgrenze σ_{ys} . Erreicht die Spannung an der Rissspitze $\sigma(r)$ diesen Wert, wird über einen Plastifizierungsprozess eine Abstumpfung der Rissspitze und somit eine Spannungsreduzierung

erreicht. Gleichung 10 gilt also für den Fall, dass sich r an r_{crit} annähert, wobei die kritische Spannung $\sigma(r_{crit})$ der Dehngrenze σ_{ys} entspricht. Für den Fall $r > r_{crit}$ kann aber die linear-elastische

Bruchmechanik (LEBM) verwendet werden, deren Basis damit gelegt war (Irwin 1957). Für Bauteile, die schwingend beansprucht wurden, fanden Paris et al. heraus, dass die Rissgeschwindigkeit $\frac{da}{dN}$ von K abhängt. Es ergab sich ein Zusammenhang der Form

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \left(\frac{K^2}{E}\right)^b = C \cdot G^b \quad (12)$$

Die allgemeine Form der Paris-Gleichung ergibt sich dann zu

$$\frac{da}{dN} = \tilde{C} \cdot \Delta K^m \quad (13)$$

In einer doppeltlogarithmischen Auftragung der Rissgeschwindigkeit als Funktion des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors ergibt sich somit ein linearer Zusammenhang (Paris, Gomez, Anderson 1961 ; Paris, Erdogan 1963).

Bei mehrachsigen Spannungszuständen müssen neben dem Modus I (reine Zugbelastung) auch noch die in Abbildung 8 dargestellten Mode II und III berücksichtigt werden. Diese können über die Summation von G_i berücksichtigt werden.

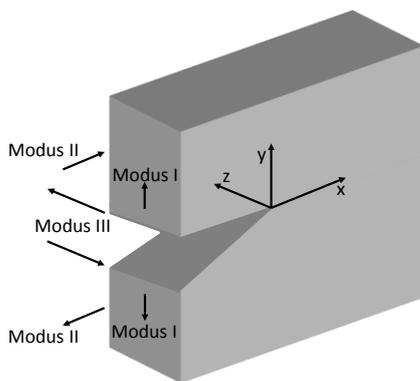


Abbildung 8: Darstellung der drei Grundbelastungsarten;
Normal-, Zugbeanspruchung: Modus I
Längsschub-, Längsscherbeanspruchung: Modus II
Querschub-, Querscherbeanspruchung: Modus III
nach (Schwalbe 1980)

Während die bruchmechanischen Ansätze zur Beschreibung des Rissausbreitungsverhaltens in metallischen Bauteilen im Schiffsbau und auch im Luftfahrtbereich überlebensnotwendig und etabliert sind (British Standards Institution 1991 ; British Standards Institution 1997 ; British Standards Institution 2002 ; American Society for Testing and Materials 2011 ; American Society for Testing and Materials 2013 ; International Organization for Standardization 2002 ; International Organization for Standardization 2010 ; Heckel 1991), fanden sie bei der Bewertung von Kunststoffen und Klebstoffen nur eine geringe Verbreitung. 1970 nutzte Williams ein Griffith-analoges Ansatz unter Berücksichtigung einer Defektgröße zur kontinuumsmechanischen Beschreibung des Versagens von Klebverbindungen und zur Berechnung einer kritischen Energiemenge zur Rissausbreitung (Williams 1969 , Williams 1970). Devries et al. konnten 1986 die Rissentstehung und –ausbreitung sowie die Energiefreisetzungsraten im Modus I quantifizieren (Devries, Gramoll, Andersen 1986). 1991 korrelierte Schmueser bei CLS-Proben den Rissfortschritt pro Zyklus mit der Energiefreisetzungsrate (SCHMUESER 1991). Fraisee nutzte das in den 1960er Jahren von Rice und Cherepanov etablierte J -Integral als Maß für das Reißverhalten (Fraisee 1993). Kinloch et al. stellten 1993 bei statischen Versuchen einen von der Anfangsrisslänge unabhängigen G_c -Wert im Bereich von 3 kJ/m² fest und konnten bei DCB-Tests wie schon Paris 1961 drei verschiedene Bereiche der Rissverlängerung pro

Zyklus (beschleunigt / gleichförmig / beschleunigt) unterscheiden. Im Verlauf des Risswachstums erfolgt erwartungsgemäß ein Anstieg des G_{max} -Wertes (Kinloch 1993 ; Jethwa, Kinloch 1997). Lim et al. bestimmten 1994 die Bruchzähigkeit von zwei geklebten Balkenelementen bei unterschiedlichen Belastungsmodi. Sie berichteten, dass die ermittelte kritische Risserweiterungskraft G_c für Modus I-Belastungen am kleinsten und für Modus II-Belastungen am größten ist. Der Unterschied zwischen G_{Ic} und G_{IIc} liegt in Abhängigkeit vom verwendeten Klebstoffsystem im Bereich von Faktor 2 bis 13, während die Differenzen zwischen G_{Ic} und G_{IIc} bei Faktor 6 bis 55 liegen (Lim, Hatano, Mizumachi 1994 ; Lim, Mizumachi 1995). Kendall stellte 1994 eine Gleichgewichtsbeziehung zwischen dem Quotient von Adhäsionskraft und der Breite der Rissfront mit der Adhäsionsarbeit an der Grenzfläche und dem Quotient des Speichermoduls nach und vor dem Rissdurchgang auf (Kendall 1994). Arnott und Kindermann nutzten 1995 DCB-Tests mit definierter Dehnrates zur Bestimmung von G_I und G_{Ic} -Werten. Diese Methode wendeten sie auch für durch Umwelteinflüsse geschädigte Klebungen an (Arnott 1995). Rakestraw et al. und Plausinis et al. führten 1995 Messungen zu Rissausbreitung an DCB- bzw. Keiltest-Proben durch und bestimmten Rissausbreitungsgeschwindigkeiten bei variierenden Dehnrates bzw. Versuchstemperaturen (Rakestraw 1995 ; Plausinis 1995). Xu et al. postulierten 1996, dass die Ermüdungsrissausbreitung auf dem Zusammenwachsen mit dem Hauptriss beruht und die Rissausbreitungsgeschwindigkeit bei mit Kautschukpartikeln ertüchtigten Klebstoffen mit fallender Belastungsfrequenz ($20 \text{ Hz} > f > 0,02 \text{ Hz}$) ansteigt (Xu 1996). Aglan und Abdo bestimmten die durch die Rissausbreitung geleistete Arbeit durch Messungen der Änderung der Fläche über den zyklischen Hysteresekurven und bestimmten die kritische Energiefreisetzungsrates zu 600 J/m^2 (Aglan 1996). Kaito und Fujii stellten 1998 ein Modell einer Klebstoffschicht mit plastischer Deformation an der Riss Spitze und anschließenden Rissfortschritt durch die plastische Zone hindurch vor. Dabei ist die Größe des fraktalen Bereichs unabhängig von der Dehnrates, sie wird jedoch durch eine Zugabe von Kautschukfüllmaterial verkleinert (Naito 1998). Nairn führte 2000 DCB-Tests an 8-lagigen Laminatbalken mit unterschiedlicher Laminatanordnung durch. Hierbei zeigten sich je nach Lagenaufbau Abweichungen der G_{Ic} -Werte von -55% bis $+76 \%$ im Vergleich zu dem Referenzsystem mit einer $[90_8]$ -Lagenanordnung (Nairn 2000). Buehler et al. zeigten, dass Defekte im Nanometermaßstab bruchmechanisch unwirksam sind (Buehler 2003 , Buehler 2006). Weitere kritische Energiefreisetzungsrates G_c bei Rissausbreitung in Klebschichten bestimmten u.a. Edde, Shahin und Wang (Edde 1995 ; Shahin, Taheri 2008 ; Wang, Zhang 2009a).

Mit den Ansätzen der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) lässt sich das Entstehungs- und Ausbreitungsverhalten von Rissen in Bauteilen erklären und auch auf materialphysikalischer Grundlage verstehen. Des Weiteren ist es möglich, die Spannungsverteilung im Bereich der Riss Spitze richtig darzustellen und die bei der Rissausbreitung freigesetzten Energien zu berechnen. Die Energie, die aufgebracht werden muss, damit ein Riss sich weiter ausbreiten kann, besteht aus:

$$2\alpha\gamma_s + U_{plast} + U_{kin} + U_{therm} \tag{14}$$

Während für Metalle die Rissfortschrittsenergie überwiegend durch den plastischen Energieanteil (U_{plast}) bestimmt wird, müssen für Kunststoffe alle anderen Anteile (U_{kin} , U_{therm}) mit berücksichtigt

werden, da sie im gleichen Größenordnungsbereich anzusiedeln sind. Dabei repräsentiert U_{kin} den aufzubringenden kinetischen und U_{therm} den thermischen Energieanteil.

In der Fähigkeit, das Verhalten von rissbehafteten Bauteilen richtig zu beschreiben und vorherzusagen, liegen die Stärken der Bruchmechanik. Viele kontinuumsmechanische Ansätze geraten genau dort an ihre Grenzen, wo Defekte, Ungängen oder auch nur inhomogene Materialeigenschaften auftreten und ihr Einfluss bewertet werden muss. Hier kann nun ein Schädigungskonzept, das auf der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) aufbaut, helfen. Die Annahme, dass die Effektivität der Defektverteilung in einem Material dessen mechanische Eigenschaften bedingt, lässt Bewertungen der kohäsiven und adhäsiven Festigkeiten auch auf statistischer Grundlage zu. Mit der Annahme einer Defektverteilung lässt sich somit auch die Streuung experimenteller Ergebnisse erklären, da die Defekte unterschiedlicher Proben auch einer verschiedenen Verteilung unterliegen können. Nur für Bauteile mit bruchmechanisch nicht wirksamen Defekten kann das mechanische Verhalten des Bauteils mit der Kontinuumsmechanik beschrieben werden.

Im Rahmen dieser Arbeit sollen nun auf Grundlage experimenteller Untersuchungen an Klebstoffen die Grenzen der Gültigkeit sowohl von kontinuumsmechanischen als auch von bruchmechanischen Ansätzen bestimmt und die Frage geklärt werden, welcher der beiden Ansätze für die Auslegung von Klebverbindungen und die Bewertung des Versagensverhaltens sowohl unter statischer als auch unter zyklischer Belastung angewendet werden kann.

2.4. Statistische Versuchsauswertung

Im Sinne der Zuverlässigkeit von geklebten Strukturbauteilen wird beispielsweise das durch Ungängen, die ein streuendes Merkmal darstellen, hervorgerufene Versagen dieser Bauteile statistisch beschrieben. Für die Streuung der Versuchsdaten erhält man eine Häufigkeitsverteilung und eine Abweichung der einzelnen Messwerte vom Maximum der Verteilung. Als Dichtefunktion zur Beschreibung der Streuung wird oftmals die Normalverteilung verwendet.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} * e^{\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right)} \quad (15)$$

Das Maximum der Verteilung liegt bei $x = \mu$ und entspricht einer Versagens- bzw. Überlebenswahrscheinlichkeit von $P_V = P_U = 0,5$. Durch Integration der Dichtefunktion erhält man die Summenhäufigkeit $F(x)$ zur Bestimmung von $P(X \leq x)$

$$P(X \leq x) = F(x) = \int_{-\infty}^x f(x) dx = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} * \int_{-\infty}^x e^{\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right)} dx \quad (16)$$

Für große bzw. kleine Versagenswahrscheinlichkeiten P_V weichen jedoch die realen Messwerte meist von der Normalverteilung ab. Hierfür steht mit der Weibull-Verteilung eine asymmetrische

Dichtefunktion zur Verfügung, die die Datenstreuung der meisten Experimente besser beschreibt. Die grafische Auftragung der Gleichung

$$f(x) = \frac{m}{\beta} * \left(\frac{x}{\beta}\right)^{m-1} * e^{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^m} \quad (17)$$

ist in Abbildung 9 im Vergleich mit der Glockenkurve der Normalverteilung dargestellt. Der Lageparameter β beschreibt hierbei das streuende Merkmal und der Exponent m die Zuverlässigkeit, die mit steigendem Exponenten zunimmt.

Durch Integration der vorliegenden Dichtefunktion über einen definierten Bereich des Merkmals x , erhält man die in Abbildung 10 dargestellte Summenhäufigkeit des Probenversagens. Auch in dieser Abbildung ist deutlich der Einfluss des Exponenten auf die Form der Summenhäufigkeitskurve erkennbar.

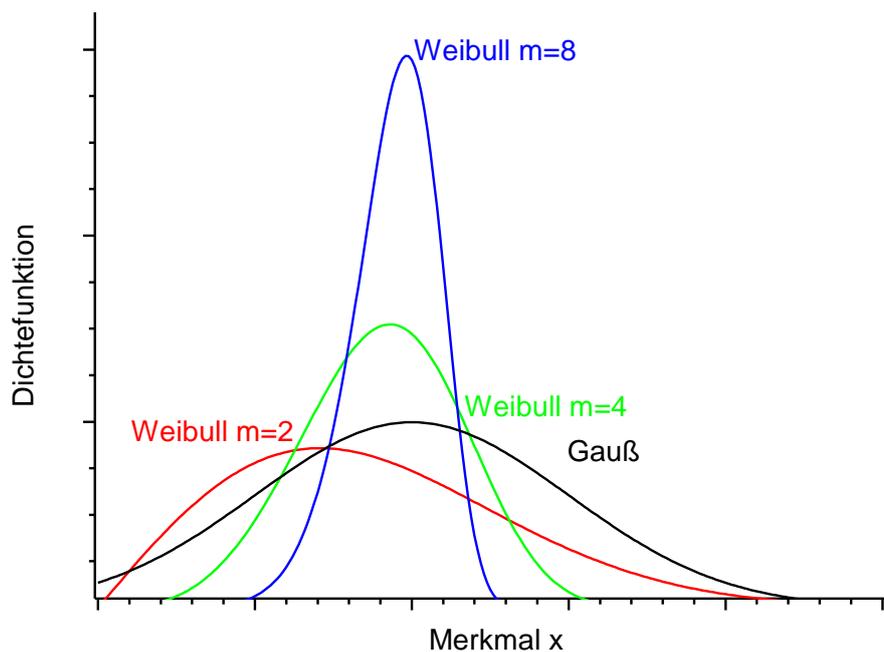


Abbildung 9: Dichteverteilung auf Basis einer Normalverteilung (–) und einer Weibullverteilung mit unterschiedlichen Exponenten ($m=2, 4, 8$)

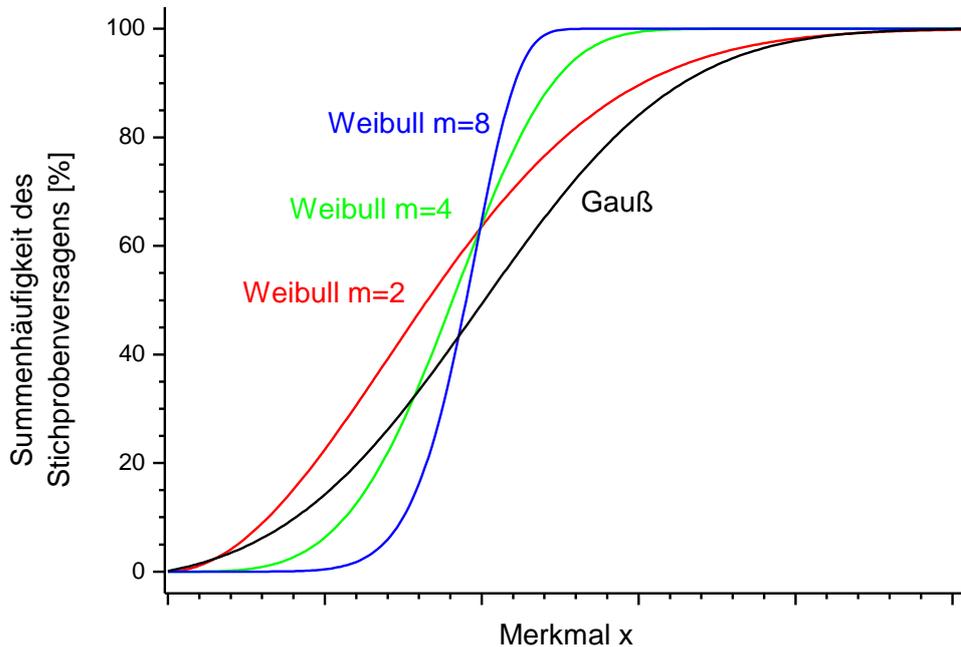


Abbildung 10: Summenhäufigkeit der Versagenswahrscheinlichkeit auf Basis einer Normalverteilung (–) und einer Weibullverteilung mit unterschiedlichen Exponenten ($m=2, 4, 8$)

Durch Darstellung der Versagenswahrscheinlichkeit der Weibull-Statistik in der Form

$$F(x) = P_V(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^m} \quad (18)$$

erhält man die in Abbildung 11 dargestellte Verteilungsfunktion in Abhängigkeit des Merkmalswerts x (Bronštejn 2008).

Hierzu werden die Messwerte aller Stichproben i des Versagensereignisses aufsteigend sortiert und jedem Ereignis eine Versagenswahrscheinlichkeit zugeordnet. Dies geschieht durch die Verwendung eines geeigneten Schätzers unter Einbeziehung des Stichprobenumfangs n . Als dichtefunktionsunabhängigen Schätzer wird

$$P_i = \frac{i}{n+1} \quad (19)$$

verwendet (Hück 1994). Für geringe Stichprobenumfänge von $2 < n < 50$ hat sich bei dem Versagen metallischer Proben auch der Schätzer

$$P_i = \frac{2i-1}{2n} \quad (20)$$

zur Berechnung der Einzelwahrscheinlichkeiten bewährt (Krüger 1996 ; Gudladd, Bazios 1998 ; Bazios 1999). Ergibt sich bei der anschließenden Auftragung der Einzelversagenswahrscheinlichkeiten gegen den jeweiligen Merkmalswert eine Gerade, kann man von einer guten Übereinstimmung der realen Messwerte mit der gewählten Verteilungsfunktion ausgehen. Um eine Kontinuität aller

Wahrscheinlichkeitsdarstellungen zu erreichen, werden alle statistischen Auswertungen in der vorliegenden Arbeit mit dem Schätzer $P_i = \frac{2i-1}{2n}$ durchgeführt. Für große Stichprobenumfänge konvergieren beide Schätzfunktionen gegen einen gemeinsamen Grenzwert, so dass die Abweichungen zueinander minimiert werden.

Zusätzlich sind in Abbildung 11 die Lageparameter (Maximum des Merkmalswerts in der Dichteverteilung) mit einer Versagenswahrscheinlichkeit von $P_V = 63,2\%$ eingezeichnet. Ein Maß für die Zuverlässigkeit stellt auch die sogenannte (P_V90/P_V10) -Streuspanne der Versagenswahrscheinlichkeit dar, die im Folgenden kurz als 90/10-Streuspanne oder als Quotient $P_{0,9}/P_{0,1}$ dargestellt wird.

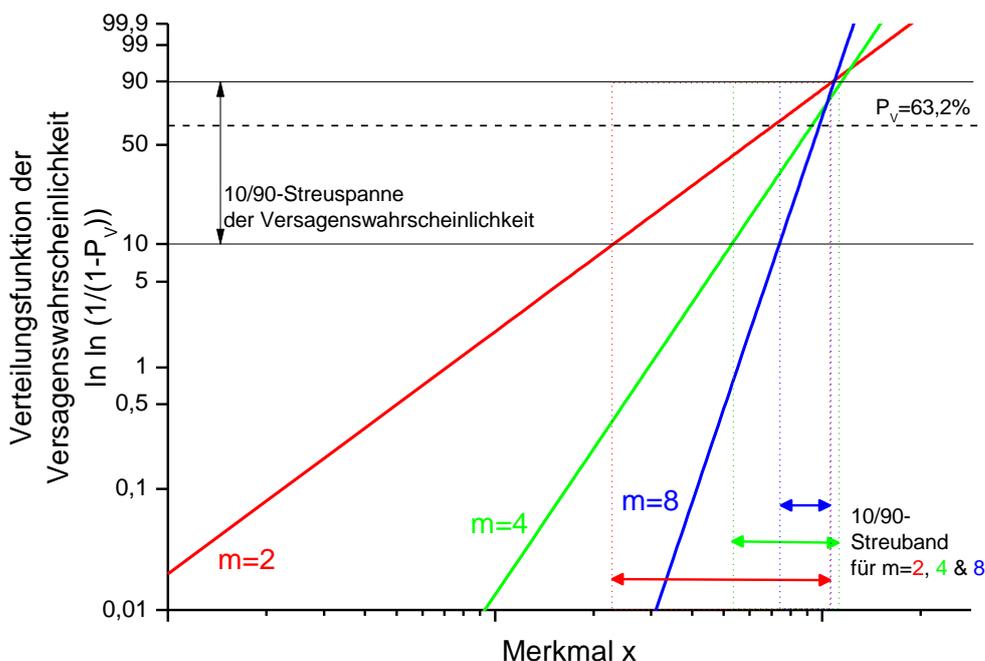


Abbildung 11: Darstellung der Versagenswahrscheinlichkeit auf Basis einer Weibullverteilung mit unterschiedlichen Exponenten ($m=2, 4, 8$)

Durch Verwendung eines experimentell bestimmbar Merkmalswerts x , wie der Bruchlast bei statischer Versuchsführung oder der Maximalkraft bzw. der Bruchlastschwingspielzahl bei zyklischer Belastung, ergibt sich z.B. für die Streuung der Bruchlast

$$P_V(F_{Bruch}) = 1 - e^{-\left(\frac{F_{Bruch}}{F_{Bruch}^*}\right)^m} \quad (21)$$

Die Größe F_{Bruch}^* stellt den charakteristischen Lageparameter bei einer Versagenswahrscheinlichkeit von 63,2 % dar. Dies repräsentiert das Maximum der Dichteverteilung. Die Größe m wird als Weibull-Exponent bezeichnet und als Zuverlässigkeitsmaß betrachtet. Durch das in Abbildung 11 dargestellte Wahrscheinlichkeitsnetz ergibt sich dann, wie oben angegeben, für die Versagenswahrscheinlichkeit $P_V(x)$ als Funktion der Bruchlast F_{Bruch} eine Gerade, wenn das streuende Merkmal der Weibull-Verteilung gehorcht.

2.5. Prüfverfahren für Klebverbindungen

Klebung stellen an die anwendbaren Prüfverfahren besondere Herausforderungen. Zum einen ist die Klebschicht im Verhältnis zu den durch sie verbundenen Fügeteilen sehr dünn. Dies gilt in noch stärkerem Maße für die Inter-Phasen und die Grenzfläche. Zum anderen bringt sie sowohl mit ihrem inhomogenen Aufbau der Inter-Phasen als auch mit dem Ausbilden einer 2-dimensionalen Grenzfläche zwischen Klebstoff und Fügeteilen viele zerstörungsfreie Prüfverfahren an ihre Grenzen, da hohe Ansprüche an die räumliche Auflösung gestellt werden. Um bruchmechanisch wirksame Defekte innerhalb der Klebschicht oder auf der Grenzfläche charakterisieren zu können, ist sowohl eine gute laterale Auflösung als auch eine gute Tiefenauflösung notwendig. Jede einsetzbare Technik muss somit in der Lage sein, Defekte in der Größe von weniger als 10 µm sowohl in ihrer räumlichen Ausdehnung als auch in Bezug auf ihre Position innerhalb der Klebung zu detektieren. Zu den nutzbaren Detektionsmethoden gehören mit unterschiedlichen Einschränkungen z.B. die Ultraschalltechnik, Thermographie und die Computertomographie. Für die im Bereich der Qualitätskontrolle von Schweißnähten etablierte Ultraschalltechnik führen sowohl die hohe Dämpfung des Klebstoffs als auch das schlechte Verhältnis von Fügeteilausdehnung zu Klebstoffdicke zu Auflösungsproblemen sowohl in lateraler als auch in Tiefenrichtung. Die Thermographie ist auch in der Lock-In-Variante als integrales Verfahren nicht in der Lage, eine Tiefenauflösung zu ermöglichen. Eine vollständige Form und Lagecharakterisierung der Defekte ist somit nicht möglich. Des Weiteren muss die an einem Defekt emittierte Wärme durch das Fügeteil hindurch detektiert werden, was eine Delokalisierung der Defektposition bewirkt und somit die laterale Auflösung negativ beeinflusst. Erfolgsversprechend ist aber der Einsatz der Computertomographie (CT) auf Basis von Röntgenstrahlung ebenso wie auf Magnetresonanztomographie (MRT / NMR). Während bei der klassischen Röntgencomputertomographie ein 3D-Bild auf Grund der Durchlässigkeit von Röntgenstrahlung erstellt wird, detektiert der Magnetresonanztomograph über den Kernspin z.B. ^1H -, ^{13}C - bzw. ^{15}N -Atome und kartographiert somit die Verteilung der jeweiligen Atomsorte. Die NMR-Technik ist jedoch wegen des benötigten starken Magnetfelds von bis zu 20 Tesla nicht für Proben mit magnetischen Materialien einsetzbar. Die Auflösung beider Methoden liegt im Bereich weniger

Mikrometer. Allein die Detektion der Defekte lässt jedoch noch keine direkten Rückschlüsse auf die mechanischen Eigenschaften des untersuchten Materials zu (Seidel 2008).

Am weitesten verbreitet sind daher die mechanischen, zerstörend ausgelegten Prüfverfahren. Hier kann z.B. je nach Fragestellung zwischen unterschiedlichen Probengeometrien und / oder verschiedenen Belastungssituationen ausgewählt werden. Schlimmer et al. gaben einen umfassenden Überblick zu den Vor- und Nachteilen der einzelnen Probengeometrien und Belastungsmodi zur Ermittlung der für Berechnungsmodelle erforderlichen, mechanischen Material- und Verbundkenndaten (Schlimmer 2004 , Schlimmer 2005a , Schlimmer 2005b ; Schlimmer, Barthel 2004 ; Schlimmer, Barthel, Bornemann 2004 ; Schlimmer, Bieker 2004 ; Schlimmer, Bornemann 2004a , Schlimmer, Bornemann 2004b , Schlimmer, Bornemann 2004c). Kopfzugproben wie auch TDCB-Proben eignen sich zur Bestimmung von Materialparametern unter Zugbelastung (Modus I). Für Scherbelastungen (Modus II) sind verklebte Balkenelemente unter Biegebelastung oder Rohrproben unter Torsionsbelastung favorisiert. Bei einfach überlappten Zug-Scher-Proben, die realen Verklebungen mit am nächsten kommen, tritt immer eine Mischbelastung von Zug- und Scherspannungen auf. Bei den Belastungsgeschwindigkeiten kann zwischen quasi-statischen Versuchen, bei denen die Last gleichmäßig mit definierter Kraft- bzw. Dehnrate bis zum Probenversagen erhöht wird und zyklischen Prüfungen, bei denen die Proben mit einer geringeren Last und einer definierten Frequenz bis zum Ende ihrer Lebensdauer belastet werden, unterschieden werden. Hierbei können, wie in Abbildung 12 dargestellt, das Verhältnis von Unter- zu Oberspannung ($\sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) und somit die Mittelspannung σ_m verändert werden. Durch Variation der Frequenz und des Lastspektrums lassen sich Betriebslastfolgen mit beliebiger Mittelspannung generieren, um Bauteile unter „realen“ Bedingungen testen zu können.

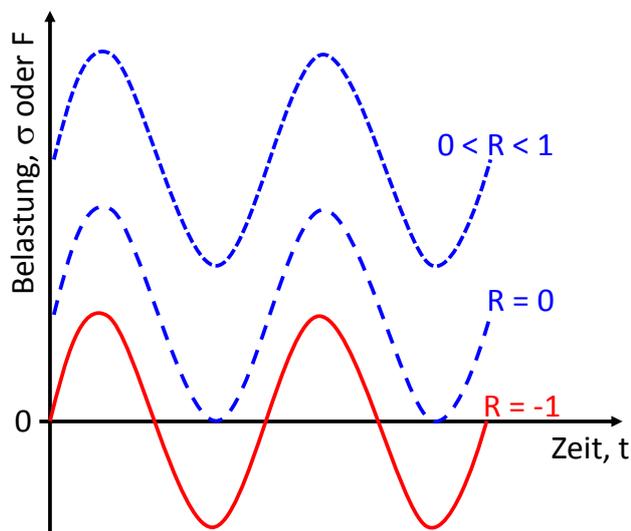


Abbildung 12:

Darstellung der zyklischen Belastungsmodi;
 $R = -1$ stellt dabei eine symmetrische Zug-Druckbelastung,
 $R=0$ eine Zugbelastung mit vollständiger Entlastung
 und der oberste Fall mit $0 < R < 1$ eine Zugschwellbelastung dar.

$$R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$$

$$\sigma_m = \frac{1}{2}(\sigma_{\min} + \sigma_{\max})$$

$$\sigma_a = \frac{1}{2}(\sigma_{\max} - \sigma_{\min})$$

$$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$$

2.6. Alterungseffekte

Betriebsbeanspruchung von Kunststoffen in Strukturbauteilen umfasst neben den mechanischen Belastungen auch äußere Umwelteinflüsse, denen diese Bauteile zusätzlich ausgesetzt sind. Dadurch können sie auf vielfältige Weise verändert oder geschädigt werden. Eine starke Temperaturerhöhung kann zum Erweichen oder auch zu Degradationsprozessen innerhalb des Polymernetzwerkes führen. Die Einlagerung von Lösemittelmolekülen, zu denen auch Wasser gehört, erzeugt eine Schwächung einerseits der elektrostatischen Wechselwirkungen der Polymerketten untereinander, andererseits aber auch der Anbindung der Polymere an die Fügeiteiloberfläche (Matting 1969 ; Brockmann 2009 ; Habenicht 2009). Des Weiteren erfolgt durch die Lösemittleinlagerung eine ungleichmäßige Quellung des Klebstoffmaterials, was zusätzliche Spannungen innerhalb der Klebschicht generiert. Die Wasseraufnahme folgt dabei dem Henryschen bzw. Fickschen Gesetz (Jouwersma 1959 ; Wong, Broutman 1985 ; Liu u. a. 2003). Ein erhöhter Wassergehalt im Polymermaterial oder auch schon die Anwesenheit von Wassermolekülen während der Versuchsdurchführung beeinflussen die Festigkeiten sowohl unter statischen als auch unter zyklischen Versuchsbedingungen signifikant (Schmiedel 1992 ; Ritter 1998 ; Wylde 1998 ; Briskham 2000 ; Hirakata u. a. 2010). Eine schnelle Entfernung dieser Fremdmoleküleinlagerung durch Erwärmung über die Siedetemperatur des Lösemittels hinaus kann Expansionsblasen zur Folge haben, die anschließend als Defekte festigkeitsvermindernd wirken können (Maier 2012).

3. Geräteausstattung

Im folgenden Kapitel werden die für die Arbeit wesentlichen Geräte jeweils mit ihren spezifischen Merkmalen vorgestellt und ihr Einsatzzweck kurz erläutert. Sie werden dabei entsprechend ihrer Verwendung in Geräte der bildgebenden Analytik, der thermischen, thermomechanischen und mechanischen Analytik sowie der Ermittlung mechanischer Festigkeits- und Ermüdungsdaten gruppiert und vorgestellt.

3.1. Mischsystem Speedmixer™ DAC 150 FVZ

Um eine reproduzierbare Methode zur Mischung der eingesetzten Klebstoffkomponenten zu erhalten, wurde der Speedmixer™ DAC 150 FVZ der Firma Hausschild eingesetzt. Dieser ist ein automatisches Mischsystem, das durch zwei gegenläufige Rotationsbewegungen des zur Drehachse verkippten Probengefäßes Zentrifugalkräfte in zwei Raumebenen erzeugt. Die Drehzahl lässt sich dabei sowohl fest einstellen als auch stufenlos zwischen 510 und 3000 Umdrehungen pro Minute regeln. Über eine Zeitschaltuhr lassen sich voreingestellte Mischzeiten abrufen. Mit der Methode dieses Mischsystems wird eine nahezu blasenfreie, homogene Vermischung der in Einwegbechern gefüllten Substanzen ermöglicht (Hauschild & Co KG 2008).

3.2. Trockenschrank ULM400

Für die routinemäßige Aushärtung von Klebstoffproben unter definierten und, über den kompletten Versuchszeitraum hinweg, vergleichbaren Temperaturbedingungen stand ein Universalofen der Firma Memmert des Typs ULM400 zur Verfügung. Dieser Ofen hat ein Innenraumvolumen von 53 L und eine maximale Beladung von 40 kg auf höchstens vier gelochten Zwischenböden, um eine Luftzirkulation im Gerät und einen Luftaustausch durch den eingebauten Lüfter zu ermöglichen. Der regelbare Temperaturbereich erstreckt sich dabei von Raumtemperatur bis zu 220°C (Memmert GmbH & Co KG 1999).

3.3. Laserstation TruMark® Station 5000

Zur einfachen und reproduzierbaren Oberflächenbearbeitung stand mit der TruMark® Station 5000 ein Markier- und Beschriftungslasergerät der Laserklasse 2 zur Verfügung. Mit ihm lassen sich durch das Auf- bzw. Einbringen von Laserenergie je nach Material und eingestellten Laserparametern Oberflächen abtragen, gravieren, anlassen, schäumen oder farblich verändern. Entstehende Emissionen werden dabei durch eine integrierte Absaugung entfernt. Die Laserenergie wird durch einen gepulsten Nd:YAG-Festkörperlaser mit einer Wellenlänge von $\lambda = 1064$ nm erzeugt und über ein Planfeldlinsen- und Spiegelsystem dem zu bearbeitenden Objekt zugeführt. Ein Güteschalter dient dabei zur Verzögerung und somit zur Verkürzung des Laserpulses, was zu einer höheren Pulsspitzenleistung

führt. Die eingekoppelte Laserleistung ist dabei von der Ablenkgeschwindigkeit, der Pulsfolgefrequenz sowie dem einstellbaren Laserleistungsniveau abhängig. Der Fokusbereich des Laserstrahls liegt mit der verbauten Optik bei 50 µm, das quadratische Markierfeld hat eine Kantenlänge von 120 mm. Die Positioniergenauigkeit in der x-y-Ebene liegt bei ±30 µm. Die laterale Positioniergenauigkeit beträgt 100 µm. Die Auflösung aller Achsen liegt bei 12 µm pro Schritt, die Wiederholgenauigkeit bei 30 µm (Trumpf Laser Marking Systems AG 2007b).

Als Steuerprogramm der Laserstation steht TruTops Mark[®] (Version 2.3, V20080627) zur Verfügung. Dieses bildet die Bedienerschnittstelle zur Laserstation und beinhaltet ein vektororientiertes 2D-Zeichenprogramm, das zum Erstellen und Bearbeiten der benötigten Objekte sowie der Zuweisung der notwendigen Laserparameter verwendet wird (Trumpf Laser Marking Systems AG 2007a).

3.4. Bildgebende Analytik

Zur Charakterisierung der mit dem Laser veränderten Probenoberflächen sowie der Bruchflächen nach mechanischen Belastungen wurden sowohl die am Institut vorhandenen Lichtmikroskope als auch das Rasterelektronenmikroskop (REM) genutzt.

3.4.1. Lichtmikroskopie

Im Bereich der Lichtmikroskopie wurden für Übersichtsaufnahmen ein Mikroskop Zeiss Axiophot mit hochauflösender Videokamera Kontron ProgRes und Bildarchivierungs und -analysisystem AnalySIS sowie ein Digitalmikroskop des Typs VHX-500 der Firma Keyence eingesetzt. Neben einer 2-dimensionalen Aufnahme der Oberfläche ermöglicht das Keyence-Gerät eine tiefenscharfe, 3-dimensionale Abbildung der Oberfläche und erlaubt damit die Darstellung von Rauheits- und Profilinformatoren. Hierzu wird die Probenoberfläche in 1µm-Höhenschritten aufgenommen und die scharf dargestellten Bildbereiche aller Aufnahmen übereinander geblendet, um eine 3D-Abbildung zu erreichen. Mittels einer automatisierten Bildzusammensetzung lassen sich auch größere Bereiche, die über einen einzelnen Bildausschnitt hinausgehen, in einem Bild darstellen (Carl Zeiss NTS GmbH 1986 ; Keyence Corporation 2012).

3.4.2. Rasterelektronenmikroskopie

Zur Abbildung von Oberflächenmerkmalen in Größenmaßstäben, die kleiner als die Wellenlänge des sichtbaren Lichts sind, sowie zur Elementcharakterisierung von Proben steht das Rasterelektronenmikroskop *Ultra* der Firma Zeiss zur Verfügung. Dieses Gerät ist auf die Anforderungen von Forschung und Entwicklung optimiert und gestattet unter anderem Aufnahmen mit einer geringen Beschleunigungsspannung der Elektronen im Bereich von unter einem Kiloelektronenvolt (keV) durchzuführen und somit Aufladungseffekte, wie sie speziell bei

nichtleitenden Materialien wie Kunststoffen oder Keramiken auftreten, zu minimieren. Des Weiteren erlaubt die verminderte Eindringtiefe der energiearmen Elektronen in das Material die Möglichkeit der Charakterisierung feinsten Oberflächenstrukturen (Carl Zeiss NTS GmbH 2002).

3.5. Thermische, thermomechanische und mechanische Analytik

Für die Charakterisierung der Aushärtung von Klebstoffen, des temperaturabhängigen Verhaltens von Klebstofffolien sowie der Feuchtigkeitsaufnahme von Klebstoffproben wurden die nachfolgend vorgestellten Thermoanalyzesysteme eingesetzt. Zur Charakterisierung der Härteeigenschaften ungelaseter und gelaseter Fügeiteiloberflächen sowie von Klebstoffschichten wurde ein Mikrohärtemesssystem genutzt.

3.5.1. Thermogravimetriesystem

Zur Bestimmung von Masseänderungen in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit, wie sie bei Zersetzungsreaktionen oder Feuchtigkeitsabgabe auftreten, wurde als Thermogravimetriesystem (TGA) der Analysator Q500 der Firma TA Instruments eingesetzt. Zur Ausstattung dieses Geräts gehören ein regelbarer Ofen mit Mikrowaage sowie ein Probenwechsler. Als Prozessgase stehen standardmäßig Stickstoff als Inertgas und Sauerstoff als reaktives Prozessgas zur Verfügung. Zusätzlich kann das Gerät abhängig von den Analyseanforderungen auch mit weiteren Gasen betrieben werden. Messungen können im Bereich zwischen Raumtemperatur und maximal 1000°C erfolgen. Die maximale Probeneinwaage liegt bei 1,0 g und einer Auflösung von 0,1 µg. Die Bedienung kann über einen eingebauten berührungsempfindlichen Bildschirm oder über einen externen Computer mit gerätespezifischer Steuersoftware erfolgen. Durch diese Steuersoftware erfolgt dann auch die Aufzeichnung der Messsignale. Für die mathematische und graphische Auswertung der Messdaten steht mit Universal Analysis 2000 ein eigenes Programm zur Verfügung (Prime u. a. 2009 ; TA Instruments - Waters LLC 2003 ; TA Instruments - Waters LLC 2005).

3.5.2. Dynamisches Differenzkalorimeter

Zur Bestimmung von Temperatur- und Wärmestromänderungen bei Phasen- und Aggregatzustandsänderungen von metallischen Legierungen und Kunststoffen stand das dynamische Differenzkalorimeter (Differential Scanning Calorimetry, DSC) Q1000 von TA Instruments zur Verfügung. Mit ihm lassen sich endo- und exotherme Prozesse bei physikalischen und chemischen Veränderungen von Proben, wie dies z.B. bei der Aushärtung von Reaktionsklebstoffen der Fall ist, sowohl qualitativ wie auch quantitativ erfassen. Einflüsse des Tiegelmaterials werden dabei automatisch durch Referenzmessungen berücksichtigt. Die Beladung der Messzelle kann manuell oder mittels Probenwechsler erfolgen. Die nominale Probengröße sollte bei diesem Gerät zwischen 0,5 und 100 mg liegen. Der Temperaturbereich der Messung erstreckt sich dabei von -90°C bis +550°C. Die

Steuerung erfolgt entweder über einen Touch-screen oder über einen PC mit gerätespezifischer Steuersoftware. Universal Analysis 2000 steht auch hier für die mathematische und graphische Auswertung der Messdaten zur Verfügung (Menczel u. a. 2009 ; TA Instruments - Waters LLC 2005 ; TA Instruments - Waters LLC 2007b).

3.5.3. *Dynamisch-mechanischer Analysator*

Zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften, wie Speicher- und Verlustmodul oder Verlustfaktor, in Abhängigkeit von der jeweiligen Temperatur stand ein dynamisch-mechanischer Analysator (DMA) Q800 der Firma TA Instruments zur Verfügung. Das Gerät besitzt dazu je nach Material und Fragestellung unterschiedliche Klemmen zur Einspannung der Proben. Für massive Proben sind dies die Dreipunkt-Biege-Klemme sowie die Einzel- und die Doppel-Cantilever-Klemme. Für Folienmaterial kann eine Film-Faser-Klemme eingesetzt werden. Die Probengeometrie richtet sich dabei einerseits nach den Anforderungen der Klemme, aber auch nach der Maximalkraft der Maschine, die mit 18 N begrenzt ist. Die Minimalkraft liegt bei 1 mN. Die Probe kann in einem Frequenzbereich von 0,01 bis 200 Hz belastet werden. Dabei liegt die elastische Dehnungsgenauigkeit bei $\pm 0,1$ %. Die dynamische Verformung liegt zwischen 0,5 und 10000 μm bei einer theoretischen Deformationsauflösung über das elektronische Signal von 0,001 μm . Der Routineeinsatztemperaturbereich beginnt bei Raumtemperatur und endet bei 600°C. Durch eine Gaskühlungseinheit, bei der mit verdampftem Flüssigstickstoff gekühlt wird, lässt sich der Temperaturbereich bis auf -145°C ausweiten. Auch bei diesem TA Instruments-Gerät ist eine Steuerung direkt am Gerät und über eine PC-Steuersoftware möglich, die dann auch die Speicherung der Messsignale übernimmt. Die Messergebnisauswertung kann wieder über das Programm Universal Analysis 2000 erfolgen (Chartoff, Menczel, Dillman 2009 ; TA Instruments - Waters LLC 2005 ; TA Instruments - Waters LLC 2007a).

3.5.4. *Mikrohärtemesssystem Fischerscope® HM2000*

Zur Bestimmung der Eindringenschaften eines Vickers-Prüfkörpers (vierseitige Diamantpyramide) in die Materialoberfläche wurde das Mikrohärtemesssystem Fischerscope® HM2000 verwendet. Die Berechnung der Martenshärte erfolgt dabei als Funktion von Eindringkraft und -fläche (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2003). Die möglichen Kräfte liegen zwischen 0,4 und 2000 mN bei einer Ungenauigkeit von ± 40 μN . Die maximale Eindringtiefe muss dabei geringer als 150 μm sein. Die Messungenauigkeit liegt hierbei bei ± 100 pm. Die Positioniergenauigkeit des programmierbaren x-y-Messtisches beträgt ± 3 μm . Zur optischen Kontrolle der Indentereindrücke ist ein Mikroskop mit 40-, 200- und 400-facher Vergrößerung in das System integriert. Sowohl die Verarbeitung des Messprotokolls als auch die Positionierung des Messtisches und die Aufzeichnung und Auswertung der Messwerte erfolgt mit dem Programm WIN-HCU (V4.1) (Helmut Fischer GmbH & Co Kg 2008).

3.6. Mechanische Prüfmaschinen

Zur Prüfung von verklebten Zug-Scher- und Biegeproben mit Metallfügeteilen werden höhere Kräfte, als sie bei der DMA zur Verfügung stehen, benötigt. Hierfür konnten abhängig von den jeweiligen Anforderungen und Fragestellungen der Versuche die nachfolgend näher beschriebenen mechanischen Prüfmaschinen eingesetzt werden. Dabei können die Maschinen anhand der möglichen Versuchsführung unterschieden werden. Zwei Prüfmaschinen (Z2,5 / TN1S & 1484) kamen für Experimente unter quasi-statischen Versuchsbedingungen zum Einsatz, während zwei weitere Prüfmaschinen (MTS 858 & Rumul Mikrotron) u.a. zur Ermittlung von Bruchlastschwingzahlen verwendet wurden.

3.6.1. Zwick Z2,5 / TN1S

Für statische Biegeversuche, bei denen keine zu hohen Kräften benötigt werden, stand eine Materialprüfmaschine des Typs Z2,5 / TN1S der Firma Zwick zur Verfügung. Diese Tischprüfmaschine der „Zwicki“-Produktlinie besitzt einen lineargeführten Kugelgewindeantrieb, ist mit einer Kraftmessdose für Prüfkräfte bis 2,5 kN ausgestattet und aufgrund ihrer Messelektronik als Klasse 1-Maschine ausgelegt.

Die Steuerung sowie die Datenerfassung erfolgten mit dem Software-Paket „TestXpert“ (V12.0) des Prüfmaschinenherstellers (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2004 ; Zwick GmbH & Co 2000).

3.6.2. Zwick 1484

Für statische Versuche mit höherem Kraftbedarf, wie er zur Prüfung der verklebten Zug-Scher-Proben notwendig ist, stand eine Klasse 1-Universalprüfmaschine des Typs 1484 mit einer Maximalkraft von 100 kN der Firma Zwick zur Verfügung. Über einen Längenänderungsaufnehmer vom Typ „Multisens“ wird direkt im Bereich der Klebung die Dehnung bestimmt. Die Steuerung und Datenerfassung der mit Kugelgewindeantrieb ausgestatteten Prüfmaschine erfolgten auch hier mit dem Software-Paket „TestXpert“ (V12.0) des Prüfmaschinenherstellers (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2004 ; Zwick GmbH & Co 1982 ; Zwick GmbH & Co 1997).

3.6.3. Servohydraulische Prüfmaschine MTS 858

Zur Durchführung zyklischer Ermüdungsversuche im sogenannten low-cycle-fatigue-Bereich (LCF, $N < 10\,000$ Ssp.) wurde eine servohydraulische Tischprüfmaschine MTS 858 genutzt. Für die Versuche, die kraft-kontrolliert durchgeführt wurden, stand eine Maximalkraft von ± 25 kN zur Verfügung. Der nutzbare Arbeitsfrequenzbereich liegt dabei je nach Probensteifigkeit und Kraftbedarf zwischen 0,1 und 80 Hz. Die genutzte Arbeitsfrequenz für die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche liegt bei 1

Hz. Der Aktuator ist dabei an der oberen Traverse, die Kraftmessdose gegenüberliegend auf der Tischseite montiert. Die Positionsbestimmung erfolgt sowohl über den Kolbenhub als auch über ein direkt an der Probe ober- und unterhalb der Klebung angebrachtes Extensometer vom Typ 634.31. Zur Versuchsplanung und -steuerung sowie zur Datenerfassung steht die Hardware TestStar IIs mit dem Softwarepaket 793 (V3.2A) zur Verfügung (MTS Systems Corporation 2006 ; MTS Systems Corporation 2009 ; MTS Systems GmbH 2001 ; MTS Systems GmbH 2012).

3.6.4. Resonanzprüfmaschine Rumul Mikrotron

Ermüdungsprüfungen mit der servohydraulischen Prüfmaschine bei 1Hz sind in einem akzeptablen Zeitrahmen nur bis zu Bruchlastzahlen von $N < 10000$ Ssp. sinnvoll. Deshalb wurden zyklische Versuche im sogenannten high-cycle-fatigue-Bereich (HCF, $N > 10000$ Ssp.) auf einer Resonanzprüfmaschine Mikrotron 20 kN der Firma „Rumul Russenberger Prüfmaschinen“ durchgeführt. Sie arbeitet in Vollresonanz, wobei die Arbeitsfrequenz (f) von dem Gesamtsystem, bestehend aus Federn, Schwingmasse, Probeneinspannung und Probensteifigkeit, abhängig ist. Der dynamische Antrieb erfolgt durch die Anregung des Gesamtsystems mittels eines Erregermagneten, während die statische Kraft über eine Kugelumlaufspindel mit einem Gleichstromantrieb aufgebracht wird. Die zulässige Maximalkraft liegt bei 20 kN, die maximale Amplitude unter schwingender Beanspruchung bei ± 10 kN. Die Regelungsungenauigkeiten sowohl unter statischer als auch zyklischer Belastung liegen in einem Bereich unter 0,5 % der jeweiligen Maximalkräfte. Die Probenverformung ist systembedingt auf höchstens ± 2 mm begrenzt.

Die Wegmessung während der Prüfung erfolgt über eine Bestimmung der Traversenposition. Zur Kraftmessung findet eine 20 kN-Kraftmessdose Verwendung, die unterhalb der Probenhalterung auf der Seite des statischen Antriebs montiert ist.

Die Steuerung der Versuche wie auch die Datenerfassung erfolgt mit dem Softwarepaket „Woehler“ (Version 3.19 / 1.35/ 2007) des Prüfmaschinenherstellers. Zur Datenerfassung stehen dabei vier voneinander unabhängige Kanäle zur Verfügung, die nach definierten Zyklen die jeweilige Arbeitsfrequenz, die Position der Traverse, die Kraftamplitude sowie die Maschinenleistung aufzeichnen (Russenberger Prüfmaschinen AG 1998).

4. Probenpräparation und Materialeigenschaften

Zur Klärung der Fragestellungen in Bezug auf die unterschiedlichen Anwendungen und Belastungssituationen sind spezifische Probentypen notwendig. Im Rahmen dieses Kapitels werden die verschiedenen eingesetzten Proben vorgestellt. Hierbei wird sowohl auf die Probengeometrie als auch auf die Eigenschaften des genutzten Fügeiteilmaterials eingegangen. Des Weiteren werden die Ergebnisse der Untersuchung zur Präparationstechnik für die verwendeten Klebstoffsysteme sowie deren chemische, thermische und thermomechanische Eigenschaften vorgestellt.

4.1. Verbundproben

Für die Durchführung der verschiedenen Versuche werden unterschiedliche Probentypen benötigt. Die Verbundproben bestehen dabei aus zwei metallischen Füge­teilen, die mit einem Epoxidklebstoff miteinander verbunden sind. Die mechanischen Eigenschaften der Füge­teilmateriale­n wie auch die der Klebstoffsysteme werden in Kapitel 4.2 vorgestellt.

Zur Ermittlung der mechanischen Eigenschaften von Klebverbindungen wurde die einfach überlappte Zug-Scher-Probe in Anlehnung an DIN EN 1465 mit den in Abbildung 13 dargestellten Abmessungen gewählt (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2009). Die Laseraktivierung erfolgte auf der konvexen Seite der leicht gewölbten Füge­teile. Vor und nach der Laseraktivierung wurden die Proben mit Aceton getränkten, fusselfreien Tüchern wischgereinigt. Der Klebstoffauftrag erfolgte mittels Rakeltechnik auf beide Füge­teile jeweils mit Schichtdicken von 250 µm. Für die Aushärtung stand eine Passform zur Verfügung, in der acht Proben gleichzeitig mit definierten Klebstoffschichtdicken von 100 µm gefertigt werden konnten. Überschüssiges Klebstoffmaterial wurde nach dem Fügen an den zugänglichen Seiten entfernt. Die Vernetzung des Klebstoffs erfolgte nach dem Mischen für eine Stunde bei Raumtemperatur und anschließend für 1000 Minuten bei 66°C im Trockenschrank.

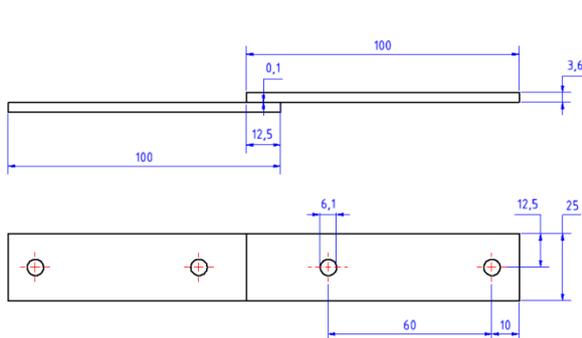


Abbildung 13: Geometrie der einfach überlappten dünnen Zug-Scher-Probe nach (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2009)

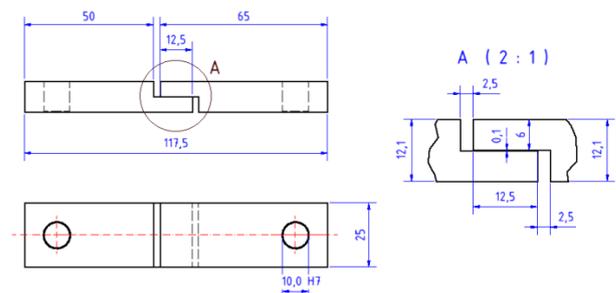


Abbildung 14: Geometrie der dicken Zug-Scher-Probe nach (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2010)

Einfach überlappte Zug-Scher-Proben, wie in Abbildung 13 beschrieben, weisen bei 1-achsiger Verformung immer mehrachsige Spannungszustände auf. Zur Optimierung auf eine reine Zug-Scherbelastung wurde die Dicke der Füge­teile erhöht und eine zentrische Krafteinleitung durch die abgestufte Probengeometrie gemäß DIN EN 14869-2 wie sie in Abbildung 14 dargestellt ist, verwirklicht (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2010). Die Fügung der Einzelteile erfolgte auch hier wieder mit einer Lehre durch die sowohl die Passung als auch die Dicke des Klebstoffspalts vorgegeben wurde.

Zur Untersuchung von Biegebeanspruchungen wurden an zwei unterschiedlichen Probengeometrien, die in Abbildung 15 und Abbildung 16 dargestellt sind, Dreipunkt-Biege-Versuche (3PB)

durchgeführt. Bei den verwendeten Proben handelt es sich zum einen um Aluminium-Flachproben in der Geometrie der Fügeiteile der einfachen Zug-Scher-Proben (Abbildung 15) und zum anderen um Proben mit halbseitig aufgedoppelter Geometrie (Abbildung 16). Durch einen mittig zwischen zwei Auflagern mit einem Abstand von 60 mm ansetzenden Stempel wird auf der stempelzugewandten Seite eine Druck- und auf der stempelabgewandten Seite eine definierte Zugbelastung im Material aufgebaut. Zur Simulation des Effekts der Biegemomente auf eine Klebverbindung wurden die halbseitig aufgedoppelten 3PB-Probe hergestellt. Die zu verklebenden Oberflächen wurden ebenfalls laseraktiviert und nach dem Reinigungsprozess und dem Rakelauftrag des Klebstoffs gefügt und mit Klammern während des Aushärteprozesses bei Raumtemperatur und 66°C fixiert. Die Krafteinleitung des Stempels während der Prüfung erfolgte bei diesen Proben auf der Seite des durchgehenden Fügeiteils, so dass die höchste Spannung und somit auch die höchste Dehnung im Bereich des Klebungsbeginns der Aufdopplung lokalisiert wurden.

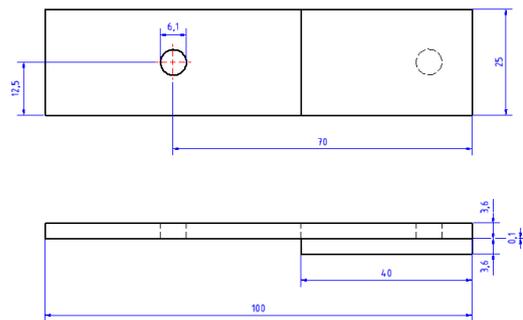
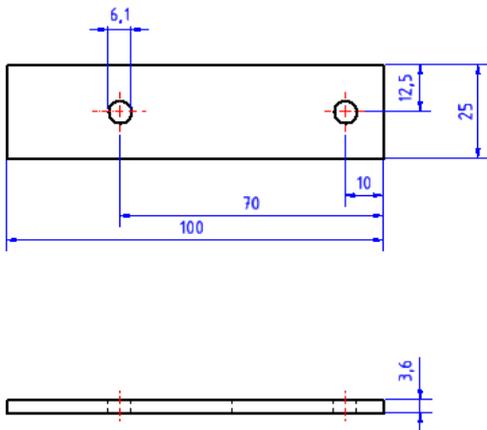


Abbildung 15: Aluminium-Flachprobe in Fügeiteilgeometrie für 3PB-Versuche

Abbildung 16: Halbseitig aufgedoppelte Al-Flachprobe für 3PB-Versuche

4.2. Probenmaterial

Im Rahmen dieses Kapitels werden sowohl die verwendeten metallischen Fügeiteilwerkstoffe als auch die genutzten Klebstoffsysteme mit ihren jeweiligen Zusammensetzungen und spezifischen mechanischen Eigenschaften vorgestellt.

4.2.1. Fügeiteile

Für die Versuche standen drei unterschiedliche Fügeiteilwerkstoffe zur Verfügung. Hierbei handelt es sich um zwei Aluminiumknetlegierungen sowie einen unlegierten Maschinenbaustahl. Diese Auswahl wurde getroffen, da Aluminiumlegierungen auf Grund ihres Leichtbaupotentials verstärkt im Luftfahrt- und Automotive-Bereich eingesetzt werden. Die Karosseriestruktur eines modernen

Oberklassefahrzeugs kann dabei bis zu 92 % aus Bauteilen auf Aluminiumbasis bestehen (Reinhold 2012).

Die AlSiMg-Knetlegierung EN AW-6009 der Firma Alusuisse wurde im lösungsgeglühten Zustand (T4) angeliefert und anschließend auf den Zustand T6 wärmebehandelt. Die Zusammensetzung ist in Tabelle 1 die mechanischen Kennwerte sind Tabelle 2 aufgeführt (Bazios 1999). Im Automobilbau wurde diese Legierung 1991 mit der Design-Studie Audi Avus quattro auf der Tokyo Motorshow eingeführt (Reinhold 2012). Eine Verwendung in der Großserienfertigung wurde zugunsten von Legierungen mit ausgewogeneren Eigenschaften nicht umgesetzt.

Tabelle 1: Legierungsbestandteile der Aluminiumlegierung EN AW-6009

Element	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Ti	Cr	Zn
[Gew.-%]	0,90	0,55	0,32	0,31	0,29	0,014	0,008	0,008

Tabelle 2: Mechanische Kennwerte von EN AW-6009 in Walzrichtung

Kennwert	Zugfestigkeit	Dehngrenze	Bruchdehnung	Elastizitätsmodul
	R_m	$R_{p0,2}$	A	E'
Einheit	[MPa]	[MPa]	[%]	[MPa]
Messwert	322	286	14	67 200

Die Aluminiumlegierung EN AW-6156 wurde von der Firma Alcan unter anderem für Teile der Rumpfsktion des Airbus A380 entwickelt (Leque, Lassince 2007a , Leque, Lassince 2007b). Es handelt es sich dabei um eine aushärt- und schweißbare AlCuSiMg-Knetlegierung mit der in Tabelle 3 aufgeführten Zusammensetzung der Legierungselemente. Aus Korrosionsschutzgründen ist das vorhandene Plattenmaterial beidseitig mit einer ca. 115 µm starken Reinaluminiumschicht (EN AA-1300, Fremdelemente siehe Tabelle 4) plattiert. Felsner ermittelte an Normzugproben des Materials die in Tabelle 5 aufgelisteten mechanischen Kennwerte (Felsner 2012).

Tabelle 3: Legierungsbestandteile dieser Aluminiumlegierung EN AW-6156

Element	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Ti	Cr	Zn	Ni	Zr
[Gew.-%]	0,77	0,72	0,90	0,45	0,04	0,04	0,0004	0,17	0,0041	0,0016

Tabelle 4: Fremdelemente der Plattierschicht EN AA-1300

Element	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Zn
[Gew.-%]	< 0,2	< 0,03	< 0,05	< 0,03	< 0,3	0,2-0,5

Tabelle 5: Mechanische Kennwerte des plattierten EN AW-6156 in Walzrichtung

Kennwert	Zugfestigkeit	Dehngrenze	Bruchdehnung	Elastizitätsmodul
	R_m	$R_{p0,2}$	A	E'
Einheit	[MPa]	[MPa]	[%]	[MPa]
Messwert	325	229	25	74 000

Als drittes Fügeitematerial wurde ein Maschinenbaustahl vom Typ C45E (CK45, 1.1191) ausgewählt. Dieser wurde eingesetzt, um Versuchsergebnisse, die bei Aluminiumfügeteilen beobachtet werden konnten, unabhängig von der Steifigkeit und der Rissempfindlichkeit des Aluminiums, zu reproduzieren. Die Zusammensetzung sowie die mechanischen Eigenschaften des Materials sind in Tabelle 6 bzw. Tabelle 7 aufgeführt (Steinbock 2008).

Tabelle 6: Legierungsbestandteile des Maschinenbaustahls C45E

Element	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Ni	Mo	sonstige
[Gew.-%]	0,46	0,23	0,71	0,01	0,00	0,01	0,02	0,11	0,00	1,55

Tabelle 7: Mechanische Kennwerte des Maschinenbaustahls C45E

Kennwert	Zugfestigkeit	Dehngrenze	Bruchdehnung	Elastizitätsmodul
	R_m	$R_{p0,2}$	A	E
Einheit	[MPa]	[MPa]	[%]	[MPa]
Messwert	775	472	22	210 000

4.2.2. Klebstoffsystem Hysol EA939X

Das Klebstoffsystem Hysol EA939X gehört zu den, für luftfahrttechnische Anwendungen zertifizierten, 2-komponentigen Epoxid-Klebstoffsystemen der Firma Henkel. Nach Herstellerangaben ist es thixotrop eingestellt, raumtemperatur-härtend und zeigt im ausgehärteten Zustand noch gute mechanische Eigenschaften bis in einen Temperaturbereich von 180°C. Die Aushärtung kann innerhalb von drei bis fünf Tagen bei 25°C oder auch für eine Stunde bei 66°C erfolgen. Die Harzkomponente des Klebstoffsystems EA9394 enthält als Füllstoff Aluminiumpulver, die des EA9395 hingegen Silikat, während das EA9396 keine Füllstoffe in größeren Mengenanteilen besitzt. Der Anteil des Füllmaterials liegt bei den ersten beiden Produkten bei etwa 30 - 35 %, bezogen auf das fertig gemischte Klebstoffsystem. Die mechanischen Eigenschaften der einzelnen Produkte dieses Klebstoffsystems sind in Tabelle 8 aufgeführt, variieren jedoch in Abhängigkeit von dem jeweiligen Füllmaterial, den Aushärte- und den Prüfbedingungen (Henkel Corporation 2001 ; Henkel Corporation 2002b ; Henkel Corporation 2002a).

Tabelle 8: Eigenschaften der Vertreter des Klebstoffsystems Hysol EA 939X (Herstellerangaben gemäß ASTM D1002)

		Hysol EA9394	Hysol EA9395	Hysol EA9396
Füllmaterial	-	Aluminiumpulver	Silikat	-
Aushärtebedingungen	-	5 Tage / 25°C	5 Tage / 25°C	5 Tage / 25°C
Zug-Scherfestigkeit	[MPa]	28,9	27,6	24,1
Zugfestigkeit	[MPa]	46,0	55,6	35,2
Speichermodul	[MPa]	4237	4940	2750
Bruchdehnung	[%]	1,7	2,6	3,5

Klebstoffpräparation

Zur Verifizierung des Einflusses unterschiedlicher Mischtechniken kam das ungefüllte Hysol EA9396 zum Einsatz. Die beiden Komponenten wurde nach Herstellerangaben in ein Mischgefäß genau eingewogen und anschließend sowohl händisch mit einem Spatel als auch automatisch in einem doppelt-zentrifugal wirkenden Mischsystem (siehe Abschnitt 3.1) unter Normaldruck (ca. 1000 mbar) sowie unter einem Druck von 25 mbar gemischt. Wie in Tabelle 9 dargestellt, erfolgte die automatische Mischung innerhalb von 90 Sekunden mit einer stufenweise ansteigenden Drehzahl.

Tabelle 9: Rotationsdrehzahlen des automatischen Mischsystems

Zeit	[s]	0 - 30	30 - 40	40 - 50	50 - 60	60 - 90
Drehzahl	[U/min]	2000	2250	2500	3000	3500

Die Klebstoffproben wurden anschließend in einer Form sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 66°C für definierte Zeiten ausgehärtet. Bei den unter Umgebungsdruck gemischten Klebstoffproben zeigten sich eingeschlossene Gasblasen im ausgehärteten Material, die im Folgenden als Defekte bezeichnet werden. Die Größe dieser Defekte war dabei von der Mischtechnik abhängig. Bei Handmischung und Aushärtung bei Raumtemperatur konnten die Defektgrößen zu $(21,3 \pm 5,0)$ µm bestimmt werden. Bei einer Aushärtetemperatur von 66°C lag die Defektgröße bei $(24,7 \pm 6,2)$ µm, während die Defektgrößen bei der automatisierten Mischung mit $(16,7 \pm 2,6)$ µm bzw. $(16,2 \pm 2,9)$ µm etwas kleiner waren. Bei dem automatischen Mischverfahren unter zusätzlichem Unterdruck hingegen waren keine Fehlstellen, die größer als 10 µm im Durchmesser sind, erkennbar (Abbildung 17). Dieses Ergebnis spiegelte sich auch in der Anzahl der Fehlstellen wider. Für die Handmischung unter Normaldruck und Raumtemperaturhärtung konnten auf einer Fläche von 4 mm² (286 ± 23) Fehlstellen mit einer Größe über 10 µm gemessen werden, bei der Doppeltzentrifugal-Mischtechnik hingegen nur (220 ± 16) . Führte man die Aushärtung bei erhöhten Temperaturen von z.B. 66°C trat dieser Effekt ebenso auf. Die Anzahl der Fehlstellen liegt hier bei händischer Mischung bei (312 ± 16) und bei Mischung durch Zentrifugalkräfte bei (240 ± 25) Defekten (Abbildung 18).

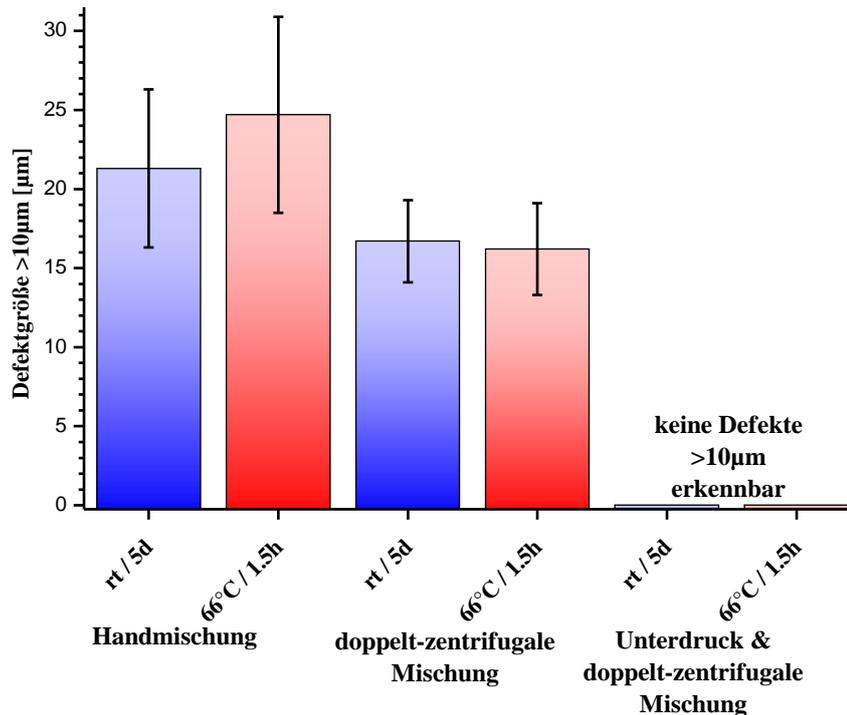


Abbildung 17: Defektgrößen im Klebstoffmaterial Hysol EA9396 pro 4 mm² im Vergleich der Mischmethoden und Aushärtebedingungen

Die Auswirkungen der durch die unterschiedlichen Mischtechniken generierten Defekte auf die Bruchfestigkeit bzw. die Ermüdungsdauer bis zum Bauteilversagen wurden unter quasistatischer bzw. zyklischer Beanspruchung untersucht. Dazu wurden einfach überlappte, dünne Zug-Scher-Proben aus der Aluminiumlegierung AW6009 mit Klebstoff gefertigt, der einerseits mit dem doppelt-zentrifugal wirkenden Mischsystem bei Atmosphärendruck und andererseits mit demselben Mischer jedoch unter Unterdruck gemischt wurde. Die quasistatischen Zugversuche wurden dabei kraftregelt mit der Universalprüfmaschine Zwick 1484 (Kapitel 3.6.2) durchgeführt. Für die zyklischen Versuche wurde die Resonanzprüfmaschine (Kapitel 3.6.4) eingesetzt. Wegen der multimodalen Spannungsverteilung, die bei den verwendeten, einfach überlappten Zug-Scherproben innerhalb der Klebschicht immer auftritt, werden alle Belastungswerte in Form der von außen auf die Probe wirkende Zugkräfte angegeben. Bei den Ermüdungsversuchen wurde eine Kraftmittelwert von $F_m = \frac{F_{max} + F_{min}}{2} = 1,65 \text{ kN}$ bei einem Minimum- zu Maximumkraftverhältnis von $R = \frac{F_{min}}{F_{max}} = 0,1$ und einer Kraftamplitude $F_a = \frac{F_{max} - F_{min}}{2} = 1,35 \text{ kN}$ gewählt. Wie auf der linken Hälfte der Abbildung 19 dargestellt, verändert sich die Bruchkraft nicht signifikant, wenn der Klebstoff unter Atmosphärenbedingungen bzw. unter minimalem Druck gemischt wurde. Unter zyklischen Bedingungen ist jedoch eine Zunahme der Bruchschwingspielzahl um ca. 30 % sowie eine signifikante Abnahme der Lebensdauerstreuung für Proben, welche unter Unterdruck gemischt worden sind, erkennbar (Windsperger 2009 ; Gudladt, Frömmel 2010). Der Versagensmechanismus gemäß DIN EN ISO 10365 war grundsätzlich kohäsiv

(DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 1995). Dies ist nur zu verstehen, wenn die innere Festigkeit des Klebstoffs von der Zahl und Größe der Defekte bestimmt wird. Das „kohäsive Versagen“ von geklebten Strukturen ist also nur eine notwendige jedoch keine hinreichende Voraussetzung zur Charakterisierung einer optimalen Klebung.

Um nun für die folgenden Untersuchungen eine definierte Defektkonfiguration im Klebstoff zu gewährleisten, werden die beiden Komponenten des Klebstoffs im doppelt-zentrifugal arbeitenden Mischer bei einem minimierten Druck von ca. 25 mbar bei Raumtemperatur homogenisiert.

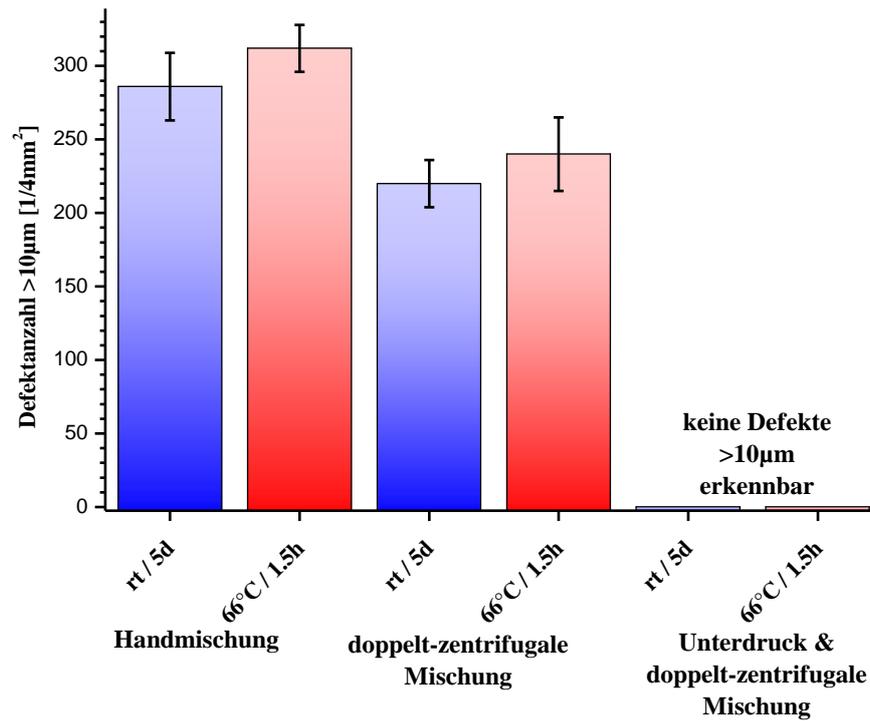


Abbildung 18: Defektanzahl im Klebstoffmaterial Hysol EA9396 pro 4 mm² im Vergleich der Mischmethoden und Aushärtebedingungen

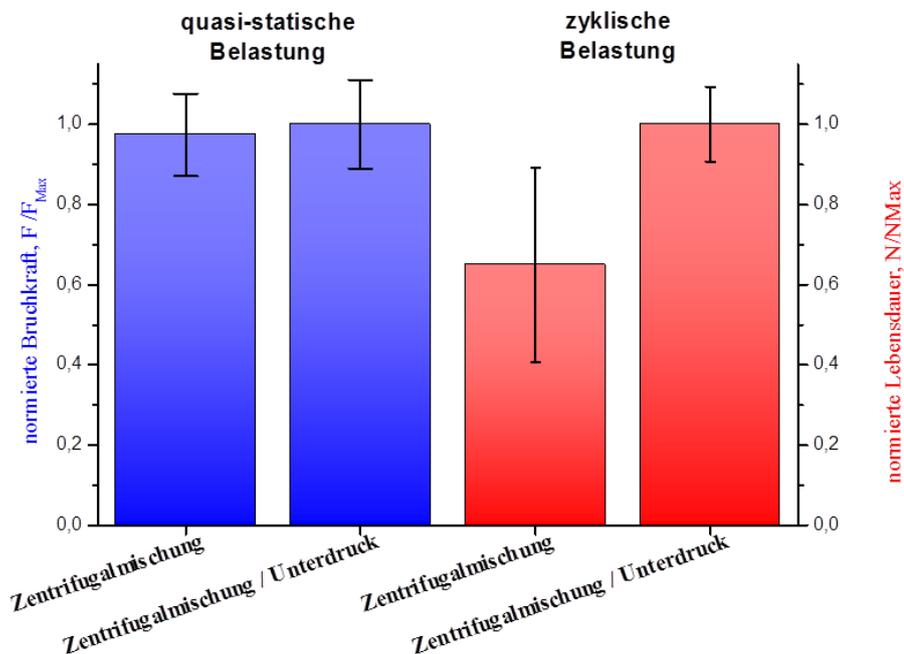


Abbildung 19: Quasistatische Festigkeiten und zyklische Lebensdauern von Proben, die im Zentrifugalmischsystem mit und ohne verminderten Druck homogenisiert wurden.

Klebstoffproben

Zur Bewertung des kohäsiven Klebstoffverhaltens wurde dieser in Form von Vollmaterialproben untersucht. Dazu wurden Proben unterschiedlicher Geometrien aus dem Hysol EA 9394 hergestellt und sowohl zerstörend als auch zerstörungsfrei geprüft. Allen Proben ist gemeinsam, dass der Klebstoff unter Unterdruck im Doppel-Zentrifugal-Mischer (3.1) homogenisiert und anschließend mittels Rakel in die Vertiefung einer Teflonform aufgetragen wurde. Über das Maß der Vertiefung ließ sich die Schichtdicke des aufgetragenen Klebstoffs und somit die Dicke der Proben definieren. Die so hergestellten Klebstoffschichten wurden nach einer Vorvernetzungszeit von einer Stunde bei Raumtemperatur für 1000 Minuten bei 66°C in der Form ausgehärtet. Die Entnahme aus der Form war ohne den Einsatz eines Trennmittels problemlos möglich.

Für Untersuchungen zur Feuchtigkeitsaufnahme und –abgabe wurden aus 400 µm-Folien runde Tabletten mit einem Durchmesser von ca. 6 mm ausgestanzt und aus 4 mm dicken Balken Würfel mit dieser Kantenlänge gefertigt.

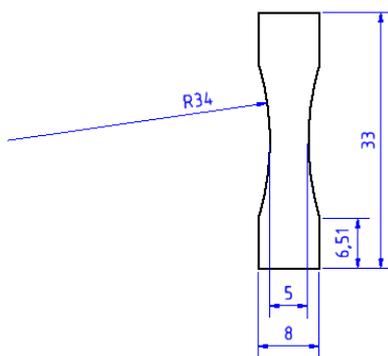


Abbildung 20: Abmessungen der Klebstoffprobe in Uhrglasform zur Spannungsüberhöhung im mittleren Bereich. Die Probendicke wird über die Fertigung der Ausgangsfolien definiert.

Für thermo-mechanische Belastungstests sind aus den Klebstofffolien rechteckige Proben gefertigt worden. Diese können unterschiedliche Probendicken besitzen und bei Raumtemperatur oder 66°C ausgehärtet sein. Zum Schneiden der Folien wurden zwei parallel geführte Rasierklingen mit einem definierten Abstand von 5mm verwendet. Als weitere Schnittoption stand das institutseigene Markierlasersystem (siehe Abschnitt 3.3) zur Verfügung. Damit konnten zur Schädigungslokalisierung Proben in der geometrisch anspruchsvolleren Uhrglas- oder Knochenform, die in Abbildung 20 dargestellt ist, geschnitten werden. Zusätzlich wurde auch noch die Möglichkeit genutzt, ein Zentralloch zur örtlichen Spannungserhöhung in die Uhrglasprobengeometrie einzubringen. In einer vergleichenden Versuchsreihe konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den mit Rasierklingen geschnittenen und den lasergeschnittenen Proben gleicher Geometrie festgestellt werden. Somit ist ein Einfluss thermischer Effekte durch die Laserstrahlung auf die mechanischen Eigenschaften der Klebstoffproben im vorliegenden Fall nicht gegeben.

4.3. Laseraktivierung der Fügeiteiloberfläche

Die Eigenschaften eines Materialverbundes können nur so gut sein, wie das schwächste Glied in der Kette dieses Verbundsystems. Letzteres muss also gefunden und, wenn möglich, entweder optimiert oder sogar eliminiert werden. Das Materialverhalten der Fügeiteile ist durch die Legierungszusammensetzung definiert. Die mechanischen Eigenschaften der verwendeten Aluminiumlegierungen sind daher in der Regel nicht die festigkeitsbestimmenden Parameter der in Kapitel 4.1 vorgestellten Verbundproben. Das Klebstoffsystem wurde durch die in Kapitel 4.2.2 beschriebene Methode der Klebstoffmischung durch Zentrifugalkräfte bei vermindertem Druck von 25 mbar so optimiert, dass eine ausreichende kohäsive Festigkeit sowohl unter quasi-statischen als auch unter zyklischer Belastung erreicht wird. Somit verbleibt offenkundig die Grenzfläche zwischen den Fügeiteilen und der Klebstoffschicht als mögliches schwächstes Glied in der Kette. Zur Optimierung der Anbindung von Klebstoffmolekülen an die Oberfläche der Fügeiteile muss die Fügeiteiloberfläche reproduzierbar aktiviert werden. Im Folgenden soll nun auf die laserinduzierten Veränderungen der Oberfläche wie auch deren Einfluss auf das mechanische Verhalten von Verbundproben eingegangen werden.

4.3.1. Laserinduzierte Veränderungen der Metalloberfläche

Zur Oberflächenaktivierung aller vorliegenden Legierungen und speziell der für die mechanischen Versuchsreihen vorrangig verwendeten Knetlegierung AW 6156 wurde das institutseigene Markierlasersystem, das in Kapitel 3.3 vorgestellt worden ist, eingesetzt. Die zur Aktivierung verwendeten Laserparameter sind in Tabelle 10 aufgelistet. Über die Leistung, mit der der Laser angeregt wird, und die Pulsfolgefrequenz sowie die Geschwindigkeit, mit der der Laserstrahl über die Probenoberfläche geführt wird, kann die in die Probenoberfläche eingekoppelte Energiemenge definiert werden. Für die optische Charakterisierung wurde eine Laserleistung von 100 % mit einem Linienabstand von 10 μm gewählt. Bei einem Fokusbereich von 50 μm ergibt sich somit eine durch Überlappung vollflächige Oberflächenaktivierung.

Tabelle 10: Laserparameter zur Aktivierung der Fügeiteiloberfläche

Parameter	Laserleistung	Pulsfolgefrequenz	Geschwindigkeit	Defokus	Linienabstand
Abkürzung	P_L	f_L	v_L	$d_{L,f}$	d_L
Einheit	[%]	[Hz]	[m/s]	[μm]	[μm]
Wert	0; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90; 100	20 000	0,4	0	10; 50

Durch die eingekoppelte Energie des Laserstrahls wurde die Fügeiteiloberfläche aufgeschmolzen und auch geringfügig abgetragen. Anschließend erfolgte eine schnelle Abkühlung, was ein Einfrieren der Schmelzstrukturen zur Folge hat. In Abbildung 21 sieht man die homogen ausgebildete, feinstrukturierte Fügeiteiloberfläche der Legierung AW 6156. Diese Feinstruktur ist in Abbildung 22 in

einer höheren Vergrößerung dargestellt. Die ausgebildeten Schmelzperlen mit ihrer ausgeprägten 3-dimensionalen Verästelungen und Hinterschneidungen sind nun deutlich zu erkennen.

Durch die hohen Temperaturen während der Laserbearbeitung tritt an der Oberfläche sofort ein thermischer Oxidationsprozess durch den anwesenden Luftsauerstoff ein. Die so aus der Schmelze gebildete Aluminiumoxidschicht stellt mit ihren Sauerstoffatomen gute elektrostatische Wechselwirkungszentren für die elektrophilen Atome der Klebstoffmolekülketten dar. Zusätzlich gebildete Aluminiumhydroxide können über Wasserstoffbrückenbindungen Wechselwirkungen mit Elektronendonatoren im Klebstoff eingehen. Des Weiteren kann sich der vor der Aushärtung niederviskose Klebstoff durch Auffüllen der entstandenen Hinterschneidungen in der Oxidschicht mechanisch mit der Oberfläche verzahnen, was zu einer zusätzlichen Stabilisierung der Klebung führen kann.

Die durch die thermische Oxidation gebildeten Oberfläche aus Abbildung 21 und Abbildung 22 zeigen eine Strukturierung auf mikroskopischer bzw. nanoskaliger Ebene. Dies ist bei 20 000- bis 100 000-facher Vergrößerung in der Sequenz von Abbildung 23 bis Abbildung 26 klar erkennbar. Abbildung 23 und Abbildung 24 zeigen an einer oberflächengelasterten Probe den Aufbau der thermischen Oxidationsschicht auf der darunter liegenden Plattierschicht des Grundmaterials. Die Stärke der Oxidationsschicht konnte aus dieser Abbildung 24 sowie Abbildung 25 zu 250 nm bestimmt werden und liegt damit in derselben Größenordnung wie eine durch Anodisierprozesse erzielte. In Abbildung 25 ist mit einer 80 000-fachen Vergrößerung zusätzlich der schwammartige Aufbau der Oxidschicht erkennbar. Diese Feinstruktur der thermischen Oxidationsschicht ist in Abbildung 26 noch deutlicher an dem durch die Laserenergie abgetragenen Material zu erkennen. Die Aluminiumoxidstege mit ihren feinen Verästelungen besitzen einen Durchmesser von nur wenigen Nanometern.

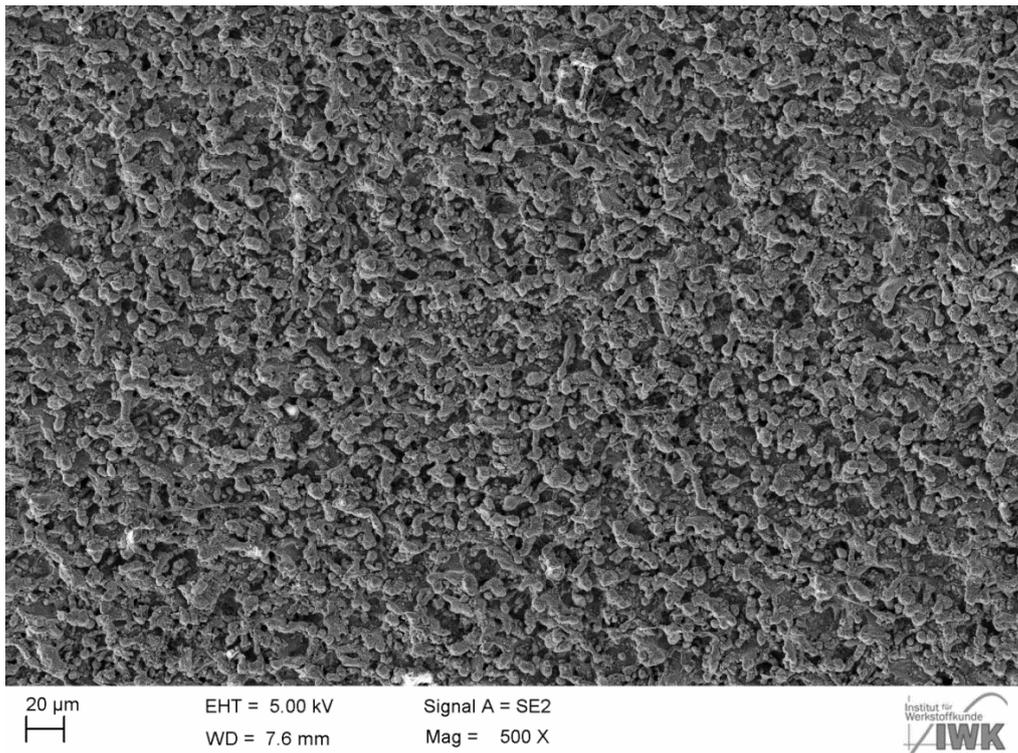


Abbildung 21: REM-Aufnahme der Struktur der durch Laserenergie gebildeten Aluminiumoberfläche der Aluminiumknetlegierung EN AW-6156 mit 500-facher Vergrößerung

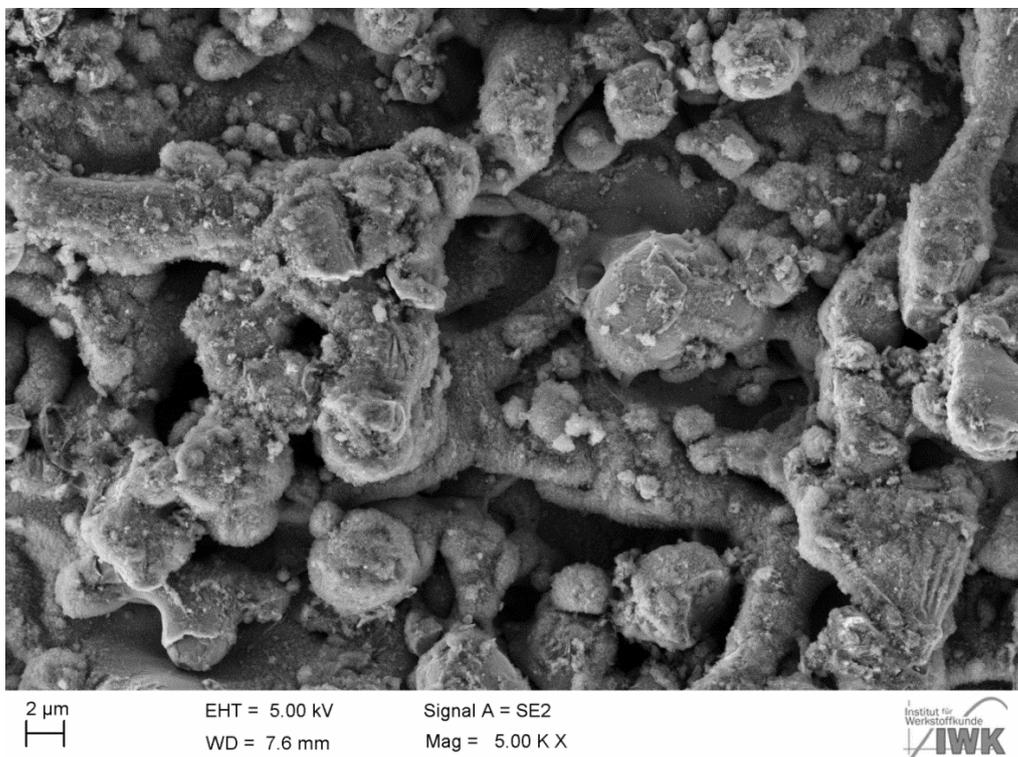


Abbildung 22: Struktur der durch Laserenergie gebildeten Aluminiumoberfläche (EN AW-6156) mit 5000-facher Vergrößerung

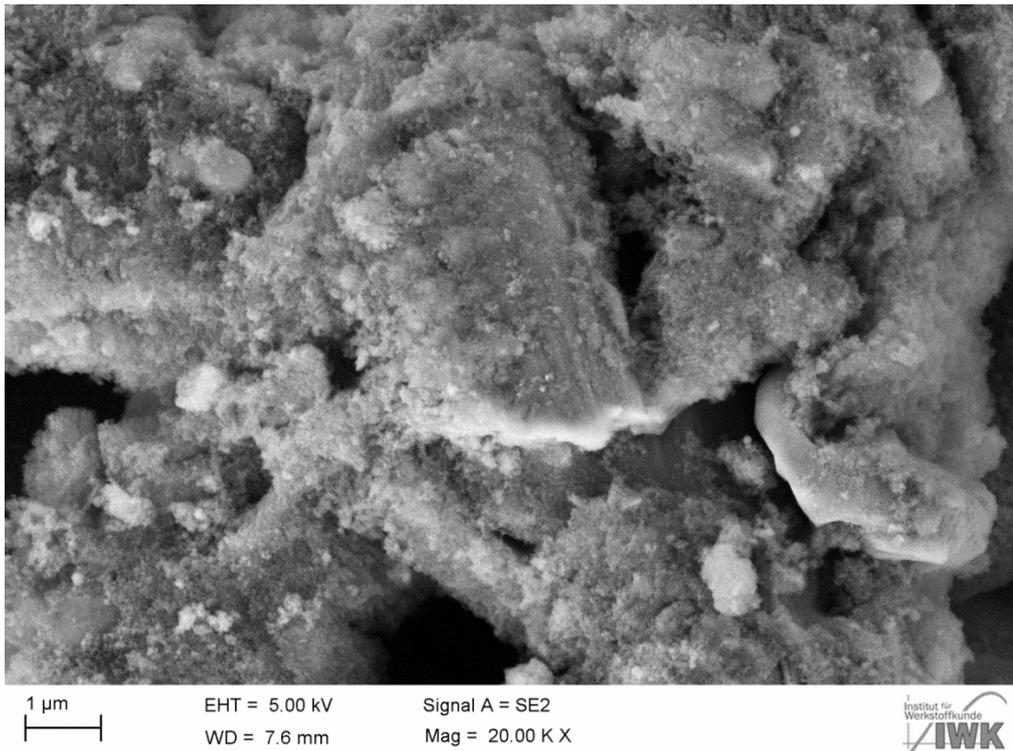


Abbildung 23: Struktur der durch Laserenergie gebildeten Aluminiumoberfläche (EN AW-6156) mit 20 000-facher Vergrößerung

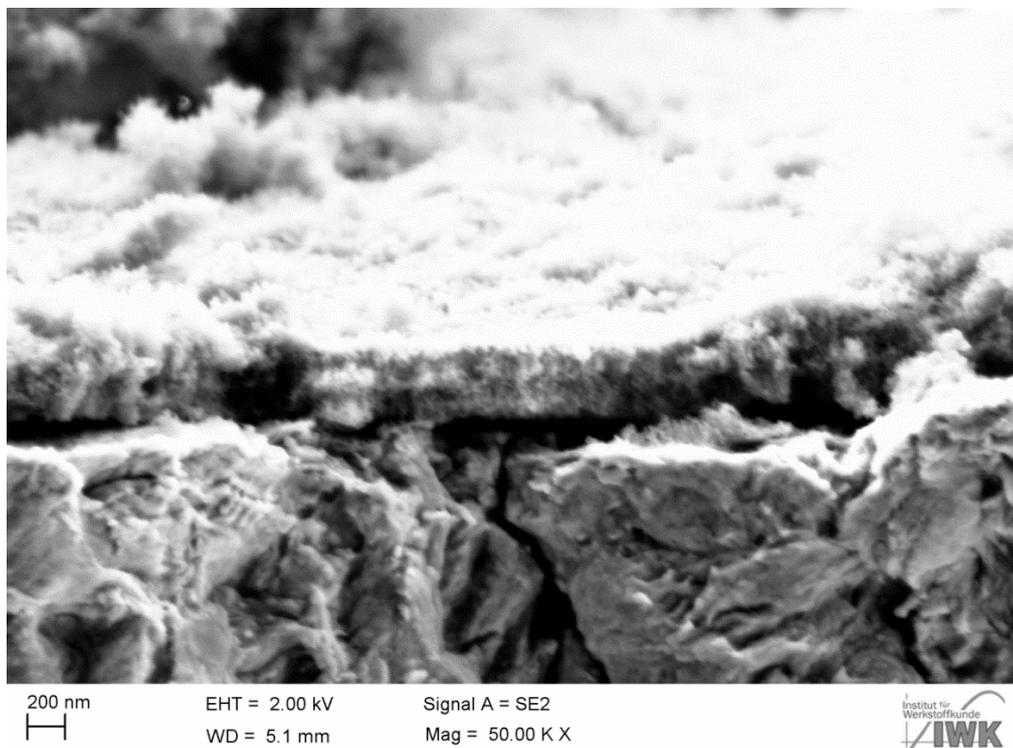


Abbildung 24: Thermische Oxidschicht und Grundmaterial einer ermügend gebrochenen Aluminium-Flachprobe (EN AW-6156, plattiert)

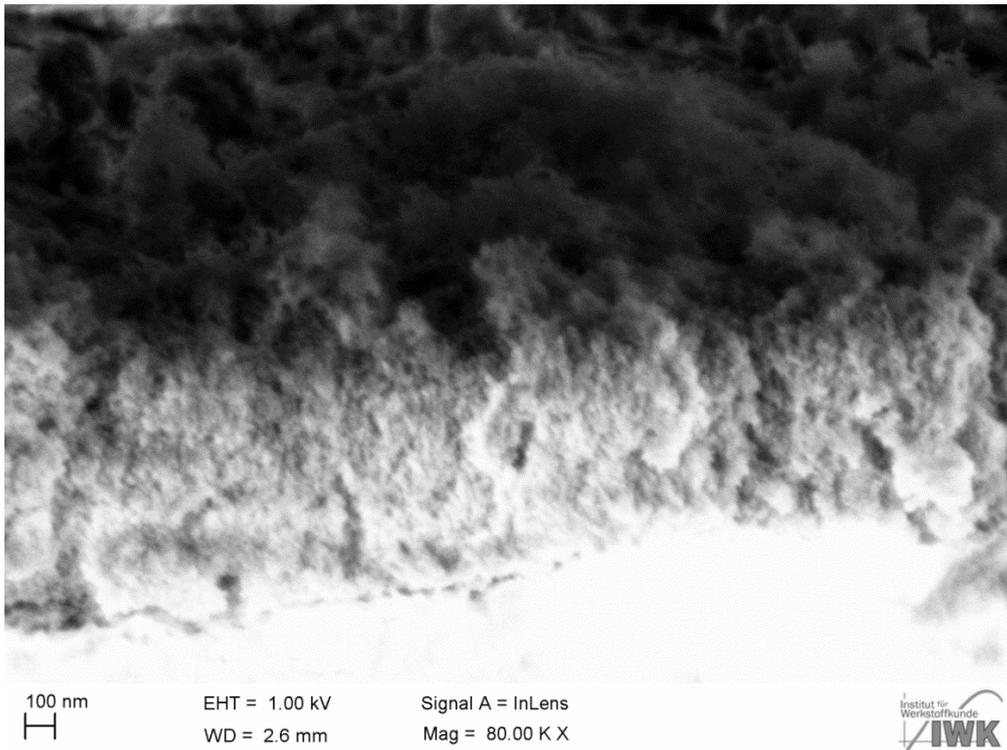


Abbildung 25: REM-Aufnahme einer Bruchkante der thermischen Oxidschicht in 80 000-facher Vergrößerung

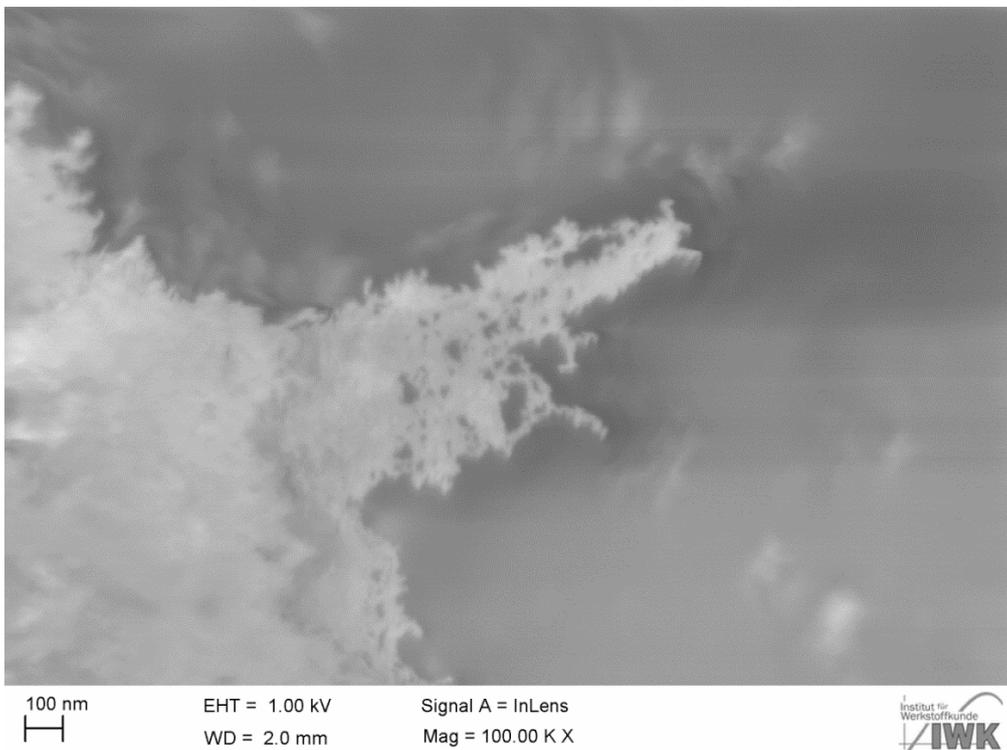


Abbildung 26: Feinstruktur des durch Laserenergie gebildeten und abgetragenen Aluminiumoxids mit 100 000-facher Vergrößerung

Ergänzend zu den REM-Aufnahmen, wurden die Oberflächen auch mit dem 3D-Digitalmikroskop abgebildet. In Abbildung 27 ist die 3-dimensionale Oberfläche einer mit 10 µm Linienabstand gelaserten Probe als Höhenprofil mit einer Farbhöhenskalierung dargestellt. Die Höhenskalierung in z-Ebene ist bei dieser Darstellung 2-fach gegenüber der x- bzw. der y-Achsenkalierung überhöht. Hierbei ist die über die Probe einheitliche Oberflächenstruktur erkennbar. Durch einen Schnitt entlang der in Abbildung 27 dargestellten blauen Linie erhält man das in Abbildung 28 gezeigte Höhenprofil. Dort ist die durch die Aufschmelzungen entstandene zufällige Oberflächenprofilierung mit Vertiefungen und Erhöhungen von ± 4 µm erkennbar, was zu einer starken Vergrößerung der Oberfläche führt.

Der Abstand der Laserlinien zur vollständigen Oberflächenaktivierung wurde nun bei einer Laserlinienbreite von ca. 73 µm auf 50 µm festgelegt. Bei diesem Abstand ist weiterhin eine Überlappung der einzelnen Laserspuren gegeben, so dass eine komplette Oberflächenaktivierung erreicht wird. Zu den schon bekannten mikro- und nanoskaligen Strukturierungen aus Abbildung 27 wird mit diesem Abstandswert zusätzlich eine makroskopische Oberflächentopographie in Form einer Wellenstruktur erzeugt, wie dies die REM-Aufnahmen in Abbildung 29 und Abbildung 30 bei unterschiedlichen Vergrößerungen zeigen. Durch die Wahl der Richtung der Lasersteuerung lassen sich diese wellenartigen Strukturen parallel oder orthogonal zur Lasteinleitungsrichtung in der verklebten Probe ausrichten.

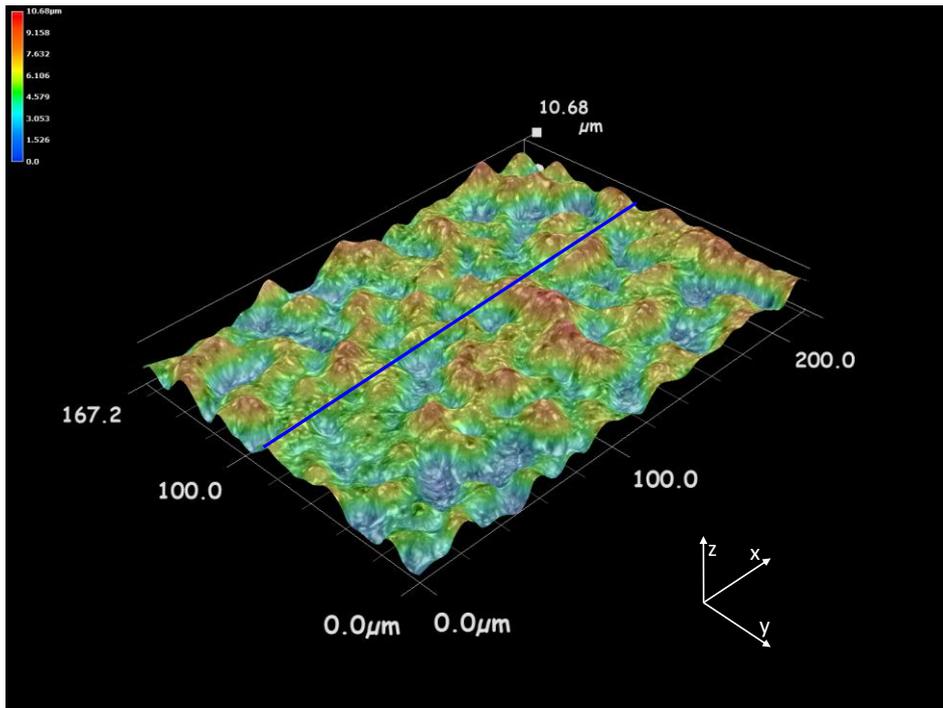


Abbildung 27: Rauigkeitsprofil der mit einem Laserlinienabstand von 10 μm behandelten Aluminiumoberfläche (EN AW-6156)

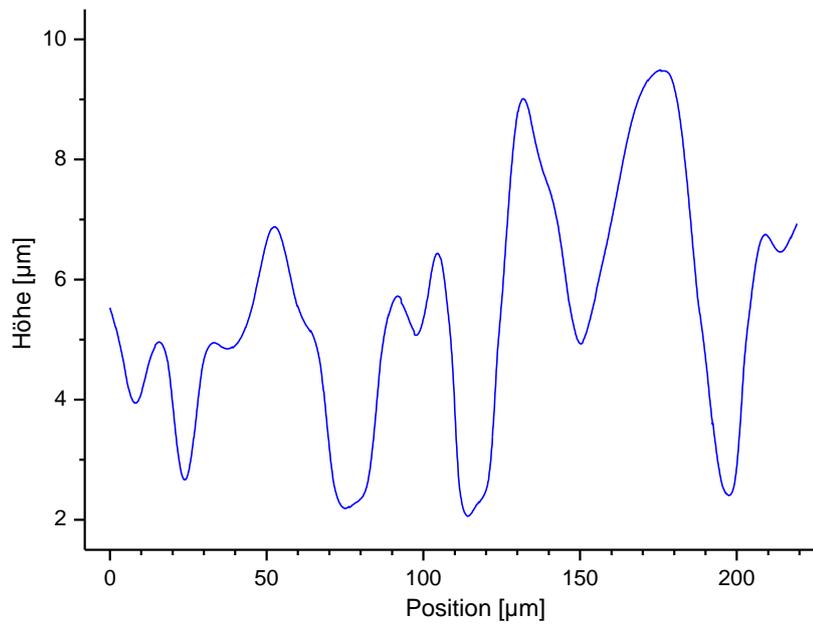


Abbildung 28: Linienförmiges Rauigkeitsprofil der Oberfläche aus Abbildung 27

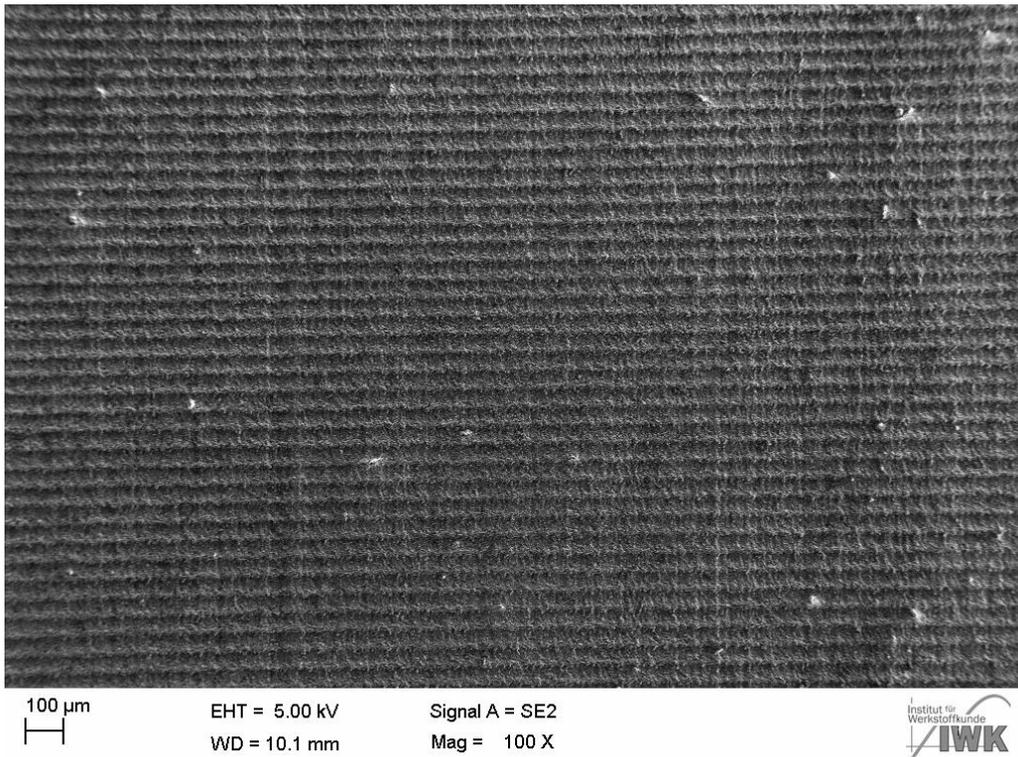


Abbildung 29: Oberflächentopographie nach Aktivierung mit einem Laserlinienabstand von 50 μ m in 100-facher Vergrößerung

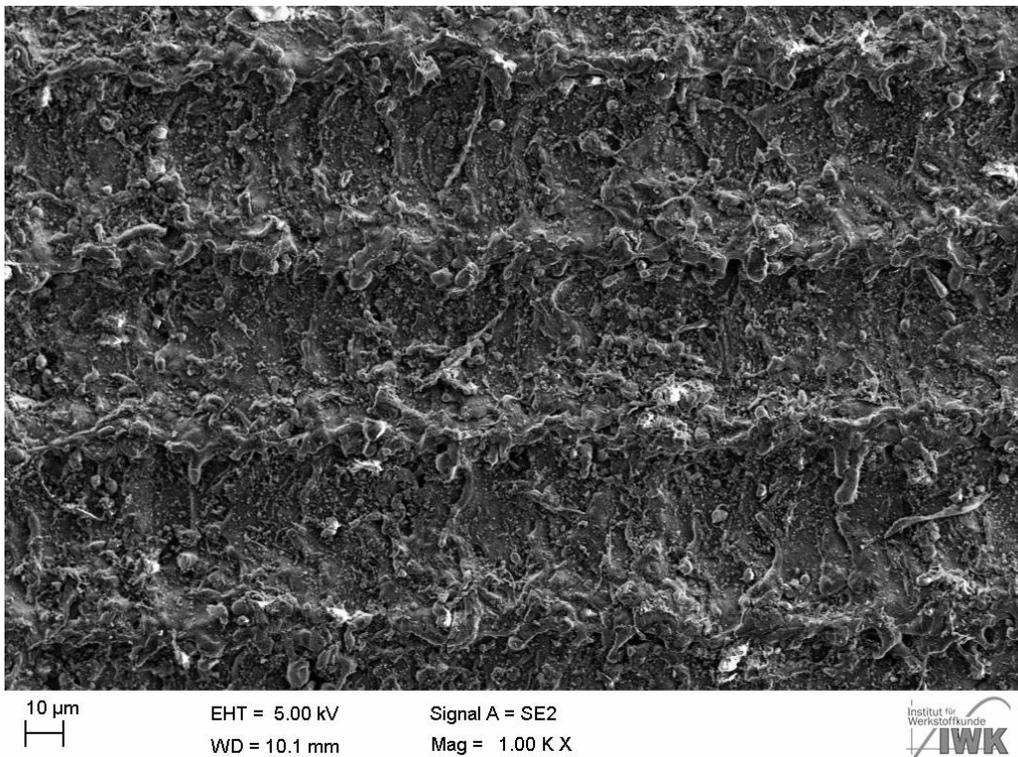


Abbildung 30: Oberflächentopographie nach Aktivierung mit einem Laserlinienabstand von 50 μ m in 1000-facher Vergrößerung

Zur Quantifizierung der Oberflächentopographie kam wieder das 3D-Digitalmikroskop zum Einsatz. In Abbildung 31 sind mit einer farbcodierten Höhendarstellung der Oberfläche drei Laserspuren zu erkennen. Abbildung 32 zeigt drei Höhenprofile der „Line Scans“ aus Abbildung 31. In dem parallel zur Laserspür ausgerichteten Höhenprofil L1 (rote Linie in Abbildung 31) sind deutlich die durch die einzelnen Laserpulse geschaffenen Vertiefungen innerhalb der Laserspür und in den Profilen Q1 und Q2 (blaue Linien in Abbildung 31), die quer zu den Laserspuren verlaufen, das aus der Laserspür abgetragene und zwischen den Laserspuren aufgeworfene Material zu erkennen. Hierbei zeigt sich besonders im Profil Q1 eine gleichmäßige Tiefe der drei Laserspuren von ca. 5µm bei einer Abtragbreite von ca. 30 µm. Des Weiteren sind in diesem Profil auch die Abstände der einzelnen Laserspuren von 50 µm gut zu erkennen.

Mit dem Lasersystem ist neben der vollflächigen Probenaktivierung auch eine sogenannte „partielle Aktivierung“ möglich. Hierzu wird der Abstand der Laserlinien, ausgehend von 50 µm auf bis zu 500 µm vergrößert. Bei dem Laserfokussdurchmesser von 50 µm verbleiben somit zwischen den Aktivierungslinien des Lasers verschieden breite, unbearbeitete Bereiche. Dabei sind die Aktivierungslinien wegen der materialbedingten Wärmeleitung im Metall breiter als der oben angegebene Laserstrahlfokus. Durch die geometrische mikroskopische Bildanalyse, bei der die ungelaserten und gelaserten Bereiche der Probenoberfläche vermessen wurden, errechneten sich über das Verhältnis von gelasert zur gesamten Probenoberfläche die in Tabelle 11 aufgeführten Aktivierungsgrade. Die Aktivierungsgeometrie kann darüber hinaus längs oder quer zur Probengeometrie und somit parallel oder orthogonal zur späteren Lasteinleitungsrichtung ausgerichtet werden, was für die späteren Untersuchungen wichtig ist.

Tabelle 11: Laserlinienabstände und Aktivierungsgrade bei einem Laserstrahldurchmesser von 50µm

Laserlinienabstand	[µm]	50	75	100	150	200	500	∞
Aktivierungsgrad α	[%]	100	87	73	48	36	15	0

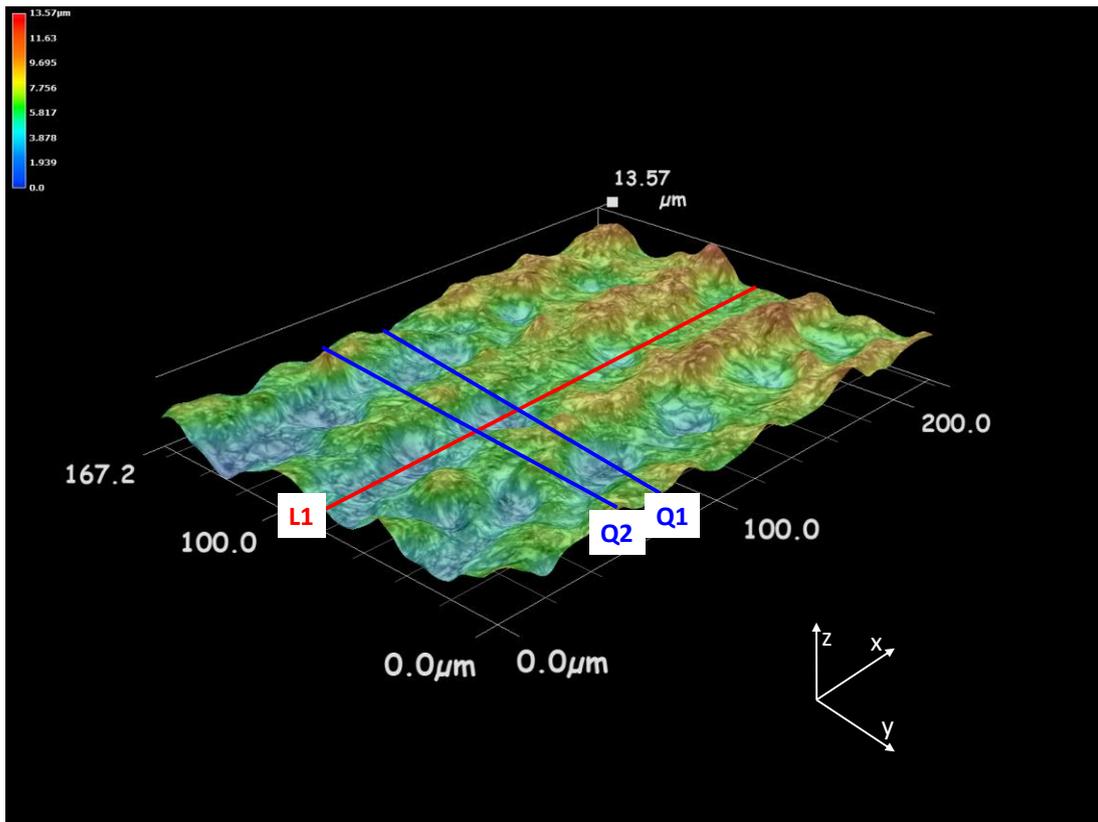


Abbildung 31: Oberflächentopographie (EN AW-6156) nach Aktivierung mit einem Laserlinienabstand von 50 μm in 1500-facher Vergrößerung

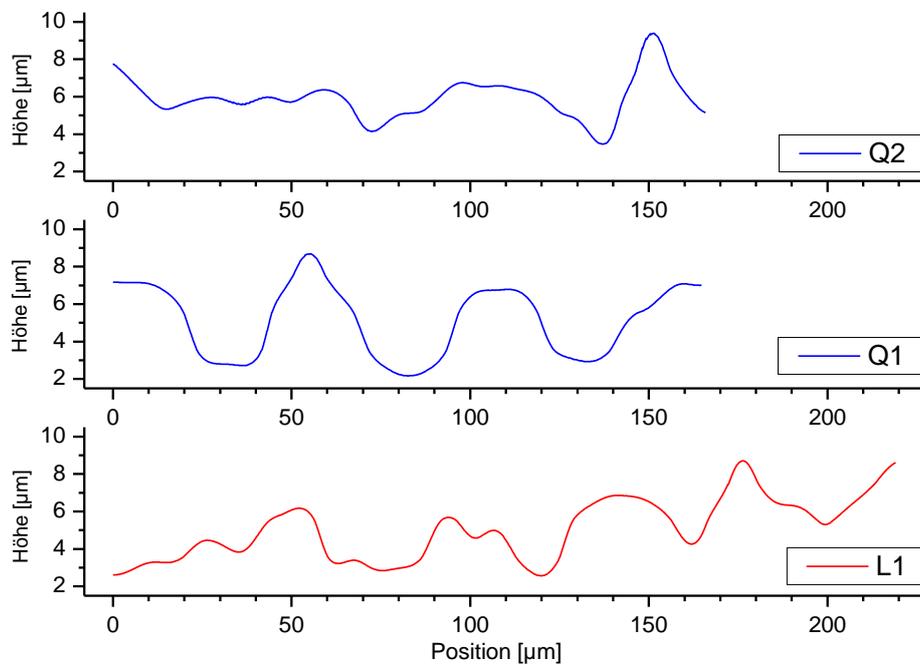


Abbildung 32: Rauigkeitsprofil aus Abbildung 31 längs (L1) und quer (Q1 & Q2) zur Aktivierungsrichtung bei einem Laserlinienabstand von 50 μm

Abbildung 33 zeigt die durch den Laser veränderten Oberflächenbereiche einer teilflächig mit einem Laserlinienabstand von 100 μm aktivierten Probe in einer farbcodierten Höhenprofilierung. Deutlich ist hier die Abgrenzung zwischen der aufgeschmolzenen Oberfläche und dem unbehandelten Material zu erkennen. Die linienförmigen Höhenprofile des Grundmaterials (L1, schwarze Linie) sowie der Laserabtragszone (L2, rote Linie) und des Materialaufwurfs (L3, rote Linie) sind in Abbildung 34 dargestellt. Hier ist anhand der dargestellten Höheninformationen eindeutig bei L2 ein relativ gleichmäßiger Abtrag im Bereich von 3 bis 4 μm und bei L3 ein Materialaufwurf von 1 bis 2 μm durch den Laserstrahl im Vergleich zu dem unbehandelten Grundmaterial des Profils L1 zu erkennen. Zusätzlich ist auch die vergrößerte effektive Oberfläche durch das veränderte Profilbild ersichtlich.

In einer 2500-fachen Vergrößerung zeigt Abbildung 35 die zentralen Einwirkzonen einzelner Laserpulse als kraterförmige Vertiefungen. Die Höhenprofile L1 (rote Linie) sowie Q1 bis Q3 (blaue Linien) der Abbildung 36 zeigen nochmal deutlich das Höhenniveau des Grundmaterials in den Außenbereichen, den Materialabtrag in der Profilmitte und den Materialaufwurf durch den Laserstrahl in den dazwischen liegenden Bereichen.

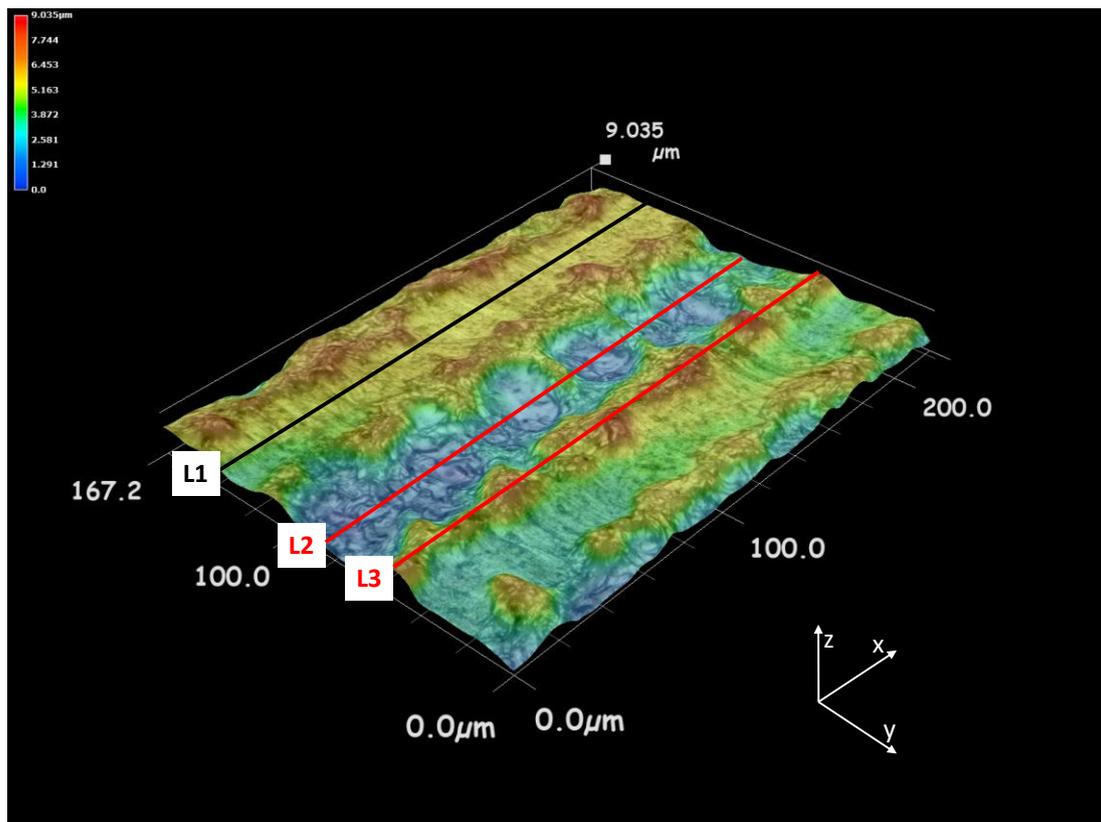


Abbildung 33: Rauigkeitsprofil längs zur Aktivierungsrichtung bei einem Laserlinienabstand von 100 μm bei einer 1500-fachen Vergrößerung

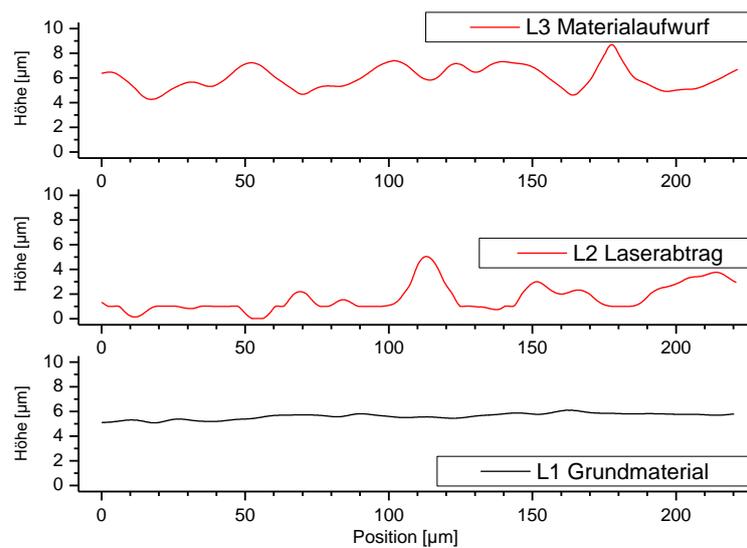


Abbildung 34: Rauigkeitsprofil der Oberfläche aus Abbildung 33

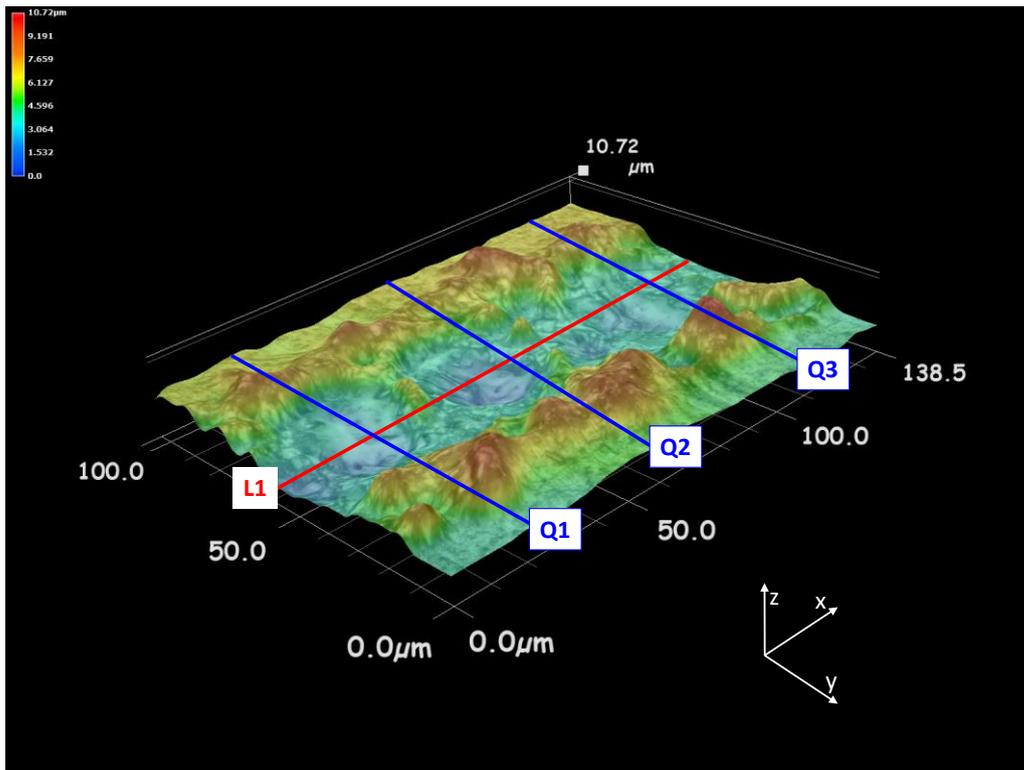


Abbildung 35: Rauigkeitsprofil der Aktivierung bei einem Laserlinienabstand von 100 μm in einer 2500-fachen Vergrößerung

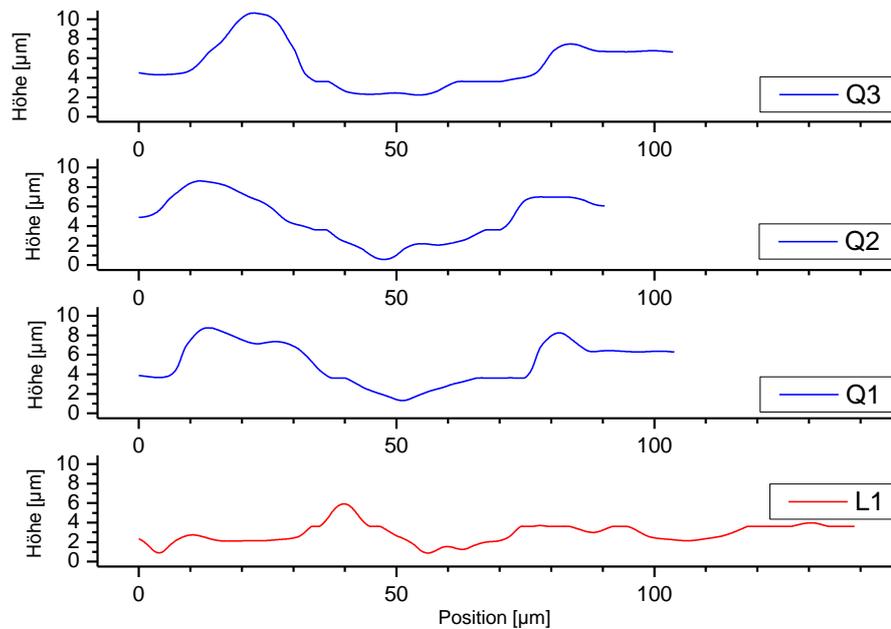


Abbildung 36: Rauigkeitsprofil der Oberfläche aus Abbildung 35

4.3.2. Einfluss der Oberflächenlasierung auf mechanische Eigenschaften

Zur Beurteilung der Güte einer Laserbehandlung der Fügeiteiloberflächen können mechanische Zug-Schertests verwendet werden. Um eine Zunahme der Zug-Scherfestigkeit zu erhalten, ist ein Mindestmaß an Laserleistung notwendig. Die Fügeiteile der Aluminiumknetlegierung EN AW-6009 wurden daher mit unterschiedlicher Leistung mit einem Laserlinienabstand von 50 µm zu 100 % aktiviert, zu Zug-Scher-Proben verklebt und mit einer konstanten Dehnrage von 10 mm/min bis zum Probenversagen verformt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 37 zusammengestellt. Hier ist ein stufenförmiger Anstieg der normierten Bruchkraft ab einer Laserleistung von etwa 50 % zu erkennen. Dies ist auch die Laserenergieschwelle, ab der im REM erstmals ein Aufschmelzen der Oberfläche sichtbar wird. Unterhalb dieser Aktivierungsenergieschwelle entspricht die Zug-Scherfestigkeit der Proben jener von ausschließlich durch Wischentfettung gereinigten und nicht laseraktivierten Proben. Diese Proben versagen dabei mit einem adhäsiven Bruchbild innerhalb der Grenzfläche zwischen Fügeiteil und Klebstoff, was auf eine schlechte Anbindung des Klebstoffmaterials an die Fügeiteiloberfläche schließen lässt. Bei Laserleistungen ab 50 % tritt die Festigkeitssteigerung ein und die Proben versagen kohäsiv. Das lässt auf eine Erhöhung der Festigkeit der Grenzschicht und somit eine verbesserte Anbindung des Klebstoffs an die Fügeiteiloberfläche schließen. Die adhäsive Festigkeit kann durch das Überschreiten der Laseraktivierungsenergieschwelle soweit gesteigert werden, dass sie nun über der kohäsiven Festigkeit des Klebstoffmaterials liegt (Gudladt, Frömmel 2010).

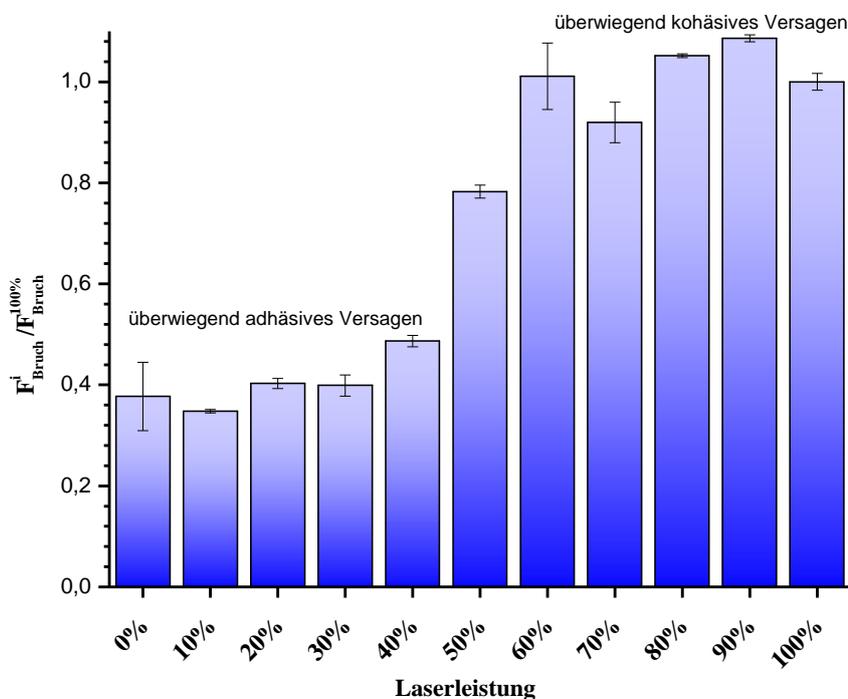


Abbildung 37: Normierte Zug-Scherkräften in Abhängigkeit von der eingekoppelten Laserenergie (EN AW-6009)

Im Sinne der Zug-Scherfestigkeit lässt sich aus Abbildung 37 als optimale Laserleistung ein Wert von 90 % ermitteln. Dieses Materialverhalten ist auch direkt auf die in den weiteren mechanischen Belastungsversuchen verwendete Aluminiumknetlegierung EN AW-6156 übertragbar.

Die laserinduzierten Materialveränderungen im Oberflächenbereich des Metallsubstrats der Legierung EN AW-6156 lassen sich nicht nur mittels Zug-Schertests sondern auch durch Mikrohärtemessungen verifizieren. In Abbildung 38 ist die Eindringtiefe als Funktion der aufgebrachten Kraft für Proben, die mit unterschiedlicher Laserenergie aktiviert worden sind, dargestellt. Generell nimmt die Eindringtiefe für alle Proben mit zunehmender Kraft zu. Darüber hinaus sind die Härteeindringkurven auch sensibel genug, um Unterschiede zwischen Proben aufzuzeigen, die mit weniger als 50 % Laserleistung behandelt wurden. Bei den REM-optischen Analysen war in diesem Bereich noch keine Oberflächenveränderung zu erkennen. In Abbildung 39 sind die Eindringtiefen für vier definierte Kräfte, die in Abbildung 38 durch Linien markiert wurden, dargestellt. Die Eindringtiefe für eine vorgegebene Kraft wächst dabei generell mit zunehmender eingestrahelter Laserenergie. Die Eindringtiefe nimmt bis zu einer Laserleistung von 20 % leicht zu. Für Leistungswerte von 30 und 40 % fällt sie wieder leicht ab, um ab ca. 50 % signifikant zu zunehmen. Die Zunahme der Eindringtiefe bei einer Laserleistung über 50% korreliert mit der deutlich im REM sichtbaren Oberflächenveränderung. Die laserinduzierte filigrane Oberflächenmorphologie, wie sie in Abbildung 21, Abbildung 22 und Abbildung 30 zu erkennen ist, bewirkt aufgrund der offenporigen Struktur eine geringere rauhigkeitsbestimmte Volumendichte und damit eine größere Eindringtiefe. Bei einer Laserleistung von 80 % ist die maximale Eindringtiefe erreicht.

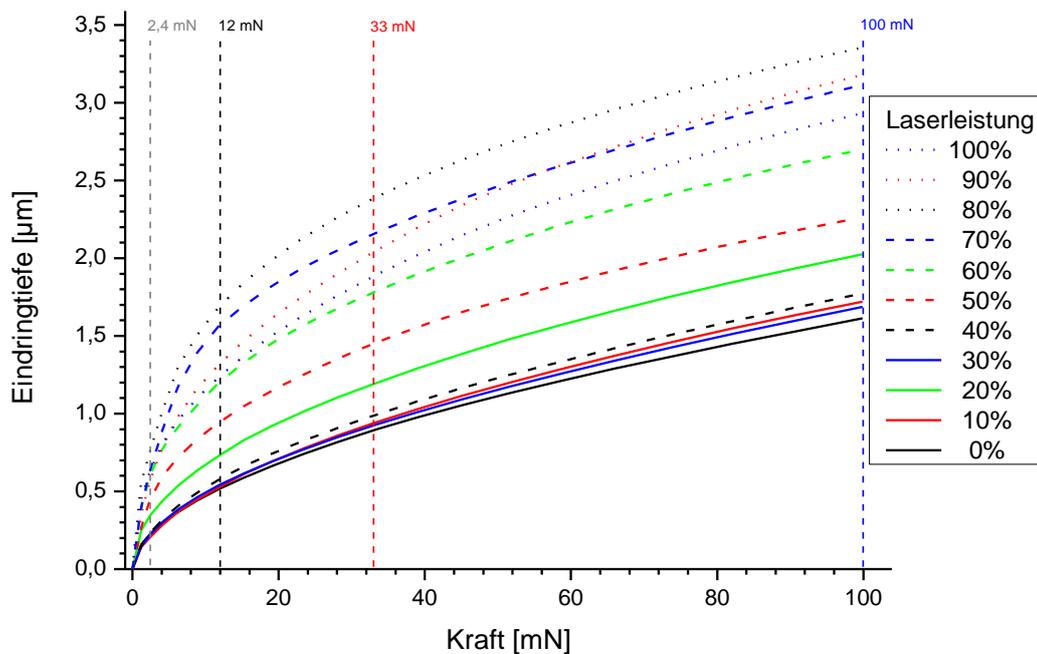


Abbildung 38: Auftragung der Eindringtiefe des Indenters als Funktion der Eindringkraft in Abhängigkeit der eingebrachten Laserleistung

Die verwendete Mikrohärtebestimmung eignet sich wegen ihres in dieser Arbeit verwendeten kleinen Kraftbereichs von maximal 100 mN und den daraus resultierenden, geringen Eindringtiefen hervorragend zur Messung von Qualitätsunterschieden der Oberflächentopographie. Der Indenter durchdringt die gebildete, 250 nm dicke, thermische Oxidschicht, stoppt aber in der 115 µm dicken Plattierschicht bei Eindringtiefen von 1,5 bis 3,5 µm, die noch durch die gebildete Oberflächentopographie mit beeinflusst werden.

Abbildung 40 zeigt die Ergebnisse einer Härtebestimmung mit einer maximalen Eindringkraft von 500 N (Zwick Z2,5 / TN1S) und Eindringtiefen zwischen 70 und 80 µm. Mit zunehmender Laserleistung ist eine Verringerung der Eindringtiefe erkennbar. Da die Oberflächentopographie bei diesen Tiefen keinen signifikanten Einfluss mehr auf das Ergebnis hat, lässt dies auf eine höhere Strukturhärte in diesem Eindringbereich schließen. Diese könnte sowohl von der gebildeten keramischen Oxidschicht wie auch von einem Einfluss des durch den Wärmeintrag des Lasers veränderten Grundmaterials herrühren. Zur Charakterisierung der laserinduzierten Oberflächenstrukturen ist diese Messmethode also nicht mehr geeignet.

Dagegen zeigen die Mikrohärte-Kurven mit Kräften von $F < 100$ mN schon bei einem geringen Energieeintrag von z.B. 30% Laserleistung Veränderungen im Eindringverhalten des Identers und geben so schon frühzeitig Aufschluss über die laserinduzierte Probenbeschaffenheit. Dies macht diese Methode quantitativ etwas sensitiver als die REM-optische Analyse der Oberflächenveränderungen. Sie ist darüber hinaus einfacher handhabbar und mit einem geringeren apparativen Aufwand verbunden, als dies bei REM-Analysen der Fall ist. Die Topographie der Oberfläche ist allerdings nicht zu entschlüsseln. Letzteres ist nur mittels REM möglich.

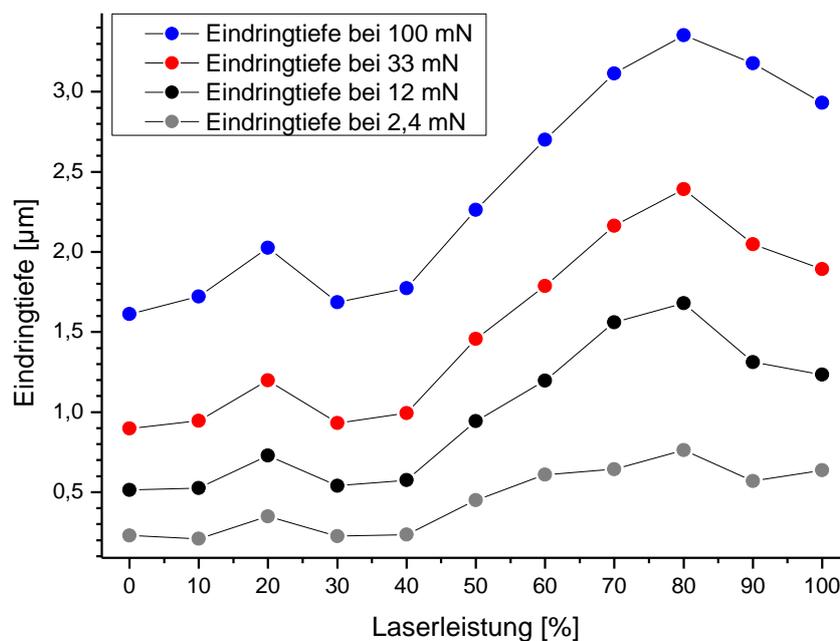


Abbildung 39: Eindringtiefe für verschiedene Kräfte aus Abbildung 38 als Funktion der Laserleistung

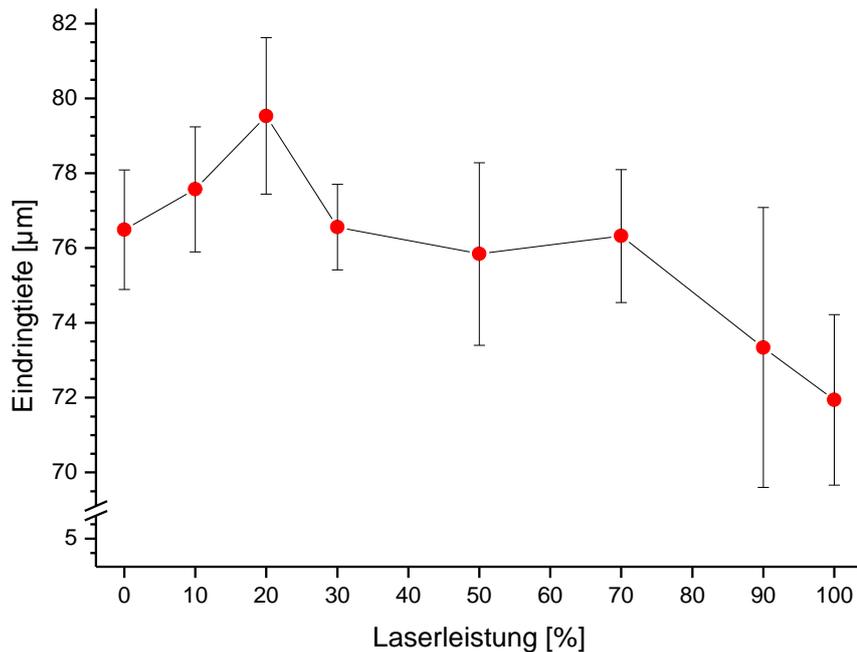


Abbildung 40: Eindringtiefe für eine Maximalkraft von 500 N als Funktion der Laserleistung

4.4. Chemische, thermische und mechanische Eigenschaften des Klebstoffmaterials

Zur Charakterisierung der verwendeten Klebstoffsysteme wurden die einzelnen Komponenten einer chemischen und thermogravimetrischen Analyse zur Bestimmung der Inhaltsstoffe und ihres Temperaturverhaltens unterzogen. Anschließend erfolgten Untersuchungen zum Aushärteverhalten und zum Aushärtegrad. Außerdem wurden die durch Variation der eingestellten Aushärtegrade sowie die durch den Temperatureinfluss bei Mehrfachanalysen induzierten Veränderungen der mechanischen Klebstoffeigenschaften untersucht.

4.4.1. Infrarot- und Massenspektroskopische Analyse

Zur Analyse der chemischen Zusammensetzung wurden die Klebstoffkomponenten mittels IR-Spektroskopie und Direkteinlass-Massenspektroskopie untersucht. Die eingesetzten Methoden sind u.a. im Lehrbuch „Analytische Chemie“ beschrieben (Schwedt 2008). Die Harzkomponente besteht aus den beiden in Abbildung 41 dargestellten Epoxidkomponenten Tetraglycidylmethylen-diamin (TGMDA) sowie Diglycidylether Bisphenol A (DGEBA). Während DGEBA mit zwei funktionellen Epoxidgruppen lineare Strukturen aufbauen wird, sorgen die vier Epoxid-Gruppen des TGMDA für

4.4.2. Thermogravimetrische Analyse

Zur Charakterisierung des thermischen Materialverhaltens der beiden Komponenten A und B des mit Aluminiumpulver gefüllten Hysol EA9394 wurde eine thermogravimetrische Analyse (TGA) durchgeführt. Wie in Abbildung 44 zu erkennen, findet man bei der Harzkomponente des Hysol EA9394 während des Durchlaufs 1, der unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt wurde, bis zu einer Temperatur von ca. 325°C eine Gewichtsreduzierung auf 85 %, die für Temperaturen von 550°C bis auf 52 % abfällt. Anschließend wird die zwischenzeitlich abgekühlte Probe in einem zweiten Durchlauf unter den oxidativen Bedingungen einer Sauerstoffatmosphäre erneut auf 550°C aufgeheizt. Zu Beginn des erneuten Aufheizens findet eine leichte Gewichtszunahme statt, was auf ablaufende Oxidationsprozesse zurückzuführen ist. Ab einer Temperatur von 345°C erfolgt durch Verbrennung des organischen Materials ein weiterer Gewichtsverlust bis auf eine Restmasse von ca. 40 %, die aus dem im Material enthaltenen Füllstoffen Aluminiumpulver und Silikat besteht.

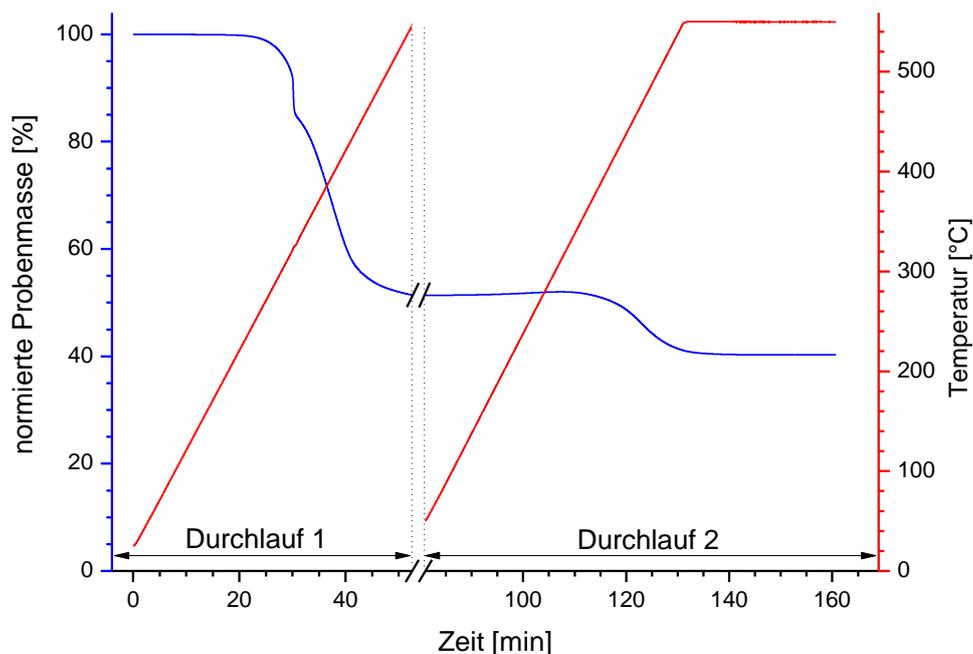


Abbildung 44: Thermogravimetrische Analyse der Harzkomponente A des Hysol 9394; Temperaturrampe von 10 K/min, 1. Durchlauf (links) unter Inertgasatmosphäre (N₂), 2. Durchlauf (rechts) unter Sauerstoffatmosphäre

Die Masse der Komponente B des Hysol EA9394 wird während des Aufheizvorgangs kontinuierlich in einem einstufigen Gewichtsabnahmeprozess bis zu einer Restmasse von ca. 7 % reduziert, wie in Abbildung 45 zu erkennen ist. Diese Restmenge besteht aus dem silikatischen Füllstoff. Eine nochmalige Erwärmung unter Sauerstoffatmosphäre hat somit keine weitere Massenreduzierung zur Folge.

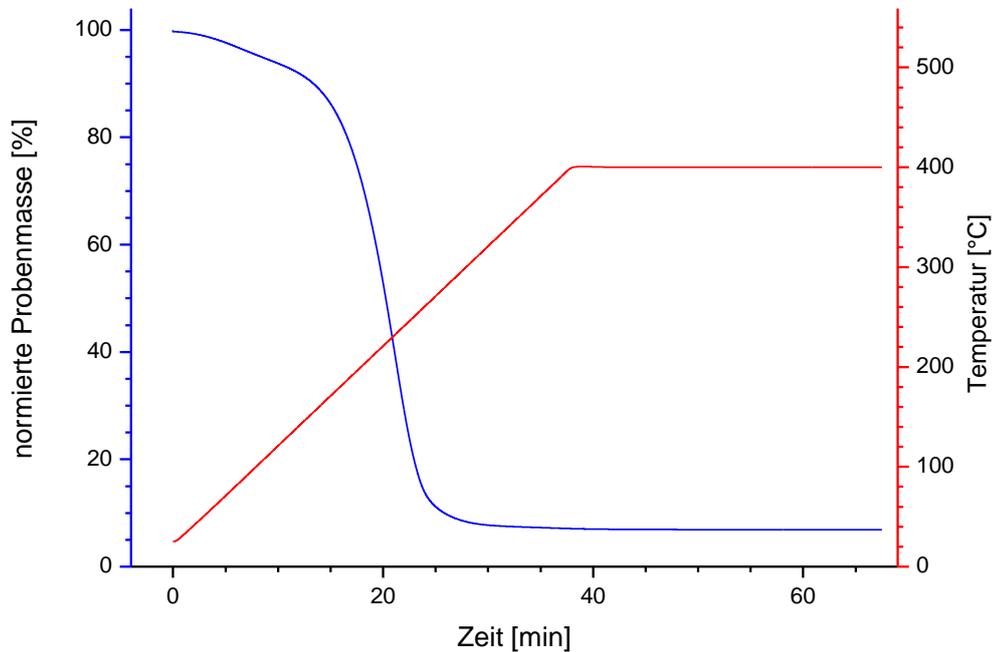


Abbildung 45: Thermogravimetrische Analyse der Härterkomponente B des Hysol 9394; Temperaturrampe von 10 K/min unter Inertgasatmosphäre

4.4.3. DSC-Analyse

Zur Bestimmung der Reaktionskinetik und der Aushärtegrade bei verschiedenen Aushärtetemperaturen über die entsprechenden Enthalpien wurde die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) eingesetzt. Hierzu wurden Klebstoffproben in der DSC definiert ausgehärtet und anschließend die Enthalpie bis zur vollständigen Aushärtung bestimmt. Durch den Vergleich mit den Messwerten einer unausgehärteten Hysol-Probe ließ sich der Aushärtegrad der vorausgelagerten Proben bestimmen. Sowohl das ungefüllte Hysol EA9396 (Abbildung 47) als auch das mit Aluminiumpulver gefüllte Hysol EA9394 (Abbildung 46) zeigten den für Duromere qualitativ erwarteten Verlauf des Aushärtegrades von der Aushärtetemperatur. Aufgrund des, auf die Gesamtmasse bezogenen, höheren Harzgehaltes des ungefüllten Klebstoffsystems ist der Zeitraum zum Erreichen des maximalen Aushärtegrades etwas länger für den mit Füllstoffen versehenen Vertreter. Wie in Tabelle 12 zu erkennen ist, liegen die für Temperaturen von 66°C und 100°C erreichbaren Aushärtegrade beider Klebstoffsysteme auf gleichem Niveau. Oberhalb von Raumtemperatur findet eine starke Beschleunigung der Reaktionsprozesse verbunden mit einer Zunahme des Aushärtegrades auf 92 %

statt. Eine vollständige Aushärtung ist jedoch auch bei den untersuchten Reaktionstemperaturen von bis zu 100°C nicht gemessen worden, da der notwendige reaktionsbestimmende Diffusionsprozess der Harz- und Härterbestandteile durch die fortschreitende Gelierung und anschließende Verfestigung durch das aufgebaute dreidimensionale Polymernetzwerk stark eingeschränkt wird. Erst bei einer Erhöhung der Reaktionstemperatur über den Glasübergangspunkt hinaus können die verbliebenen nicht abreagierten Bestandteile des Klebstoffs weiter umgesetzt werden. Ein weiterer Faktor für die unterschiedlichen Umsetzungsgrade bei verschiedenen Aushärtetemperaturen stellen die unterschiedlichen an der Reaktion beteiligten chemischen Gruppen mit ihren entsprechenden Aktivierungsenergien dar. Die Reaktivität der in der Härterkomponente vorliegenden primären Amine ist höher als die der sekundären und tertiären Amingruppen, so dass hierdurch schon eine Reaktionsabstufung erfolgen kann.

Die Messwerte, die den Grad der Aushärtung $A(t)$ festlegen, können mittels einer Avrami-Mehl-Funktion des Typs

$$\frac{A(t)}{A_{max}} = 1 - e^{(-\beta \cdot t^m)} \quad (22)$$

wie sie auch von Hayek-Boelingen im Rahmen seiner Arbeit verwendet hat (Hayek-Boelingen 2004), mit einer Reaktionsordnung von $m = 1$ angepasst werden. Daraus ergeben sich die in Tabelle 12 aufgelisteten maximalen Aushärtegrade mit $A_{max} = 65\%$ für Raumtemperaturhärtung und über 90% für Aushärtungen bei 100°C.

Tabelle 12: Maximale Aushärtegrade der beiden Epoxidsysteme für Temperaturen von 25, 66 und 100°C

Aushärtetemperatur	Maximale Aushärtegrade [%]		
	25°C	66°C	100°C
Hysol EA9394	70,09±3,10	87,66±5,75	90,48±0,13
Hysol EA9396	ca. 70	85,94±7,09	91,47±2,00

Die Aushärtungskinetik ist temperaturabhängig, was sich in den Exponenten β widerspiegelt. In Abbildung 48 wurde der temperaturabhängige Exponent β als Funktion des Kehrwerts der Temperatur aufgetragen. Wie für thermisch aktivierte Prozesse üblich, lässt sich dann bei bekannter molarer Gaskonstante R über die Arrhenius-Gleichung

$$\beta = \beta_0 \cdot e^{\left(\frac{-\Delta U}{R \cdot T}\right)} \quad (23)$$

die Aktivierungsenergie ΔU der Aushärtereaktion berechnen. Somit erhält man für das ungefüllte Hysol EA9396 eine Aktivierungsenergie von $\Delta U = 74$ kJ/mol bzw. von $\Delta U = 71$ kJ/mol für das gefüllte Hysol EA9394. Mit den so ermittelten Energiewerten lässt sich nun für jede Temperatur der Aushärtegrad als Funktion der Zeit für diese zwei Klebstoffsystem rechnerisch bestimmen.

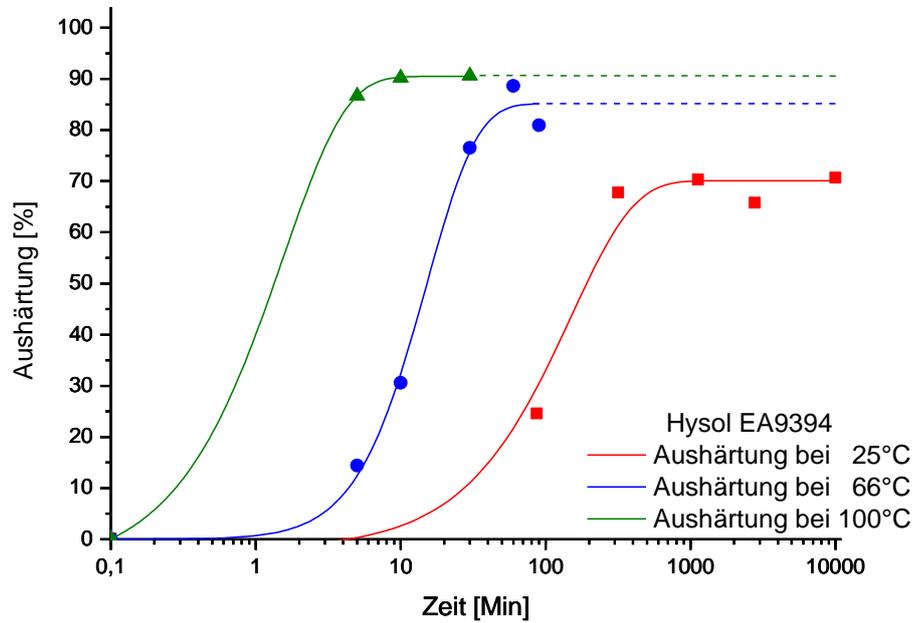


Abbildung 46: Darstellung des Aushärteverhalten des mit Aluminiumpulver gefüllten Epoxidsystems Hysol EA9394 bei Temperaturen von 25°C, 66°C und 100°C. Die erreichbaren Aushärtegraden entsprechen denen des ungefüllten Hysols EA9396 (Abbildung 47). Sie werden jedoch in kürzeren Zeiten erreicht.

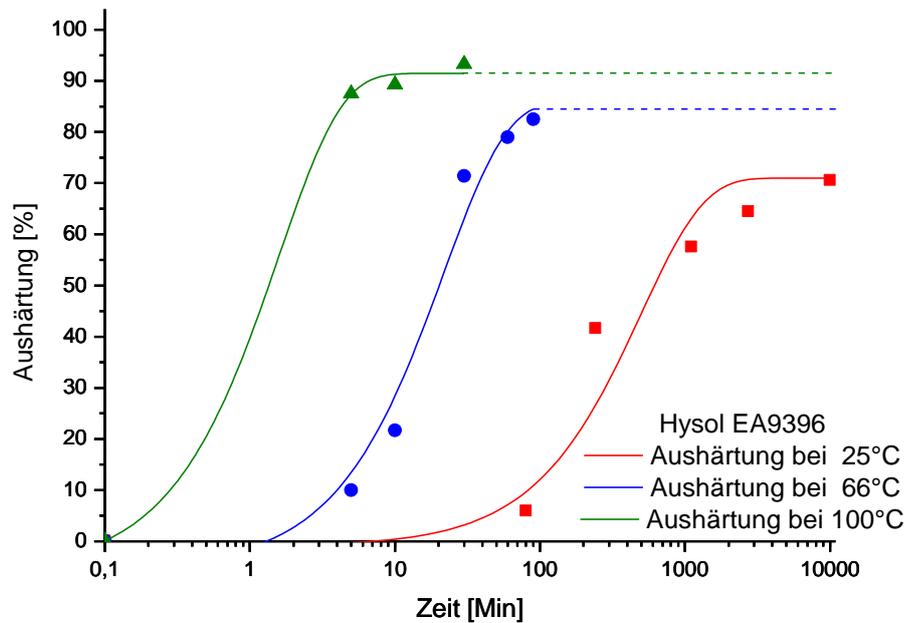


Abbildung 47: Darstellung des Aushärteverhalten des ungefüllten Epoxidsystems Hysol EA9396 bei Temperaturen von 25°C, 66°C und 100°C. Der Aushärtegrad nimmt mit zunehmender Aushärtetemperatur bis zu einem Grad von ca. 92% zu.

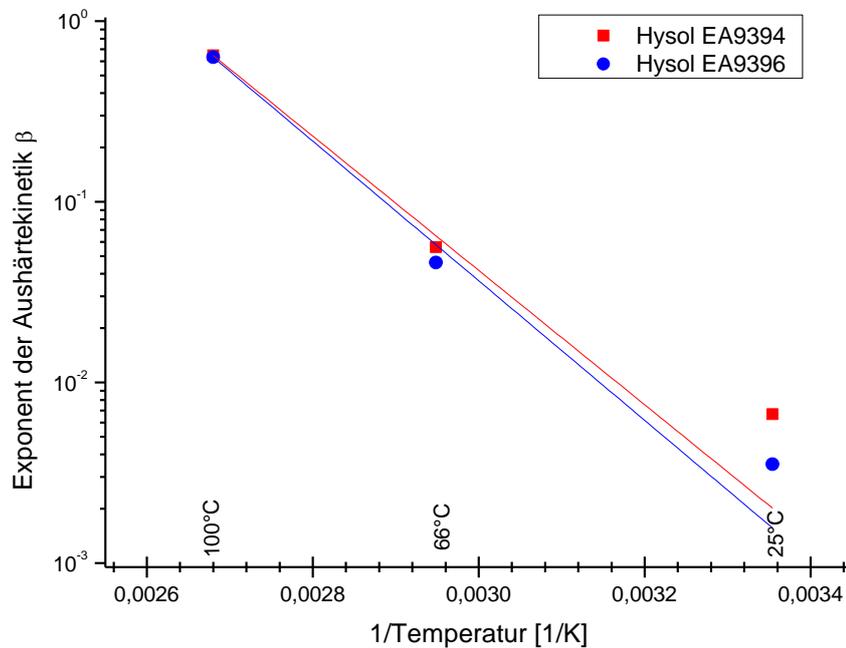


Abbildung 48: Darstellung der ermittelten Exponenten der Aushärtekinetik aus den Verläufen der Aushärtereaktionen

4.4.4. Mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit des Aushärtegrads

Alle Polymere zeigen unterschiedlich stark ausgeprägt viskoelastisches Verhalten. Dies bedeutet, dass ihre charakteristischen mechanischen Eigenschaften zwischen denen von idealen Festkörpern und hochviskosen Medien liegen. Eine aufgebrachte, zyklische Kraft verursacht im zu untersuchenden Material eine Dehnungsreaktion. Diese Reaktion folgt für ideal elastische Festkörper nach dem Hook'schen Gesetz ohne Zeitverzögerung bei einer sinusförmig aufgebrachten Kraft. Die Phasenverschiebung δ zwischen der Spannung σ und der Dehnung ε liegt für visko-elastische Materialien bei $0^\circ < \delta < 90^\circ$. Daraus ergibt sich für den E-Modul der folgende Zusammenhang:

$$E^* = E' + iE'' \quad (24)$$

Diese Gleichung lässt sich in den Anteil des Speichermoduls als charakteristische Größe für den Anteil des elastischen Verhaltens

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos(\delta) \quad (25)$$

und in den Verlustmodul als Charakteristikum der fluiden Eigenschaften

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin(\delta) \quad (26)$$

zerlegen.

Zur Quantifizierung der Materialeigenschaften von Polymeren kann mittels einer dynamisch-mechanischen Analyse (DMA) der komplexe E-Modul E^* des Duromers bestimmt werden. Allgemein gilt dann:

$$E^* = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon(t)} = \frac{\sigma_0 \cdot e^{i(\omega t + \delta)}}{\varepsilon_0 e^{i\omega t}} = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\right) e^{i\delta} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos(\delta) + i \sin(\delta)) \quad (27)$$

wobei aus dem zeitabhängigen Kraft- bzw. dem korrespondierenden Dehnungssignal ($\sigma(t)$ bzw. $\varepsilon(t)$) die Phasenverschiebung δ der beiden Signale bestimmt werden kann.

Für eine Phasenverschiebung von $\delta = 0$ gilt:

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \text{ und } E'' = 0 \quad (28)$$

Je größer die Phasenverschiebung δ wird, umso mehr trägt der Verlustmodul zu dem komplexen E-Modul E^* bei. Das Verhältnis von Verlust- zu Speichermodul lässt sich als Verlustfaktor

$$\tan\delta = \frac{E''}{E'} = \frac{\sin(\delta)}{\cos(\delta)} \quad (29)$$

definieren. Sowohl der Verlauf des Speicher- als auch der des Verlustmoduls sind darüber hinaus auch temperaturabhängig.

Als charakteristische Größe für Polymere hat sich der Glasübergangsbereich T_G etabliert, in dem die Materialeigenschaften von dem energieelastischen in den entropieelastischen Zustand übergehen. Dabei erfolgt durch die zugeführte Energie (thermisch über Temperaturerhöhung oder mechanisch durch Frequenzveränderung) eine Schwächung der niederenergetischen Wechselwirkungen der Polymerketten untereinander. Dies äußert sich z.B. in einem Abfall des Speichermoduls oder einem temporären Anstieg des Verlustmoduls (Chartoff, Menczel, Dillman 2009).

Die DMA-Technik wurde in dieser Arbeit zur Charakterisierung der thermo-mechanischen Eigenschaften des reinen Klebstoffmaterials angewandt. Für die folgenden Versuche wurden Proben mit 50 μm und 100 μm bzw. 200 μm und 400 μm Dicke verwendet. Die Proben bestanden alle aus dem Hysol EA9394. Die beiden Komponenten des Klebstoffs wurden zuerst, wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben, unter Unterdruck im doppelt-zentrifugal arbeitenden Mischer homogenisiert. Danach wurde der Klebstoff auf eine Teflonform aufgetragen und zunächst eine Stunde bei Raumtemperatur und anschließend für zwei Stunden bei 66°C ausgehärtet. Die unterschiedlich dicken, rechteckigen Klebstofffolien wurden in der Film-Faser-Klemme befestigt und sinusförmig mit einer Frequenz von 1 Hz im Zugbereich belastet. Die eingesetzte Kraft betrug dabei für Folien mit Dicken unter 150 μm 0,1 N. Die Folien mit Dicken von 200 μm und 500 μm wurden mit einer Kraft von 1,0 N belastet. Wie in Tabelle 13 dargestellt, startet das Messprogramm mit einem Temperatenausgleich bei 50°C, um dann

nach einer isothermen Phase von 5 Minuten mit einer Temperaturrampe von 5 K/min auf 200°C aufzuheizen. Diese Temperatur wird dann auch wieder für 5 Minuten konstant gehalten, bevor der Abkühlvorgang mit Druckluft einsetzt.

Tabelle 13: Ablaufschema eines Durchlaufs des verwendeten DMA-Programms zur Bestimmung des Glaspunktes

Schritt 1	ausgleichen bei 50°C
Schritt 2	Datenspeicherung ein
Schritt 3	isotherm bei 50°C für 5 min
Schritt 4	Temperaturrampe 5 K/min bis 200°C
Schritt 5	isotherm für 5 min
Schritt 6	Datenspeicherung aus

In Abbildung 49 sind die mit diesem Messprogramm ermittelten temperaturabhängigen Daten für Speicher- sowie dem Verlustmodul (blau bzw. rot) von zwei Durchläufen derselben Probe dargestellt. Dabei ist ein gleichmäßiger Abfall des Speichermoduls mit zunehmender Temperatur für beide Durchläufe ersichtlich. Der Verlustmodul hingegen zeigt für die zwei Versuchsdurchläufe ein unterschiedliches Verhalten. Bei einer konstanten Belastungsfrequenz charakterisiert das lokale Maximum im Verlauf der $E''(T)$ -Kurve die Glasübergangstemperatur T_G . Der Peak des Glasübergangs bei $T_G = 97^\circ\text{C}$ wird während des ersten Durchlaufs größtenteils von dem Reaktionspeak der Nachvernetzungsreaktion überlagert. Letzter bewirkt einen Anstieg von T_G . Dies zeigt sich dann im zweiten DMA-Durchlauf in der Lage des Peaks zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur. Dieser ist nun auf eine Temperatur von 180°C angehoben worden. Während des zweiten Durchlaufs ist keine weitere Vernetzungsreaktion mehr erkennbar. Die Nachvernetzung ist also schon am Ende des ersten Durchlaufs für die Temperatur von $T = 200^\circ\text{C}$ abgeschlossen. Dies ist wurde auch durch die in Kapitel 4.4.3 bestimmte Geschwindigkeit der Aushärtekinetik bei der maximalen Durchlauftemperatur rechnerisch bestätigt. Da bei 200°C die finale Aushärtung schon nach wenigen Sekunden erreicht ist, verändert sie das mechanische Verhalten des Klebstoffs bei weiteren Messungen nicht mehr.

In Abbildung 50 sind die Glasübergangstemperaturen von Klebstoffproben unterschiedlicher Dicke im Verlauf von vier DMA-Durchläufen dargestellt. Zwischen den ersten und dem zweiten Durchlauf erfolgt, wie erwartet, bei den dünnen Klebstofffolien ein signifikanter Anstieg der Glastemperatur von 110°C auf 170°C. Die Probe mit einer Dicke von 500 µm zeigt schon beim ersten Durchlauf eine Glastemperatur von ca. 180°C, die nur noch moderat ansteigt. Der Anstieg der Glasübergangstemperatur lässt sich generell mit einem Nachvernetzungsprozess bei Temperaturen, die oberhalb der ursprünglichen Aushärtetemperatur von 66°C liegen, erklären. Bei den folgenden Durchläufen sinkt die Glastemperatur wieder leicht ab, was auf die Probenalterung durch beginnende Netzwerkschwächungen (z.B. durch Brechen einzelner Bindungen) zurückgeführt werden kann. In Abbildung 51 sind die Glaspunkte einer Folienprobe von 100 µm Dicke für zehn DMA-Durchläufe dargestellt. Nach dem schon in Abbildung 50 gezeigten Anstieg der Glasübergangstemperaturen nach dem ersten Durchlauf, nähert sich die Glastemperatur für weitere Durchläufe einem Grenzwert von ca. 160°C.

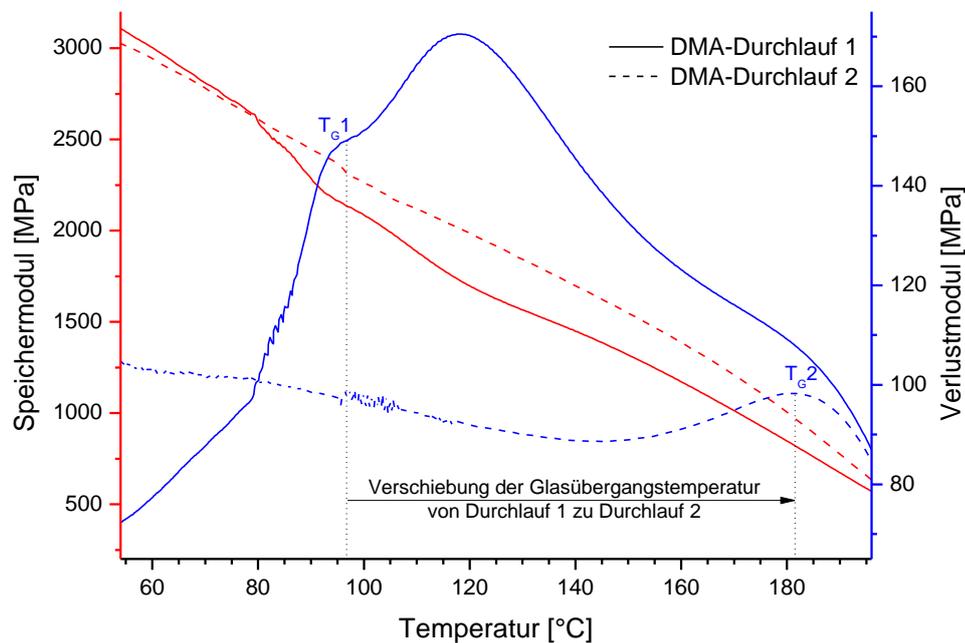


Abbildung 49: Charakteristische DMA-Grafik einer Klebstoffprobe mit Darstellung von Speicher- und Verlustmodul

Eine Veränderung des Vernetzungszustands sollte sich neben dem Einfluss auf die Glasübergangstemperatur auch in den Werten des Speichermoduls widerspiegeln. Der Verlauf des Speichermoduls für vier aufeinanderfolgende DMA-Durchläufe ist in Abbildung 52 aufgetragen. Hier ist bei den drei dünnen Folienproben ein Steifigkeitsanstieg nach dem ersten Durchgang zu erkennen, was sich mit einer Nachvernetzung durch die Temperaturebeaufschlagung auf den Klebstoff oberhalb der ursprünglichen Aushärtetemperatur von 66°C erklären lässt. Die 500 µm-Probe, die nur einen moderaten Anstieg des Glaspunktes erkennen ließ, zeigt auch nur einen geringen Anstieg des Speichermoduls. Bei weiteren Durchläufen bleibt der Speichermodul nahezu konstant. Wie sich auch in Abbildung 52 zeigt, scheint die Bestimmung des Speichermoduls bei Proben mit Ausgangsdicke von 50 bis 200 µm starken Schwankungen zu unterliegen. Dies lässt sich auf ungleichmäßige Materialschrumpfungen während des Aushärtevorgangs zurückführen, die sich in stark ungleichen Probendicken widerspiegelt. Berücksichtigt man diesen Einflussfaktor auf die mechanischen Eigenschaften, zeigen alle Proben unter 250 µm Dicke ähnliches Verhalten in Bezug auf die Glasübergangstemperatur bzw. den Speichermodul. Weniger ausgeprägt sind die Änderungen dieser Eigenschaften bei den 500 µm dicken Proben. Hier scheint eine Veränderung des Polymernetzwerks durch Temperatureinfluss nur noch einen untergeordneten Einfluss sowohl auf die Glasübergangstemperatur als auch auf den Speichermodul zu haben.

Die dargestellten Eigenschaftsunterschiede von Klebstoffproben verschiedener Dicke könnte auch auf ein unterschiedliches, probendickenabhängiges Ausgasungsverhalten der leicht flüchtigen Bestandteile der Härterkomponente, was auch in Abbildung 45 zu erkennen ist, zurückzuführen sein.

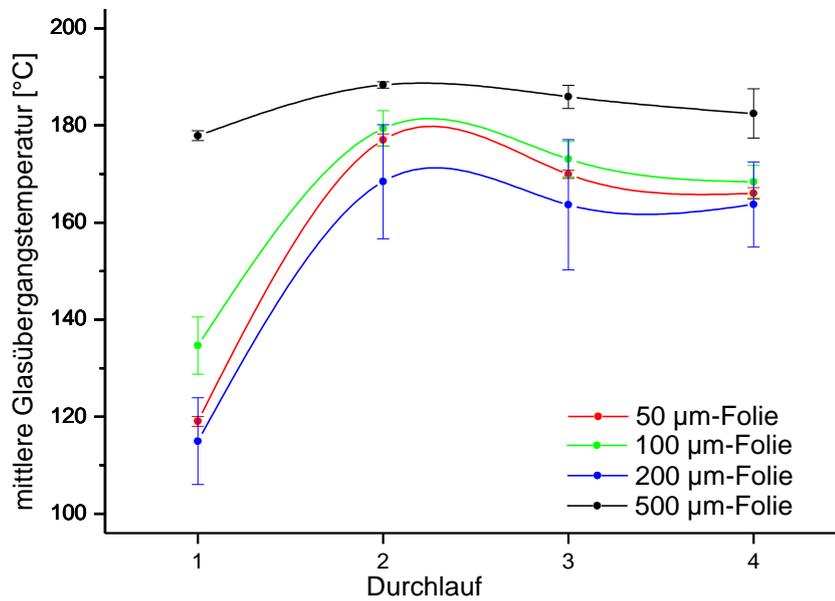


Abbildung 50: Änderung der Glasübergangstemperatur für Proben unterschiedlicher Dicke nach mehreren DMA-Durchläufen, bei denen die Proben unter Last auf 200°C erwärmt wurden.

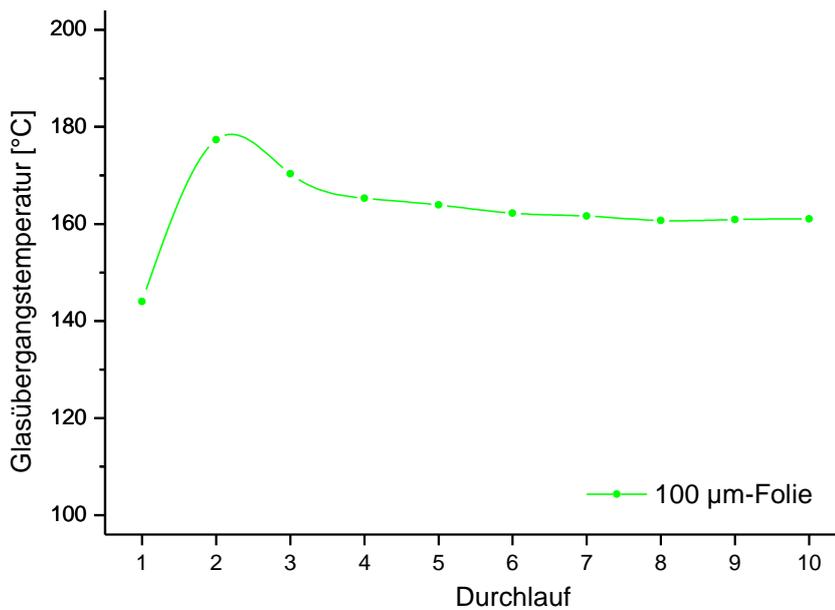


Abbildung 51: Änderung der Glasübergangstemperatur einer 100 µm-Probe bei einem 10-fachen Durchlauf des DMA-Programms

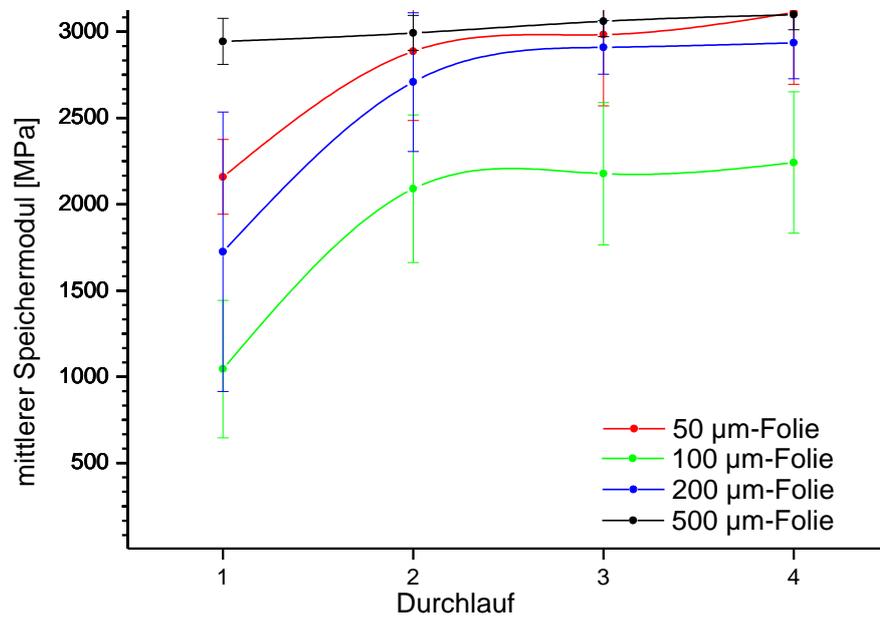


Abbildung 52: Änderung des Speichermoduls für Proben unterschiedlicher Dicke mehrerer DMA-Durchläufen, bei denen die Proben unter Last auf 200°C erwärmt wurden. Der Speichermodul wurde immer zu Beginn des Durchlaufs bei einer Temperatur von ca. 50°C bestimmt.

4.5. Zusammenfassung der Erkenntnisse zu Probenpräparation und Materialeigenschaften

Die Versuche haben gezeigt, dass die Reproduzierbarkeit der Probenfertigung einen entscheidenden Einfluss auf die Güte der Ergebnisse hat. Die mechanischen Eigenschaften der Klebstoffe sind dabei stark von den Aushärtebedingungen abhängig. Klebstoffsysteme, die bei Raumtemperatur ausgehärtet wurden, vernetzen mit zunehmender Zeit immer weiter. Somit sind Untersuchungen an einer Fertigungscharge, die sich über mehrere Tage erstrecken können, nur bedingt aussagekräftig. Für einen definierten und unter Lagerungs- wie auch Versuchsbedingungen stabilen Zustand des vernetzten Klebstoffs ist es notwendig, diesen bei erhöhten Temperaturen aushärten zu lassen. Es wurde gezeigt, dass die durch unterschiedliche Mischmethoden in das Klebstoffvolumen eingebrachten Defekte Einfluss auf die kohäsiven Probenfestigkeiten haben. Eine Erhöhung der Defektdichte wie auch der Defektgröße spiegelt sich in einer Verminderung der statischen Festigkeit bzw. Verkürzung der Ermüdungslebensdauer wider. Eine optimale Mischung der zwei Komponenten des Klebstoffs ohne das Einbringen effektiver Fehlstellen wird durch das Doppel-Zentrifugal-Mischsystem mit der Verwendung von Unterdruck während des Mischvorgangs erreicht. Darüber hinaus muss für eine gute adhäsive Anbindung des Klebstoffs an die Fügeiteiloberfläche diese definiert gereinigt und aktiviert werden, was mit der Laserbehandlung erreicht wird. Um optimale Versuchsergebnisse zu erhalten, werden alle in dieser Arbeit verwendeten Proben nach dem gleichen Schema gefertigt.

Die Fügeiteiloberflächen werden dazu definiert mit dem institutseigenen Markierlasersystem aktiviert. Die beiden Klebstoffkomponenten werden nach Herstellervorschrift in einen Einwegbecher eingewogen und dann bei einem Druck von 25 mbar durch doppelt-zentrifugal wirkende Rotationskräfte vermischt. Anschließend erfolgt der Auftrag des Klebstoffs auf jeweils beide Fügeiteile mittels eines Rakels in einer Lehre. Der gleichzeitige Fügevorgang von acht Zug-Scher-Proben erfolgt in einer Passform, die durch die fixierte Position der Fügeiteile sowohl die Verbundgeometrie als auch die Dicke der Klebstofffuge vorgibt. Alle Proben sind etwa 10 Minuten nach Ende des Mischvorgangs gefügt. Die Aushärtezeit startet direkt nach dem Ende des Mischvorgangs. Nach einer Stunde bei Raumtemperatur, erfolgt die weitere Aushärtung in einem auf 66°C vortemperierten Ofen für 1000 Minuten. Nach Abschluss des Aushärtevorgangs wird die Lehre aus dem Ofen entnommen und nach Abkühlung die Verbundproben entfernt. Vor allen folgenden Prüfungen werden die Proben in Aluminiumfolie verpackt und bei Raumtemperatur mindestens 24 Stunden gelagert. Für Temperaturen, die unterhalb der Aushärtetemperatur von 66°C liegen, ist gemäß den DSC-Untersuchungen aus Kapitel 4.4.3 keine Veränderung des erreichten Aushärtegrades mehr zu erwarten. Somit ist der Produktionsweg der höchst möglichen Zuverlässigkeit eingestellt.

5. Mechanisches Verhalten geklebter Verbunde

Durch die in Kapitel 4 vorgestellten Optimierungsmethoden in Bezug auf kohäsive Klebstofffestigkeit und Fügeflächenbehandlung konnte die statische Festigkeit geklebter Verbunde um das Doppelte gesteigert werden. Die adhäsive Festigkeit der Grenzfläche zwischen Substrat und Klebstoff liegt dabei über der kohäsiven Festigkeit des Klebstoffmaterials, und der Verbund versagt kohäsiv. Dies gilt jedoch nur für eine optimale Vorbereitung der Oberflächen vor dem Klebeprozess, welche durch eine gewissenhafte Oberflächenreinigung und Oberflächenaktivierung erreicht werden kann. Eine Überprüfung der Güte der Oberflächenvorbehandlung ist jedoch direkt vor der Verarbeitung nicht möglich. Wenn aber die angestrebte Effektivität der Oberflächenbehandlung nicht erreicht wird, stellt die an der Oberfläche ausgebildete Grenzfläche das schwächste Glied der Klebung dar. Zur Charakterisierung der Größe des Einflusses der Oberflächengüte auf die Festigkeitsparameter einer Klebung soll nun durch teilflächige Aktivierung der Oberfläche der Verbund definiert geschwächt und anschließend zerstörend getestet werden.

5.1. Bruchmechanische Aspekte unter Berücksichtigung einer Fehlstellenhypothese

Das Materialversagen basiert auf rissinitiierenden Fehlstellen (Mikrodefekte – Risse) und lässt sich nicht mit den gängigen Annahmen der Kontinuumsmechanik beschreiben. Letztere ist nicht zur Beschreibung der Spannungsverteilung im Bereich einer Risspitze vorgesehen, da das Kontinuum frei von Ungängen sein muss. Die Grundlage zur Beschreibung des riss-basierten Versagens wurde mittels der linear-elastischen Bruchmechanik gelegt und von Irwin 1957 durch Modifikation des Griffith-Ansatzes für sprödes Materialbruchverhalten formuliert (Griffith 1920, Griffith 1920). Ein ideal spröder Riss wird sich immer ausbreiten, wenn die durch den Rissfortschritt frei werdende Energie größer ist als die Energiemenge, die zur Bildung einer neuen Oberfläche benötigt wird. Letztere beinhaltet die spezifische Oberflächenenergie γ . Bruchmechanisch formuliert breitet sich ein Riss genau dann aus, wenn seine Energiefreisetzungsrate G größer als der Risswiderstand R ist.

Nach Griffith gilt für G :

$$G = \frac{\sigma_c^2 a \pi}{E} \quad (30)$$

Der Risswiderstand R_c kann dann zu

$$2\gamma_0 = R \quad (31)$$

Bestimmt werden. Für instabile Rissausbreitung gilt dann:

$$\Delta = G - R \text{ mit } \Delta > 0 \quad (32)$$

Für $\Delta < 0$ erhält man eine stabile Rissausbreitung, und der Riss kann bei Abwesenheit äußerer Spannungen jederzeit gestoppt werden.

Irwin postulierte, dass der zur Risserweiterung benötigte Energiebedarf vollständig von der freiwerdenden elastischen Energie aufgebracht werden muss. Diese zur Risserweiterung mindestens notwendige Risserweiterungskraft bezeichnete er als G_c . Die Größe G_c charakterisiert also das Versagen des Bauteils.

Alle bis jetzt getroffenen Aussagen beruhen auf der Annahme, dass ideal sprödes Rissverhalten vorliegt. Für Materialien, die sich nicht ideal spröde verhalten, kommen noch die in Kapitel 2.3 definierten Anteile hinzu, die den Risswiderstand erhöhen. Für Metalle dominieren die Oberflächenenergie und der Energieanteil der plastischen Verformung U_{plast} den Risswiderstand, d.h. U_{kin} und U_{therm} sind vernachlässigbar. Bei Kunststoffen liegen jedoch alle vier Energieanteile in ähnlichen Größenordnungen und müssen streng genommen für die Aufstellung der Energiebilanz berücksichtigt werden. Somit erhält man

$$\Delta = \frac{\pi a \sigma^2}{E} - 2\gamma_0 - \frac{\partial}{\partial 2a} (U_{plast} + U_{kin} + U_{therm}) \quad (33)$$

für die freiwerdende Energie (Schwalbe 1980).

Die Bruchmechanik ist also in der Lage, das kohäsive Versagen in einer Klebschicht zu beschreiben. Kohäsives Versagen liegt also vor, wenn

$$\sigma_c = \frac{K_c}{\sqrt{\pi a_c^*}} \cdot \frac{1}{f\left(\frac{a}{w}\right)} \quad (34)$$

überschritten wird. Die Größe a_c^* stellt dabei den kritischen Defekt im Klebstoff dar, dem eine effektive Risslänge zugeordnet werden kann.

Unter der Annahme, dass nicht ein definierter Defekt, sondern ein Defektspektrum $\langle a_c^* \rangle$ vorliegt, folgt, dass auch die kritische Spannung durch ein Spektrum repräsentiert wird. Somit gilt für $\langle \sigma_c \rangle$:

$$\frac{1}{\sqrt{\langle a_c^* \rangle}} \sim \langle \sigma_c \rangle \quad (35)$$

Die Zuverlässigkeit eines Bauteils ist somit von der Größenverteilung der Defekte abhängig. Das Vorliegen dieser Größenverteilung der versagensauslösenden Defekte zeigt sich, wie in Kapitel 4 dargestellt, in einer Streuung der Bruchkräfte unter quasi-statischer Beanspruchung bzw. der Bruchlastschwingspielzahlen unter Ermüdungsbedingungen. Diese Annahme gilt, wie in Kapitel 4.2.2 in Abbildung 17 und Abbildung 19 gezeigt, zuerst einmal für kohäsive Brüche.

Das Versagen der geklebten Struktur wird durch das schwächste Glied in der Kette bestimmt. Dieses findet man entweder im Volumen der Klebschicht oder auch in Form einer schlechten Anbindung der Klebstoffmoleküle an das Substrat bei der Grenzschicht (Abbildung 7). Im Fall der Dominanz von Grenzflächendefekten tritt ein adhäsives Versagen auf. Auch hier findet man eine Streuung der mechanischen Kennwerte. Folglich ist auch mit einer Größenverteilung der Grenzflächendefekte $\langle a_c^\# \rangle$ zu rechnen. Somit ist für die kohäsive Klebstofffestigkeit eine kritische kohäsive Defektgröße $\langle a_c^* \rangle$ und

für die adhäsive Grenzflächenfestigkeit eine weitere kritische Defektgröße $\langle a_c^\# \rangle$ definiert. Kohäsives Versagen tritt demzufolge auf, wenn die Bedingung

$$\langle a_c^* \rangle > \langle a_c^\# \rangle \quad (36)$$

erfüllt ist. Gilt jedoch

$$\langle a_c^* \rangle < \langle a_c^\# \rangle \quad (37)$$

bestimmt der wirksamere Defekt im Bereich der Grenzfläche die mechanische Festigkeit der geklebten Struktur und adhäsives Versagen tritt ein.

Für den industriellen Einsatz wird versucht, den Fertigungsprozess so zu steuern, dass der Verbund kohäsiv versagt, d.h. dass $\langle a_c^* \rangle > \langle a_c^\# \rangle$ und somit die Volumendefekte im Klebstoff den Versagensmechanismus dominieren. Durch eine nicht optimale Reinigungswirkung oder eine ineffektive bzw. unvollständige Aktivierung der Oberfläche ist es möglich, dass die Grenzfläche geschwächt wird und $\langle a_c^\# \rangle$ anwächst. Für $\langle a_c^\# \rangle > \langle a_c^* \rangle$ initiieren die Grenzflächendefekte den adhäsiven Versagensprozess. Haftungsvermindernde Kontaminationen auf der Grenzfläche, wie z.B. bestimmte Tiefziehöle oder Trennmittel können durch darauf abgestimmte Klebstoffsysteme inkorporiert und dadurch die Adhäsionswirkung verbessert werden (Peschka 2011). Sind die Kontaminationen jedoch nicht bekannt und können durch den Klebstoff nicht aufgenommen werden, weil sie ggf. in zu großer Menge vorhanden sind, wirken sie als Defekte auf der Oberfläche und bewirken eine schlechte oder auch extrem geringe Anbindung des Klebstoffs an die Oberfläche. Dies zeigt sich dann durch die Veränderung des Versagensmechanismus von kohäsivem zu adhäsivem Versagen. Letzteres geht in der Regel mit einer abnehmenden Festigkeit unter statischer Belastung sowie mit einer Verkürzung der Lebensdauer unter zyklischer Belastung einher (Kötting 1992).

Die Wirkung von Kontaminationen auf Oberflächen im Hinblick auf die mechanische Festigkeit lässt sich statistisch über eine Flächenbelegungswahrscheinlichkeit quantifizieren (Abbildung 53b). Diese berücksichtigt jedoch nicht ungleichmäßige Kontaminationen wie z.B. die Bildung von einzelnen Kontaminationsinseln auf einer unkontaminierten Oberfläche (Abbildung 53c & d).

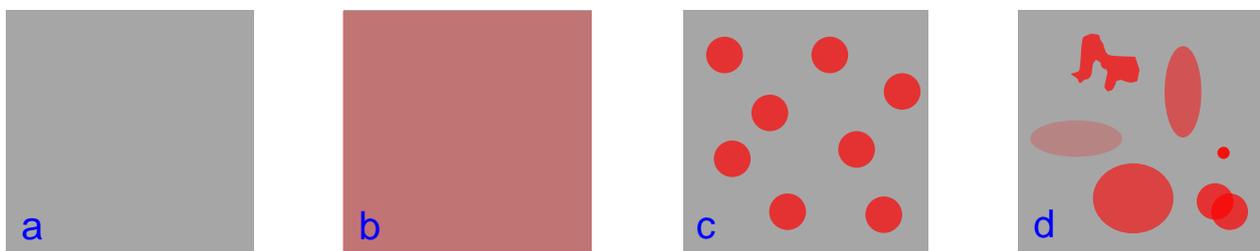


Abbildung 53: Veränderung der Oberfläche durch Kontaminationsmuster; a: unkontaminierte Oberfläche; b: gleichmäßige Flächenkontamination; c: gleichförmige Kontaminationsinseln; d: geometrisch und quantitativ unregelmäßige Kontaminationen

Um die Wirkung von Kontaminationen des Typs c) bzw. d), die eine „inselartige“ Struktur besitzen, genauer zu studieren, sollen diese gezielt auf die Probenoberfläche aufgebracht werden. Durch die partielle Aktivierung von Oberflächen mittels Lasers lassen sich definierte Muster auf die Fügeiteiloberfläche aufbringen, bei denen die laseraktivierten Bereiche eine gute Anbindung des Klebstoffs an die Oberfläche erlauben. Die unaktivierten Bereiche stellen die, sowohl geometrisch als auch quantitativ genau definierte, Kontamination dar. Mit dem in Abbildung 54 dargestellten, streifenförmigen Laseraktivierungsmustern lässt sich nun je nach Ausrichtung der unaktivierten Bereiche die Effektivität flächenmäßig identischer, jedoch geometrisch orthogonal zueinander angeordneter, Fehlstellen quantifizieren.

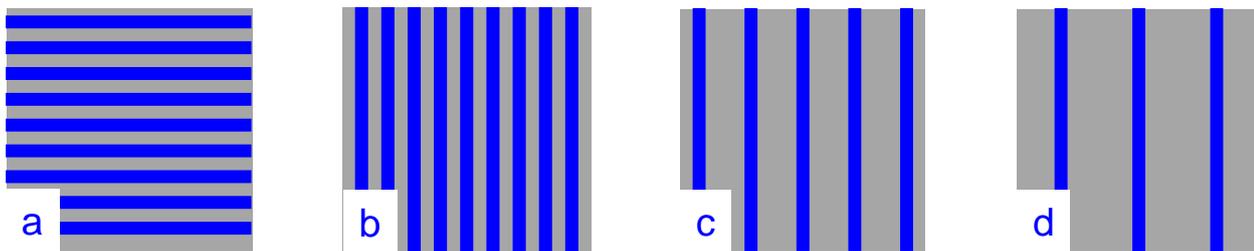


Abbildung 54: Kontaminationssimulation durch partielle Laseraktivierung (blau) der Oberfläche; a: Querlaserung 50%; b: Längslaserung 50%; c: Längslaserung 25%; d: Längslaserung 16%

Durch eine Variation der Abstände der Laserlinien zueinander lässt sich, wie in Kapitel 4.3 dargestellt, jeder Laseraktivierungsgrad zwischen vollflächig aktivierten und komplett unaktivierten Fügeiteiloberflächen einstellen. Zur Untersuchungen des Einflusses der durch Laserbehandlung simulierten Kontamination der Fügeiteiloberfläche wurden Zug-Scherproben (Kapitel 4.1) angefertigt und diese sowohl quasistatisch als auch ermüdend getestet.

5.2. Statische Zug-Scherversuche

Die statischen Zug-Scherversuche wurden an der in Kapitel 3.6.2 vorgestellten Universalprüfmaschine Zwick 1484 unter Wegregelung mit einer Traversengeschwindigkeit von 10 mm/min durchgeführt. Zur Ermittlung der Bruchfestigkeit wurden die in Kapitel 4.2.1 vorgestellten dünnen Standard-Zug-Scher-Proben mit der Aluminiumlegierung EN AW-6156 eingesetzt. Die Fügeiteiloberflächen sind vor der Verklebung entweder nicht oder teilweise bzw. vollständig sowohl längs als auch quer zur Krafteinleitungsrichtung aktiviert worden.

Abbildung 55 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm für Proben mit unterschiedlichen Laseraktivierungsgraden (α , siehe Tabelle 14) und –geometrien. Während alle längs gelaserten Proben

und die vollständig quer gelaserten Proben ein sprödes Bruchverhalten zeigen, ist bei der teilflächig quer gelaserten Probe direkt vor dem finalen Probenversagen ein Bereich mit stark erhöhter Dehnung erkennbar, der auf ein Fortschreiten der Schädigung zurückzuführen sein könnte.

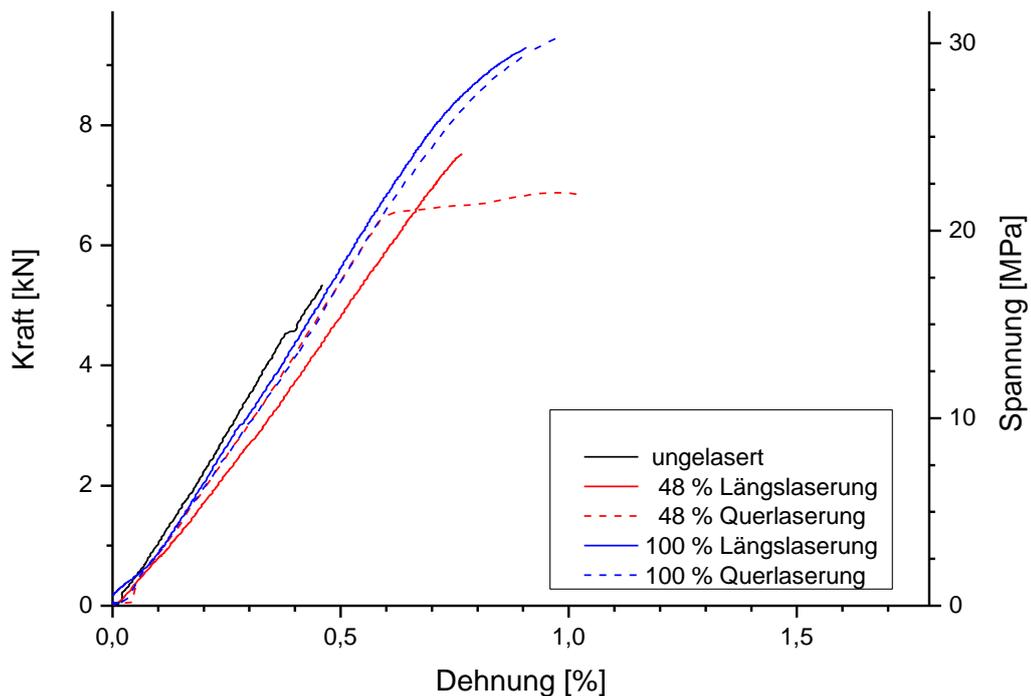


Abbildung 55: Spannungs-Dehnungs-Diagramm unterschiedlich gelasertter Zug-Scherproben (EN AW-6156)

Die Ergebnisse der durchgeführten Zug-Scherversuche sind in Abbildung 56 dargestellt. Proben mit einem hohen prozentualen Anteil an gelasertter Oberfläche zeigen eine höhere Bruchfestigkeit als solche mit einem geringeren Laseraktivierungsgrad. Dies ist zu erwarten, da bei den Proben im Bereich der Laseraktivierung das Klebstoffmaterial kohäsiv versagt, während in den ungelaserten Bereichen die Grenzfläche das schwächste Glied in der Kette für die Probe darstellt und hier somit ein adhäsives Versagen auftritt. Wenn man im Sinne der Kontinuumsmechanik eine Mischungsregel annimmt, setzt sich die maximale Festigkeit des Gesamtsystems (F_{Bruch}) aus den Anteilen der ungelaserten ($F_{ungelasert}$) und der gelaserten ($F_{gelasert}$) Teilflächen zusammen. Somit ergibt sich F_{Bruch} nach der Mischungsregel:

$$F_{Bruch} = \alpha \cdot F_{gelasert} + (1 - \alpha) \cdot F_{ungelasert} \quad (38)$$

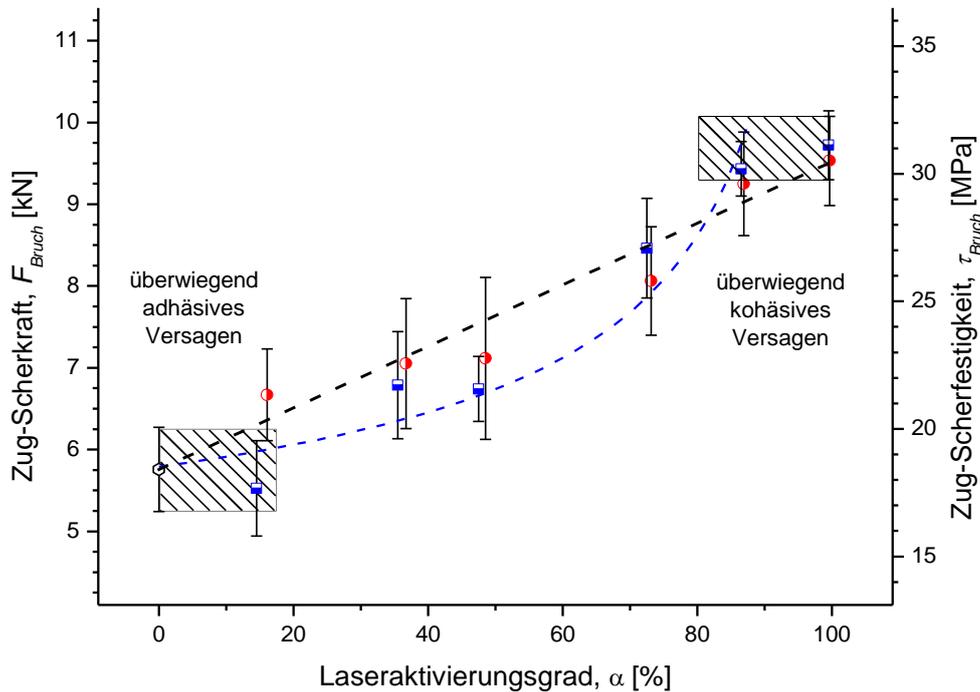


Abbildung 56: Quasi-statische Bruchkraft von einfach überlappten Zug-Scher-Proben (DIN 1465; EN AW-6156; Hysol EA9394) mit unterschiedlichem Laseraktivierungsgrad und Längs- sowie Querausrichtung der Laserlinien.

Tabelle 14: Laserlinienabstände, Aktivierungsgrade und Defektgröße bei einem Laserstrahldurchmesser von 50µm

Laserlinienabstand	[µm]	50	75	100	150	200	500	∞
Aktivierungsgrad α	[%]	100	87	73	48	36	15	0
Defektgröße d	[µm]	< 10	10	27	78	128	425	12 500

Abbildung 56 zeigt anhand der experimentell ermittelten Bruchkräfte und ihrer Standardabweichung, dass die Mischungsregel für die Festigkeit der in Krafteinleitungsrichtung aktivierten Proben (●) innerhalb der Streuung der Messergebnisse für alle Aktivierungsgrade gut erfüllt ist. Im Vergleich zu den längs Gelaserten sind bei den quer zur Krafteinleitungsrichtung gelaserten Proben (■ in Abbildung 56) etwas stärkere Abweichungen von der Mischungsregel, auch bei Berücksichtigung der Messwertstreuung, erkennbar. Im Bereich von 80 % bis 100 % Aktivierung zeigt sich eine Tendenz zu höherer Festigkeit, während im Bereich von 0 % bis 50 % Aktivierung tendenziell eine geringere Festigkeit als für die längs aktivierten Proben gefunden wurde.

Im Sinne der Bruchmechanik sollen Defekte, die durch die ungelaserten Bereiche repräsentiert werden, für das Versagen eines Bauteils verantwortlich sein. Die effektive Größe \tilde{a} dieser Defekte bestimmt dann die kritische Festigkeit σ_{crit} nach

$$\sigma_{crit} = \frac{K_c}{\sqrt{\pi\tilde{a}}} \cdot \frac{1}{f\left(\frac{\tilde{a}}{w}\right)} \quad (39)$$

Für kleine Defekte ($\tilde{a} \ll w$) liegt der Geometriefaktor $f\left(\frac{\tilde{a}}{w}\right)$ je nach Defektgeometrie zwischen 1,0 und 1,12. Es wird angenommen, dass der maximale Defekt \tilde{a} bei einem Oberflächenaktivierungsgrad von $\alpha = 0$ vorliegt. Der minimale Defekt \tilde{a} liegt dann für $\alpha = 1$ vor. Gehorchen die Festigkeiten der Bruchmechanik, so muss gelten:

$$F_{max} \sim \frac{1}{\sqrt{\tilde{a}}} \quad (40)$$

Für \tilde{a} im Bereich $0 < \alpha < 1$ findet man experimentell die folgenden Zusammenhänge:

$$F_{max} \sim \frac{1}{\sqrt{\alpha}} \quad (41)$$

Im Sinne der Bruchmechanik und aus schädigungstechnischer Sicht muss es einen Zusammenhang zwischen \tilde{a} und der in Tabelle 14 dargestellten Defektgröße d geben. Unter der Annahme $\tilde{a} \sim d$ gilt:

$$F_{max} \sim \frac{1}{\sqrt{d}} \quad (42)$$

Dies repräsentiert die blaue Kurve in Abbildung 56. Somit ist der Laserlinienabstand in die Defektgröße umrechenbar, und die Bruchkräfte lassen sich in der Form

$$F = \frac{c \cdot K}{\sqrt{\pi d}} + F_0 \quad (43)$$

über einen bruchmechanischen Ansatz berechnen. Schädigungstechnisch gesehen und bei Betrachtung mittels linear-elastischer Bruchmechanik (LEBM) müssen Defekte erst eine kritische Größe erreichen, um wirksam zu sein. Für hohe Aktivierungsgrade unterschreitet der ungelaserte Bereich die „kritische Defektgröße“ für Grenzflächendefekte und kohäsives Versagen dominiert. Dies ist, wie in Kapitel 4.2.2 in Abbildung 17 und Abbildung 19 gezeigt, für Defektgrößen unterhalb von 10 μm immer der Fall.

Da in der LEBM von kräftefreien Defekten ausgegangen wird, dies jedoch im vorliegenden Fall wegen der verbleibenden Restfestigkeit in den ungelaserten Bereichen nicht zutrifft, ist dies mit einem Korrekturterm für die Restfestigkeit F_0 berücksichtigt worden. Das Festigkeitsverhalten der quer gelaserten Proben kann also durchaus im Sinne der LEBM erklärt werden.

Zur Quantifizierung der Messwertstreuung im Sinne der Zuverlässigkeit werden die in Kapitel 2.4 beschriebenen Methoden der Weibull-Statistik angewandt und die Ergebnisse in Abbildung 57 und Abbildung 58 in der Wahrscheinlichkeitsdarstellung aufgetragen. Hierbei werden die jeweiligen Laseraktivierungsniveaus einzeln ausgewertet und mit unterschiedlichen Symbolen dargestellt. Der Lageparameter, der als Verteilungsmaximum definiert ist und eine Ausfallwahrscheinlichkeit von $P_V =$

63,2 % besitzt, sowie der Weibull-Exponent, der in dieser Darstellung die Steigung der Wahrscheinlichkeitsfunktion bestimmt, dienen als Gütekriterium der Klebungen. In Tabelle 15 sind die Lageparameter F^* für längs und quer gelaserte Proben zusammengestellt. Zusätzlich ist für jeden Aktivierungszustand die 90/10-Streuspanne (siehe Kapitel 2.4) in der Form $\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}$ angegeben. Die Streuung der Messwerte nimmt ab, wenn der Quotient aus $\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}$ abnimmt. Aus der Streuspanne errechnet sich eine Streubandfunktion für die Zuverlässigkeit der Bauteilfestigkeit. In Abbildung 59 ist das 90/10-Streuband auf Basis der Lageparameter ungelaserner und vollständig längs gelaserner Proben dargestellt. Die Lageparameter der Proben aller Laseraktivierungsgrade werden von diesem Streuband erfasst. Eine Schärfung der Streuspanne von 90/10 z.B. auf 80/20 bewirkt, dass die F_{Bruch} -Werte für Proben mit Querlaserung vermehrt nicht mehr innerhalb des Streubandes für die Mischungsregel liegen. Dies war auch schon optisch in Abbildung 56 zu erkennen.

Wie in Kapitel 2.4 dargestellt, kann man über die Messwertstreuung die Zuverlässigkeit eines Bauteils definieren. Dazu sind in Tabelle 16 die Weibull-Exponenten als Zuverlässigkeitsmaß gelistet. Es ist zu erkennen, dass Proben mit geringer Aktivierung Exponenten im Bereich von $m = 10$ besitzen. Für längs aktivierte Proben mit Aktivierungsgraden über 70 % steigen die Weibull-Exponenten nahezu linear auf Werte von $m_{längs} = 20$ an, was einer Abnahme der Streuung und somit einer Zuverlässigkeitssteigerung entspricht. Proben mit Querlaserung besitzen dabei generell eine höhere Zuverlässigkeit als solche mit Längslaserung. Die höchste Zuverlässigkeit mit einem Weibull-Exponenten von $m_{quer} > 30$ bzw. $m_{quer} = 25$ besitzen dabei die Proben mit hohen Aktivierungsgraden von 93 % bzw. 100 %.

Die Weibull-Exponenten und damit die Zuverlässigkeit der Bruchkraft dieser geklebten Verbunde lässt auf ein ideal sprödes Materialverhalten in Bezug auf die Rissentstehung und das Risswachstum im Klebstoff bzw. im Bereich der Grenzfläche schließen. Die ermittelten Exponenten sind mit denen von gesinterten monolithischen Keramiken vergleichbar, was die Nutzung eines bruchmechanischen Ansatzes für sprödes Materialverhalten rechtfertigt (Gauckler 1989 ; Gross 1996).

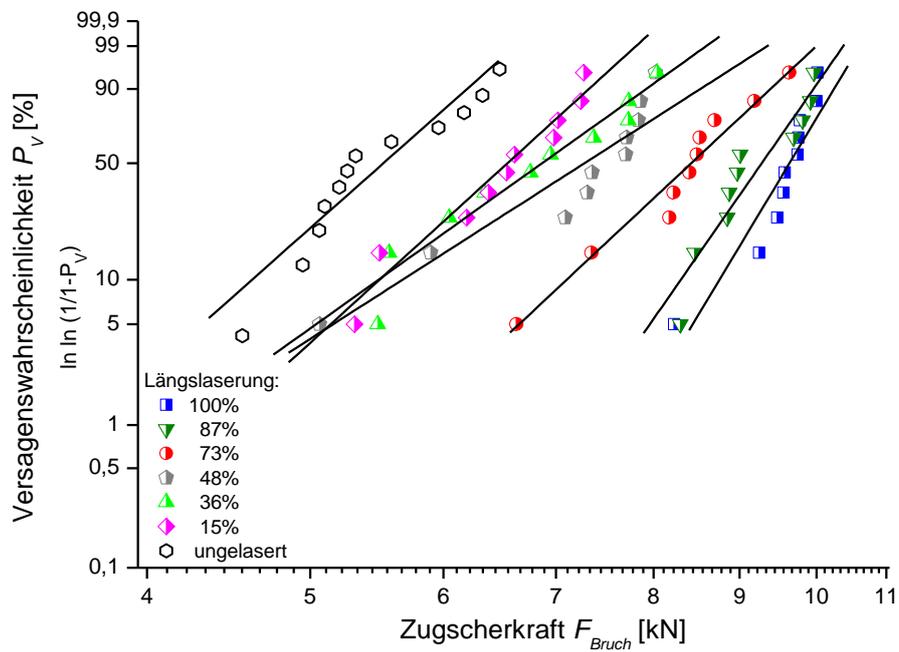


Abbildung 57: Statistische Auswertung der statischen Zugversuche längs gelaserter Proben

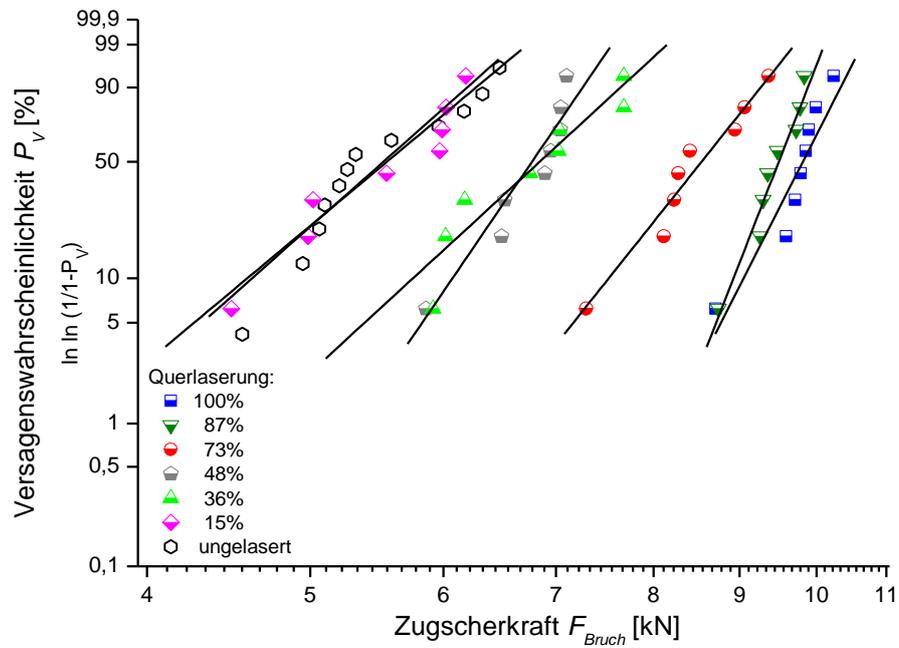


Abbildung 58: Statistische Auswertung der statischen Zugversuche quer gelaserter Proben

Tabelle 15: Lageparameter F^* und 90/10-Streuspannens und quer gelasertes Proben aus Abbildung 57 und Abbildung 58

Laseraktivierungsgrad	Längslaserung		Querlaserung	
	Lageparameter	Streuspanne	Lageparameter	Streuspanne
α	$F^*_{l\ddot{a}ngs}$	$\left(\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}\right)$	F^*_{quer}	$\left(\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}\right)$
[%]	[kN]	-	[kN]	-
100	9,8	1,16	9,9	1,14
87	9,5	1,19	9,6	1,11
73	8,7	1,32	8,8	1,24
48	7,7	1,49	6,9	1,20
36	7,2	1,44	7,1	1,33
15	6,8	1,33	5,8	1,37
0	5,8	1,32	5,8	1,32

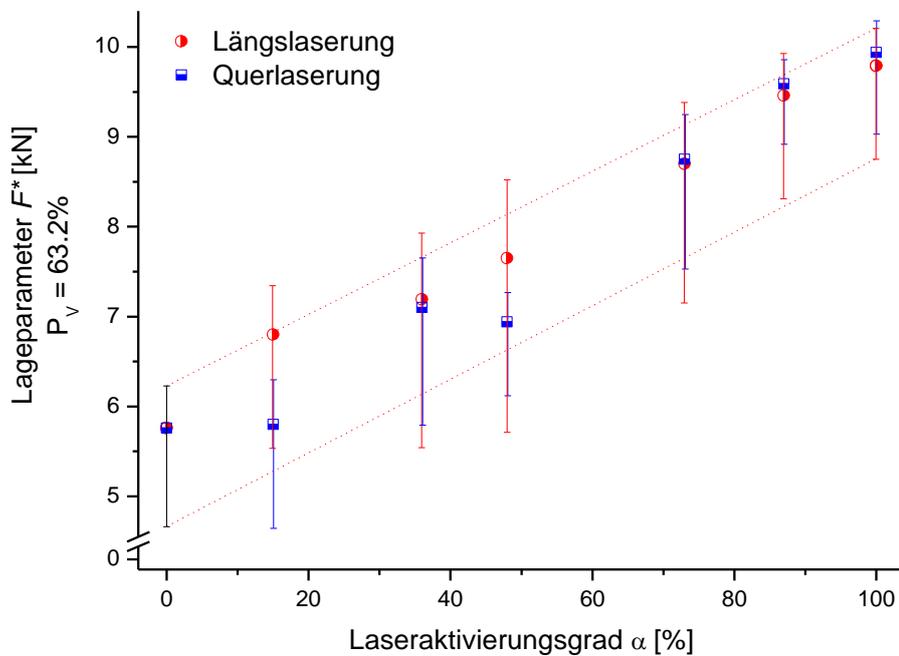


Abbildung 59: Lageparameter der Bruchkräfte längs und quer gelasertes Proben

Tabelle 16: Weibull-Exponent m längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 57 und Abbildung 58

Laseraktivierungsgrad	Längslaserung		Querlaserung	
	Weibull-Exponent	Bestimmtheit	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
α	$m_{\text{längs}}$	R^2	m_{quer}	R^2
[%]	-	-	-	-
100	20,0	0,86	23,6	0,88
87	17,3	0,89	30,9	0,95
73	11,2	0,96	15,1	0,95
48	7,7	0,88	17,6	0,91
36	8,6	0,94	11,0	0,89
15	11,0	0,95	10,0	0,93
0	10,7	0,90	10,7	0,90

Längs- und Querlaserung stellen die beiden Extrema für „inselförmige“ Defekte auf der Grenzfläche dar. Unterschiede im Festigkeitsverhalten zwischen den längs und quer gelaserten Proben sind bei Verwendung statistischer Hilfsmittel im Sinne der Zuverlässigkeit gerade noch erkennbar. Alle Ergebnisse der jeweiligen Laseraktivierungsniveaus folgen einer Wahrscheinlichkeitsdarstellung nach Weibull. Die Bruchfestigkeiten F_{Bruch} der längs gelaserten Proben lassen sich im Sinne der Kontinuumsmechanik mit einer Mischungsregel erklären. Dieser Ansatz versagt jedoch bei den Proben mit Querlaserung. Hier folgt F_{Bruch} einem bruchmechanischen Zusammenhang der Form $\frac{1}{\sqrt{a}}$.

Wenn man nun alle Proben gleichen Aktivierungsgrades gemeinsam statistisch auswerten würde, ergäbe sich eine größere Messwertstreuung, die durch einen kleineren Weibull-Exponenten repräsentiert wird. Somit konnte gezeigt werden, dass geometrisch anisotrope Grenzflächendefekte die Zuverlässigkeit der Festigkeit einer geklebten Verbundstruktur vermindern.

5.3. Ermüdungsversuche

Betriebsbeanspruchte Bauteile werden während ihres Lebenszyklus sowohl statisch als auch schwingend belastet. Deshalb ist es grundsätzlich notwendig das Ermüdungsverhalten zu untersuchen. Da Versuche unter Betriebsbeanspruchung wegen ihrer Variationsmöglichkeiten von Belastungsfrequenz, Belastungsamplitude und Mittelspannung sowie der Umgebungsatmosphäre und Temperatur sehr aufwändig und damit kostenintensiv sind, bietet es sich daher an, die Proben unter einstufiger, sinusförmiger Belastung im Zug-Schwell-Bereich zu testen. Hierfür wurde ein Verhältnis von Minimal- zu Maximalkraft von $R = 0,1$ gewählt. Ermüdungsversuche im HCF-Bereich wurden mit der Resonanz-Prüfmaschine (Kapitel 3.6.4) bei einer Anfangsfrequenz von ca. 145 Hz, solche im LCF-Bereich mit der servo-hydraulischen Prüfmaschine (Kapitel 3.6.3) bei einer Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

5.3.1. Lebensdauer und Schädigungsgrößen

Die Proben wurden größtenteils bis zum Bruch ermüdet. Die Lebensdauer eines Bauteils definiert sich dabei über die Schwingspielzahl bis zum Bruch (N_f). Im Falle der Versuchsdurchführung auf der Resonanzprüfmaschine kann die beginnende Schädigung, wenn sie eine Steifigkeitsreduktion bewirkt, in Form der Abnahme der Frequenz während des Ermüdungsversuchs detektiert werden. Diese wurde in der Tat gefunden und ist in Abbildung 60 dargestellt. Kurz vor dem finalen Probenversagen (vertikale Markierungen in Abbildung 60) ist ein verstärkter Frequenzabfall, hervorgerufen durch die beginnende Rissausbreitung, zu beobachten. Der zu beobachtende Frequenzanstieg bei der mit einer Maximalkraft von 5,0 kN am höchsten belasteten Probe geht auf ein zyklisches Verfestigungsverhalten des Fügeteilmaterials zurück (Felsner 2012).

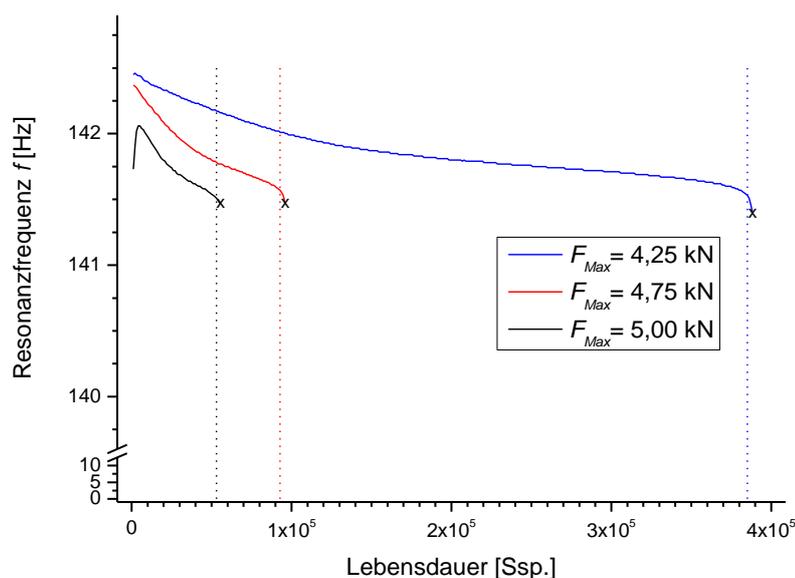


Abbildung 60: Frequenzverlauf vs Ssp. von vollständig in Längsrichtung aktivierten Proben bei unterschiedlicher Maximalkraft

Zur Abgrenzung zwischen Mikroanriss- und Makrorissfortschrittslebensdauer wurde der Frequenzabfall innerhalb eines Intervalls von jeweils 1000 Zyklen bestimmt. Eine Risschädigung liegt immer vor, wenn der Abfall 0,02 Hz pro 1000 Ssp. erreicht. Abbildung 61 zeigt die so ermittelten Mikrorissfortschrittslebensdauern N^* als Funktion der Maximalkraft. Dabei wird der prozentuale Anteil von N^* in Bezug auf die Gesamtlebensdauer N_f dargestellt. Es zeigt sich, dass im Mittel N^* für hohe Aktivierungsgrade und Kräfte (■) mehr als 90 % der Gesamtlebensdauer ausmacht. Für teilgelaserte Proben verringert sich N^* mit ansteigender Belastung, d.h. der Anriss beginnt schon im frühen Ermüdungsstadium zu wachsen. Somit wird die Ermüdungslebensdauer dieser Proben zunehmend durch die Makrorissausbreitung dominiert. Makrorisse treten also unter erhöhter Belastung frühzeitiger auf als bei verminderter. Dies ist besonders deutlich an den ungelaserten Proben erkennbar. Vollflächig gelaserten Proben zeigen hingegen die geringste Belastungsabhängigkeit von N^* . Das gleiche Verhalten, wie hier anhand längs gelaserten Proben beschrieben, zeigen auch Proben mit Querlaserung.

Diese Erkenntnisse decken sich mit den Erwartungen der Bruchmechanik. Ein hoher Laseraktivierungsgrad ($\alpha \rightarrow 1$) entspricht einer kleinen Defektgröße und man benötigt hohe Kräfte, um die Rissentstehung zu initiieren. Bei einem niedrigen Aktivierungsgrad ($\alpha \rightarrow 0$) liegen große Defekte vor, an denen die Rissentstehung schon bei kleinen Kräften beginnt.

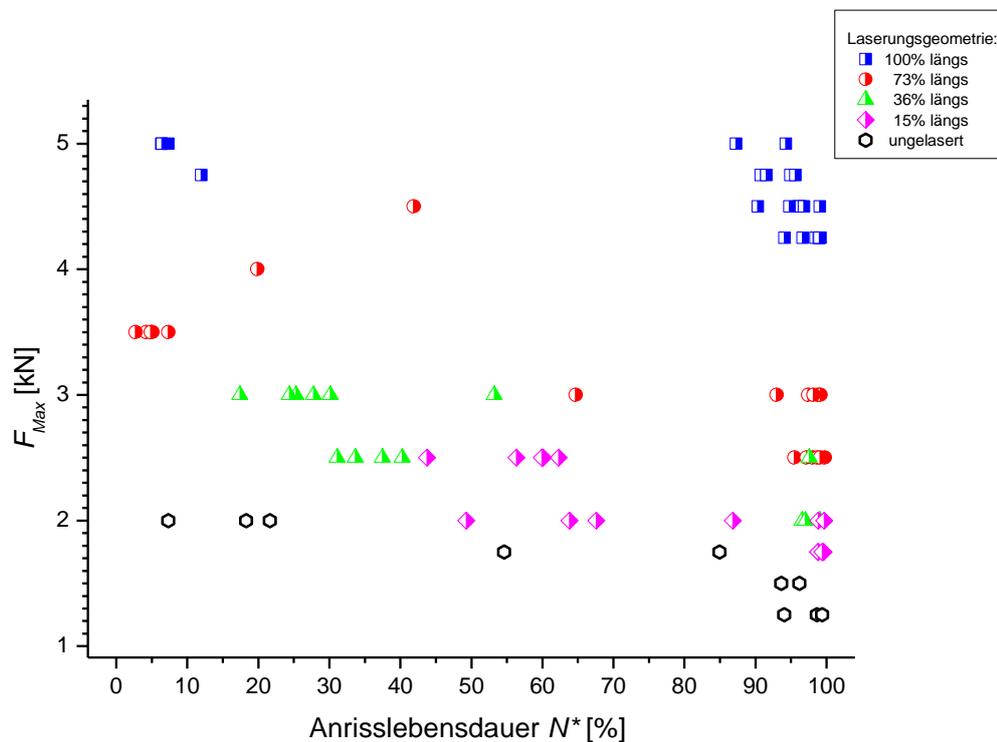


Abbildung 61: normierte Anrisslebensdauer längs gelaserten Proben ermittelt aus dem Abfall der Resonanzfrequenz

5.3.2. Einfluss der Grenzflächengüte auf die Lebensdauer

Zur Bewertung des Einflusses der Grenzflächengüte (Lasergrad $0 < \alpha < 1$) auf die Lebensdauer wurden Proben aus der Aluminiumknetlegierung EN AW-6156 mit kompletter und partieller Laserung unter zyklischer Belastung bis zum Probenversagen ermüdet. Als Referenz diente die ungelasert verklebte Zug-Scher-Probe. Abbildung 62 zeigt die Lebensdauer als Funktion der Maximalkraft in einer Wöhler-Darstellung (doppelt-logarithmisches $S-N$ -Diagramm) und gibt einen Gesamtüberblick über alle durchgeführten Ermüdungsversuche. Die blauen Linien repräsentieren die obere und untere Grenze des Streubands. Proben jedweder Oberflächenaktivierungszustände versagen innerhalb dieses Bereichs, die Durchläufer sind durch Pfeile gekennzeichnet. Bei genauer Analyse findet man für jeden definierten Aktivierungszustand ($\alpha_i = \text{konstant}$) in der doppelt-logarithmischen Darstellung eine lineare Abhängigkeit der Lebensdauer N_i von der Maximalkraft $F_{Max,i}$. Dies schließt alle Proben, die mit 1 Hz bzw. 145 Hz ermüdet wurden, mit ein. Eine Frequenzabhängigkeit der Lebensdauer kann somit ausgeschlossen werden.

Für ein vorgegebenes Lastniveau F_{Max} erreichen vollständig aktivierte Proben erwartungsgemäß die höchsten Lebensdauerwerte. Für nicht aktivierte Proben muss das Lastniveau stark abgesenkt werden, um signifikante Lebensdauerwerte zu erzielen (untere blaue Linie). Vergleicht man gelaserte mit ungelaserten Proben für eine Ausfalllebensdauer von $N = 10^5$ Ssp., so zeigt sich, dass die entsprechende Maximalkraft von ca. 5,0 kN um den Faktor 3 auf 1,7 kN abfällt. Der Versagensmechanismus schlägt dabei, wie bruchmechanisch erwartet, von kohäsiv zu adhäsiv um. Schädigungstechnisch lässt sich dies mit der Zunahme der Grenzflächendefekte für abnehmendes α und der daraus resultierenden und in Kapitel 5.1 beschriebenen Schwächung der Grenzflächenfestigkeit bei ungelaserten Proben erklären. Es zeigt sich, dass die Lebensdauern mit abnehmendem F_{Max} -Wert ansteigen und in einer Art hohen Wechselfestigkeit münden, die mit $N > 10^7$ Ssp. definiert wird. Versuche an einer vollständig oberflächenaktivierten Probe ($\alpha = 100\%$) bei einer Belastung von $F_{Max} = 2,5$ kN wurden nach einer Lebensdauer von $7,89 \cdot 10^8$ Zyklen ohne das Auftreten eines beschleunigten Frequenzabfalls abgebrochen (Abbildung 62).

Dünne Zug-Scher-Proben neigen bei hohen Kräften zu starker biegespannungsinduzierter Verformung. Dies kann folglich bei den in dieser Arbeit verwendeten Proben für hohe Oberflächenaktivierungsgrade zu biegespannungsbedingten Anrissen in den Fügeteilen und sogar zu vollständigem Fügeteilversagen führen. Somit bestimmen die probengeometrie-bedingten Biegekräfte durch Fügeteilbruch die Lebensdauer im Bereich der hohen Wechselfestigkeit um 10^6 Ssp., was durch die grau unterlegten Punkte in Abbildung 62 hervorgehoben wird. In allen anderen Belastungsbereichen werden entweder die für Substratbrüche durch Biegebeanspruchung notwendigen Lebensdauern nicht erreicht oder das Lastniveau ist für die Initiierung effektiver wirksamer Biegespannungen zu gering. Somit erwartet man im Bereich der Laseraktivierung kohäsives Klebstoffversagen und in den ungelaserten Bereichen ein adhäsives Versagen der Grenzfläche zwischen Substrat und Klebstoff. Eine genauere Bewertung der Fügeteilbrüche unter Biegebeanspruchung erfolgt in Kapitel 5.5.

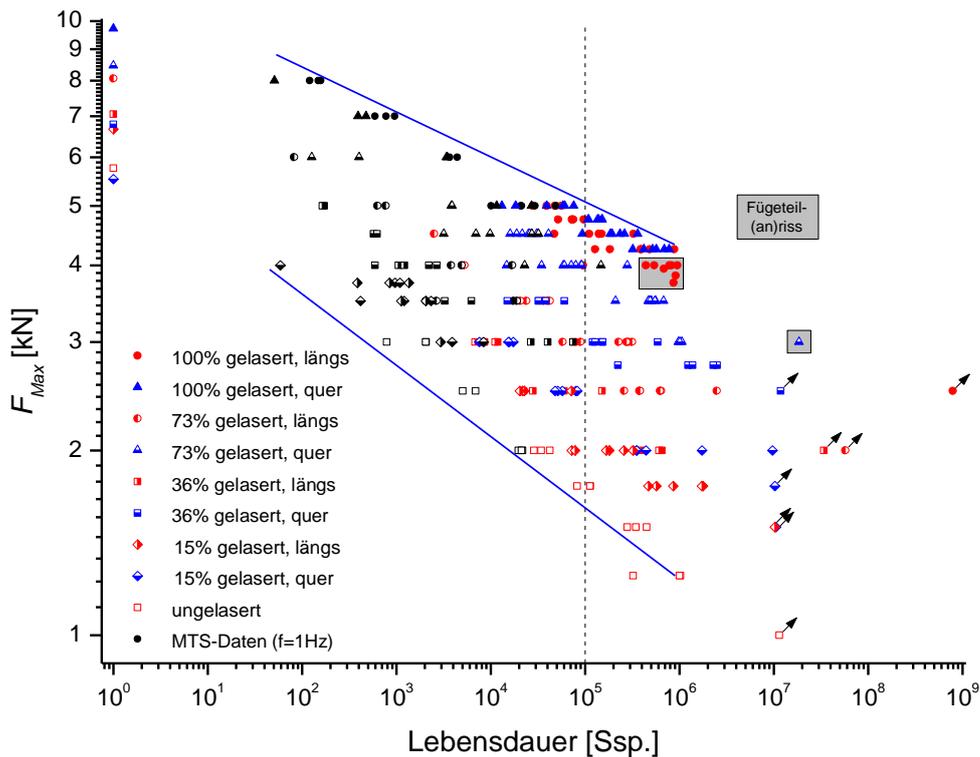


Abbildung 62: Übersicht der Ermüdungsversuche mit unterschiedlichen Aktivierungsgraden und -geometrien

Um Unterschiede zwischen den längs und orthogonal aktivierten Proben der Abbildung 62 bestimmen zu können, werden die Daten zur weiteren Auswertung in längs und quer gelaserte separiert. Abbildung 63 und Abbildung 64 zeigen daher die Daten für Proben mit längs sowie quer gelaserten Oberflächen. Die Lebensdauerdaten für jeden Oberflächenaktivierungsgrad gehorchen einer Basquin-Gleichung der Form:

$$\log F_{Max} = n_{Bas} \cdot \log N_f + q \quad (44)$$

In Abbildung 63 und Abbildung 64 sind die aus der Gleichung resultierenden Geraden dargestellt. Die Größen F_{Max} und N_f repräsentieren Maximalkraft und Lebensdauer bis zum Bruch und der Basquin-Exponent n_{Bas} gibt die Steigung der Geraden an, während der Achsenabschnitt q bei konstanter Steigung ein Maß für die Ermüdungsfestigkeit der Probe ist.

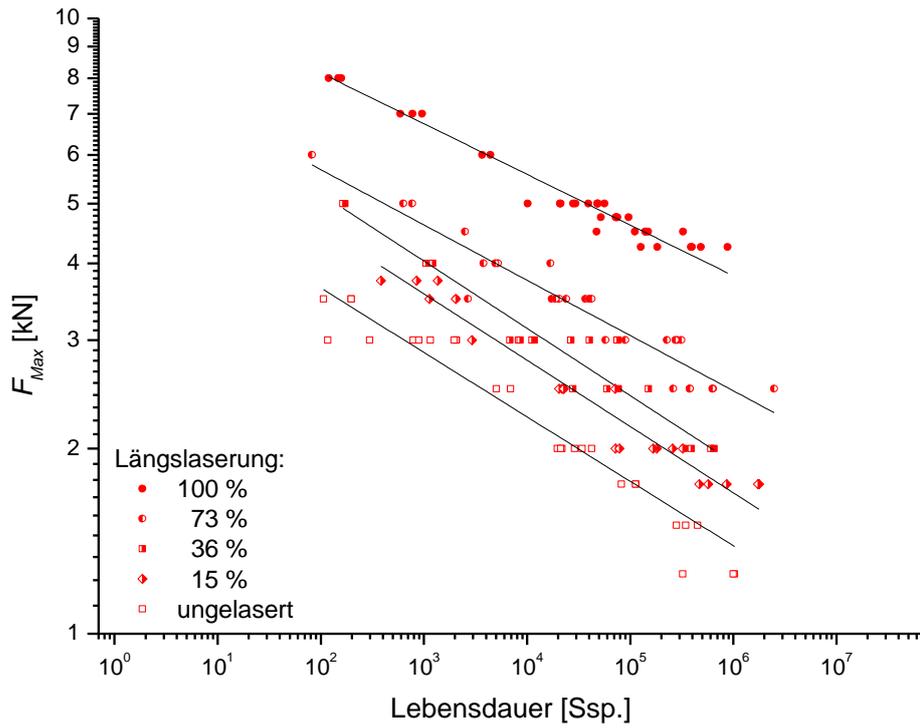


Abbildung 63: Wöhler-Darstellung der Lebensdauern längs gelaseter Proben mit unterschiedlichen Aktivierungsgraden

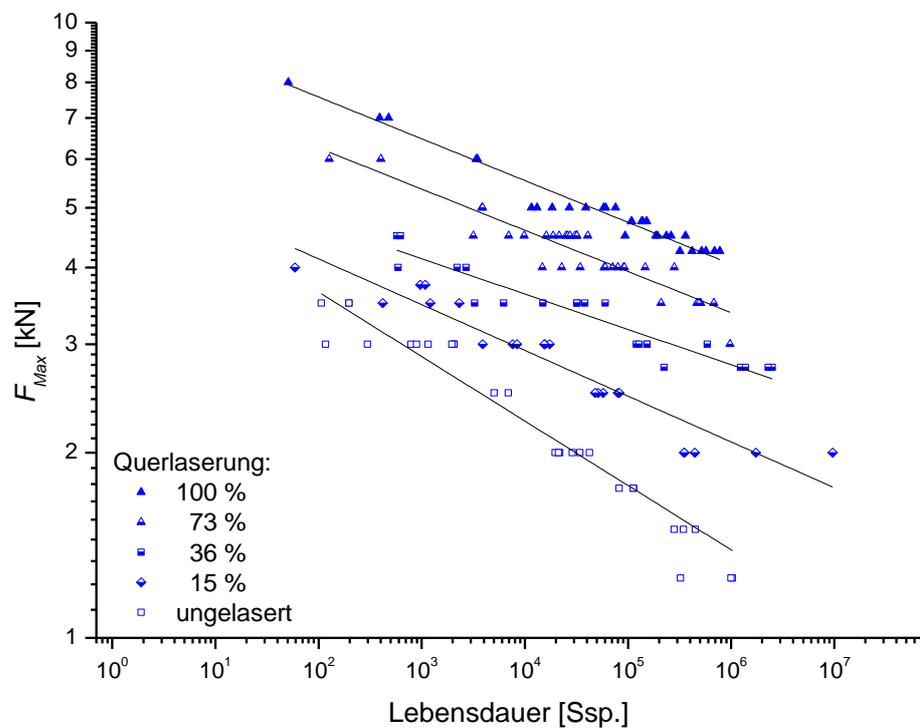


Abbildung 64: Wöhler-Darstellung der Lebensdauern quer gelaseter Proben mit unterschiedlichen Aktivierungsgraden

In Tabelle 17 und Abbildung 65 sind die Basquin-Exponenten als Funktion des Laseraktivierungsgrads dargestellt. In Tabelle 17 ist die gute Korrelation der Basquin-Gleichung mit den experimentellen Daten klar ersichtlich. Das Bestimmtheitsmaß R^2 liegt im Bereich von 0,88 bis 0,97. Für längs aktivierte Proben mit einem Aktivierungsgrad zwischen 0 % und 36 % liegen die Basquin-Exponenten auf einem relativ konstanten Niveau von 0,10 bis 0,11. Für höhere Aktivierungsgrade ($73 \% < \alpha < 100 \%$) erfolgt ein schwacher Abfall auf 0,082. Quer aktivierte Proben zeigen einen nahezu konstanten Verlauf der Basquin-Exponenten für alle α -Werte. Für $15 \% < \alpha < 100 \%$ liegen die n_{Bas} -Werte zwischen 0,057 und 0,075. Dies ist in den in Abbildung 65 durch die eingefärbten Bereiche für längs (■) und quer (■) gelaserte Proben illustriert.

Tabelle 17: Bestimmtheitsmaß der Basquin-Geraden mit den Messpunkten

Laseraktivierungsgrad α [%]	Proben mit Längslaserung		Proben mit Querlaserung	
	Basquin-Exponent n_{Bas}	Bestimmtheit R^2	Basquin-Exponent n_{Bas}	Bestimmtheit R^2
100	0,082	0,97	0,068	0,96
73	0,090	0,89	0,067	0,88
36	0,109	0,93	0,057	0,89
15	0,108	0,96	0,074	0,91
0	0,105	0,93	0,105	0,93

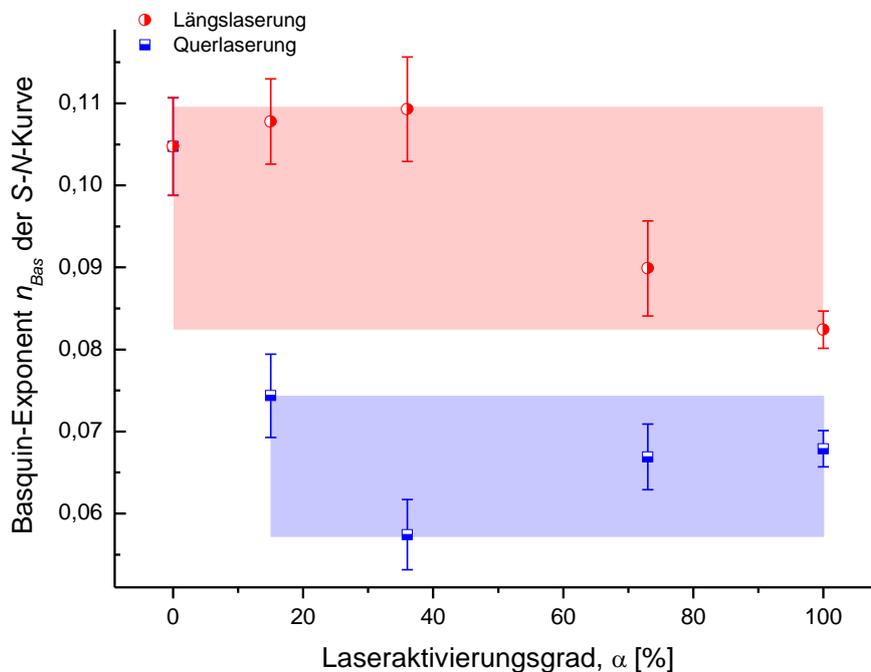


Abbildung 65: Auftragung des Basquin-Exponenten n_{Bas} der S-N-Kurve längs und quer gelasierter Proben

In Abbildung 66 sind nun die Achsenabschnitte q für längs und quer gelaserte Proben aufgetragen. Die Achsenabschnitte q , die für $n_{Bas} = \text{konst}$ ein Festigkeitsmaß darstellen, sind für ungelaserte Proben erwartungsgemäß am Kleinsten und steigen für Proben mit zunehmend aktivierten Oberflächen an. Der Anstieg der Achsenabschnitte von Proben mit Längslaserung (●) lässt sich, da die Annahme $n_{Bas} = \text{konst}$ für $\alpha < 37\%$ nicht erfüllt ist, nicht ohne weiteres mit der für die statischen Zug-Scherversuche in Kapitel 5.2 postulierten Mischungsregel erklären. Bei den Ergebnissen der quer gelaserten Proben (■) ist die Bedingung $n_{Bas} = \text{konst}$ für $15\% < \alpha < 100\%$ immer erfüllt. Somit stellt q eine Ermüdungsfestigkeit dar. Wie schon bei den Zugversuchen ist nun aber die Mischungsregel nicht erfüllt. Bis zu einem Laseraktivierungsgrad von $\alpha = 40\%$ ist nur ein sehr moderater Anstieg zu erkennen. Für höhere Aktivierungsgrade folgt dann eine stärkere Zunahme des Achsenabschnittswerts und oberhalb von $\alpha = 80\%$ schwächt sich diese Zunahme wieder stark ab.

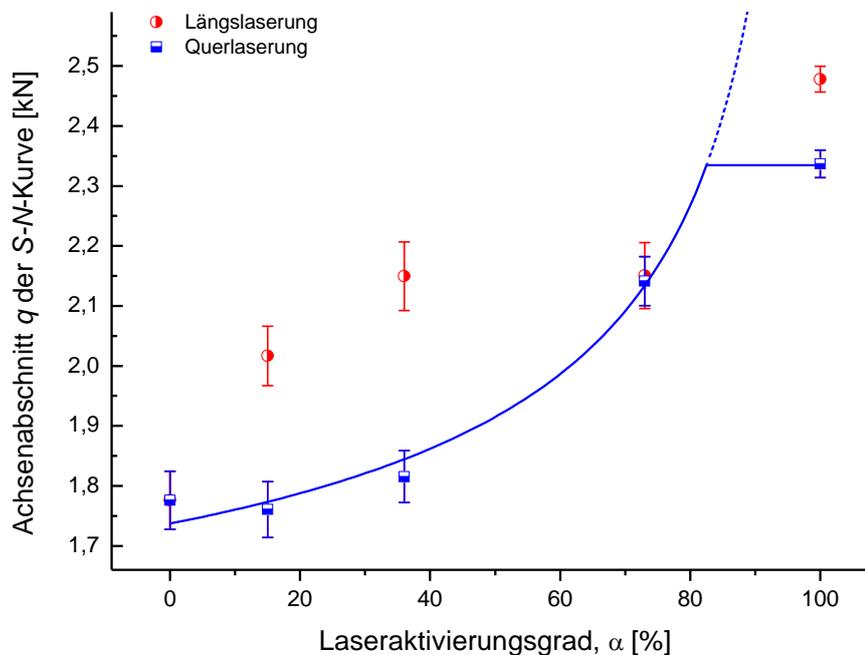


Abbildung 66: Auftragung des Achsenabschnitts der S-N-Kurve längs und quer gelasierter Proben

Ein hoher Laseraktivierungsgrad α bedingt eine gute Grenzflächenfestigkeit und somit einen kleinen effektiven Defekt d , ein niedriger Aktivierungsgrad α bedingt einen großen Defekt d . Da über die Basquin-Gleichung eine Korrelation zwischen q und F_{Max} gegeben ist, kann wiederum die Bruchmechanik zur Bewertung herangezogen werden. Die Werte des Achsenabschnitts q lassen sich demnach mit dem in Kapitel 5.2 eingeführten bruchmechanischen Ansatz beschreiben:

$$q = \frac{D_a}{\sqrt{a}} + q_0 \quad (45)$$

D_d ist dann ein Effizienzfaktor, der die Effektivität der Fehlstelle sowie die Probengeometrie berücksichtigt und q_0 repräsentiert die Ermüdungsfestigkeit für ungelaserte Proben ($\alpha = 0$). q_0 ist somit ein Grenzwert für große Defekte. Unterschreitet der ungelaserte Bereich für hohe Aktivierungsgrade die kritische Defektgröße d , so wird das Versagen nicht mehr von der Grenzfläche bestimmt und kohäsives Versagen dominiert.

Da, wie schon in Kapitel 5.2 beschrieben, q mit F_{Max} korreliert ist, gilt die $\frac{1}{\sqrt{\alpha}}$ -Abhängigkeit für $F_{Max}(\alpha)$. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 66 durch die blaue Linie dargestellt.

Im Sinne der Bruchmechanik gilt, dass sich der Wert des Achsenabschnitts q für große Defekte ($d \rightarrow \infty$; $\alpha \rightarrow 0$) an die Ermüdungsfestigkeit der ungelaserten Proben q_0 annähert.

5.3.3. Statistische Betrachtung im Sinne der Zuverlässigkeit

Mit der Lasertechnik konnten reproduzierbar festigkeits- bzw. lebensdauerermindernde Defekte in die Fügeoberfläche eingebracht werden. Diese Defekte sind größenverteilt. Wie in Kapitel 2.4 dargestellt, zeigen alle experimentell ermittelten Größen Streuungen ihrer Merkmale, die durch statistische Hilfsmittel quantifiziert werden können. Um einen für die ermüdeten Zug-Scher-Proben signifikanten Stichprobenumfang zu erreichen, werden alle Versuchsergebnisse identisch aktivierter Proben auf eine einheitliche Basis transformiert. Hierzu werden die Messdaten mathematisch entlang der jeweiligen Basquin-Geraden auf eine vorgegebene, einheitliche Basis verschoben. Als Basis kann dabei eine vorgegebene Lebensdauer $N = N_1$ dienen, wobei die Maximalkraft F_{Max} das streuende Merkmal darstellt. Wenn eine definierte Kraft $F_{Max} = F_2$ vorgegeben wird, stellt hingegen die Lebensdauer N das streuende Merkmal dar.

Die Berechnung der Kraft F_{max} für eine vorgegebene Lebensdauer N_1 aus den experimentellen Daten ($F_{Exp.}$ bzw. $N_{Exp.}$) erfolgt mit der Gleichung:

$$F_{max} = Exp\left[(n_{Bas} \cdot \ln N_1) + (\ln F_{Exp.} - n_{Bas} \cdot \ln N_{Exp})\right] \quad (46)$$

während zur Berechnung der Lebensdauer N ($F_2 = \text{konstant}$) gilt:

$$N = Exp\left[\frac{(\ln F_2) - (\ln F_{Exp.} - n_{Bas} \cdot \ln N_{Exp})}{n_{Bas}}\right] \quad (47)$$

Der Basquin-Exponent n_{Bas} wurde durch eine Regressionsanalyse aus den Messpunkten des Wöhler-Diagramms bestimmt.

Zur Bewertung der Zuverlässigkeit der experimentellen Ergebnisse der Ermüdungsversuche mit statistischen Hilfsmitteln wurden zuerst alle Daten auf eine konstante Lebensdauer von $N_1 = 10^6$ Ssp. transformiert. Erwartungsgemäß erhält man dann für die Defektgröße d bzw. den Aktivierungsgrad α jeweils eine mittlere Bruchkraft \bar{F}_{Max} .

Die Güte einer Klebverbindung lässt sich nun im Sinne der Zuverlässigkeit ermitteln. In Abbildung 67 und Abbildung 68 ist jeweils das streuende Merkmal $F_{max}(d$ bzw. $\alpha)$ für längs und quer gelaserte Proben dargestellt. Es zeigt sich, dass, wie auch schon aus Abbildung 63 bzw. Abbildung 64

ersichtlich, die Messwerte mit einer Weibull-Verteilung gut beschrieben werden können. Die Geraden sind weitestgehend parallel verschoben, was auf ähnliche Zuverlässigkeiten schließen lässt. Der Unterschied zwischen den Maximalkräften unaktivierter und vollflächig aktivierter Proben beträgt einen Faktor 4, was eine Erhöhung der Empfindlichkeit ausdrückt.

Aus Tabelle 18 lässt sich, wie erwartet, entnehmen, dass Proben mit einem höheren Aktivierungsgrad α auch eine höhere Festigkeit besitzen und quer gelaserte Proben eine höhere Maximalkraft erreichen als die längs gelaserten. Die Streuspanne als Maß für die Zuverlässigkeit liegt im Bereich von 1,08 bis 1,25. Die in Tabelle 19 dargestellte Weibull-Exponenten $\kappa_{l\ddot{a}ngs}$ und κ_{quer} bestimmen die Streuung der Versuchsergebnisse und quantifizieren ebenfalls die Zuverlässigkeit einer Klebung. Ungelaserte Proben besitzen einen Weibull-Exponenten von $\kappa = 15$. Für vollständig gelaserte Oberflächen findet man $\kappa_{l\ddot{a}ngs} = 30$ für längs und $\kappa_{quer} = 35$ für quer gelaserte Proben. Proben mit Längs- und Querlaserung besitzen bis zu hohen Lasergraden erwartungsgemäß einen nahezu konstanten Weibull-Exponenten, was sich auch in den parallelen Steigungen der Abbildung 67 und der Abbildung 68 widerspiegelt und die getroffenen Annahme eines konstanten Basquin-Exponenten n_{Bas} bestätigt. Somit nimmt die Zuverlässigkeit in Bezug auf Ermüdungsfestigkeit für Proben mit hohen Aktivierungsgraden zu. Die Zuverlässigkeit ist damit bei gleichem Laseraktivierungsgrad für längs und quer gelaserte Proben gleich gut.

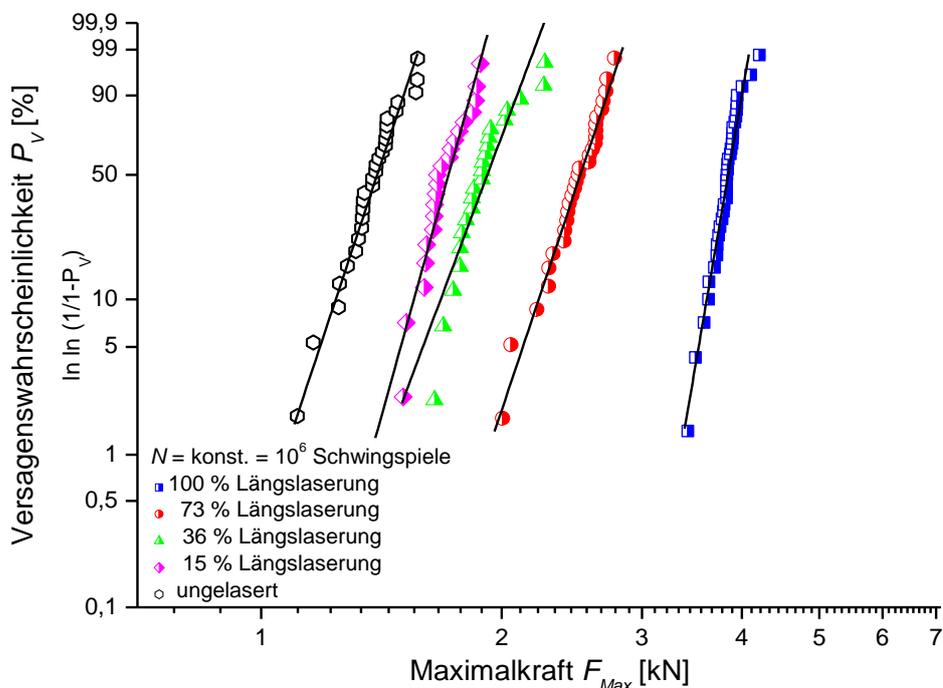


Abbildung 67: Statistische Verteilung der Maximalkraft unter zyklischer Beanspruchung, die ein Probenversagen längs gelasertter Proben bei einer Lebensdauer von 10^6 Schwingspielen verursacht.

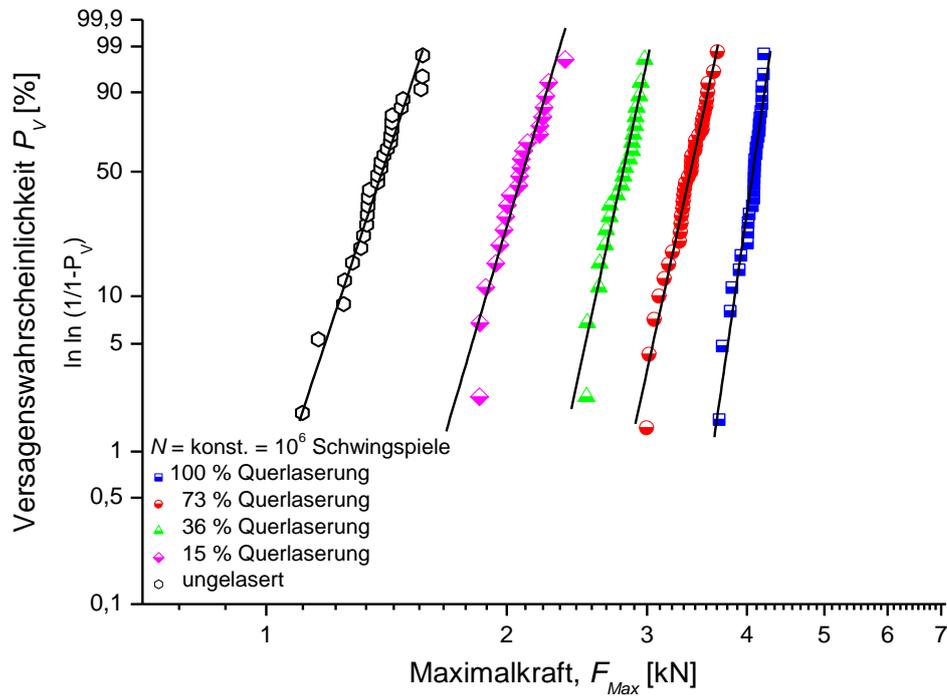


Abbildung 68: Statistische Verteilung der Maximalkraft unter zyklischer Beanspruchung, die ein Probenversagen quer gelasener Proben bei einer Lebensdauer von 10^6 Schwingenspielen verursacht.

Tabelle 18: Lageparameter F^* längs und quer gelasener Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68

Laseraktivierungsgrad	Längslaserung		Querlaserung	
	Lageparameter	Streuspanne	Lageparameter	Streuspanne
α	$F^*_{l\ddot{a}ngs}$	$\left(\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}\right)$	F^*_{quer}	$\left(\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}\right)$
[%]	[kN]	-	[kN]	-
100	3,9	1,11	4,1	1,08
73	2,6	1,23	3,5	1,16
36	2,0	1,24	2,8	1,12
15	1,8	1,13	2,1	1,21
0	1,4	1,25	1,4	1,25

Tabelle 19: Weibull-Exponent κ längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68

Laseraktivierungsgrad	Längslaserung		Querlaserung	
	Weibull-Exponent	Bestimmtheit	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
α	$k_{l\ddot{a}ngs}$	R^2	k_{quer}	R^2
[%]	-	-	-	-
100	30,6	0,96	36,1	0,94
73	15,7	0,98	24,1	0,98
36	14,0	0,85	24,1	0,95
15	18,9	0,92	17,7	0,93
0	15,3	0,97	15,3	0,97

Die getroffene Annahme mit $N_f = \text{konst.}$ der Bruchkraft als streuendes Merkmal ist mathematisch zwar durchführbar, experimentell allerdings nicht umzusetzen. Bei vorgegebener konstanter Kraft ist grundsätzlich die Lebensdauer N_f das experimentell erfassbare, streuende Merkmal, wie auch Abbildung 62 bis Abbildung 64 zeigen. Die Lebensdauerdaten wurden daher auf eine konstante Bruchkraft von $F_{Max} = 3 \text{ kN}$ transformiert. Die Wahrscheinlichkeitsdarstellung in Abbildung 69 bzw. Abbildung 70 zeigt die Versagenswahrscheinlichkeiten als Funktion der Lebensdauer für die einzelnen Aktivierungsniveaus. Im Bereich $0 < \alpha < 100 \%$ erstreckt sich die Streuung der Lebensdauer für die vorgegebene Kraft von 3 kN über einen Bereich von fünf Größenordnungen. In Tabelle 20 sind Lageparameter N^* und die zugehörige Streuspanne dargestellt. Dabei liegen die Lebensdauern N^* der quer gelaserten immer über denen von Proben mit Längslaserung.

Die Weibull-Exponenten in Tabelle 21 erstrecken sich über $1,3 < m < 2,5$ für längs und quer gelaserte Proben. Im Sinne der Zuverlässigkeit verhalten sich aber alle gelaserten und ungelaserten Proben gleich gut. Dies zeigt die hohe Güte der Probenherstellung in Bezug auf die Reproduzierbarkeit.

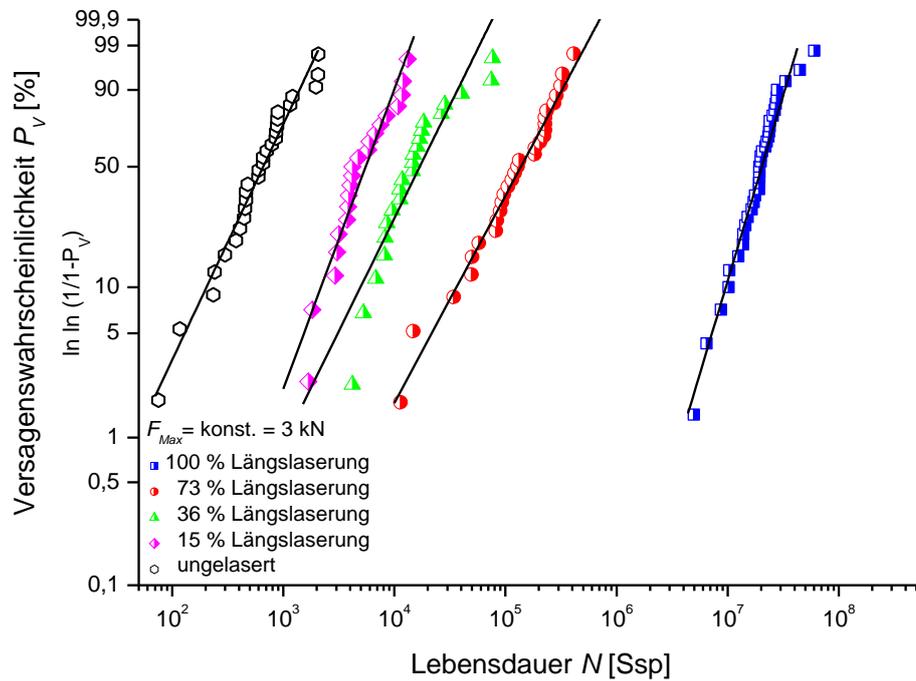


Abbildung 69: Statistische Verteilung der Lebensdauer längs gelaseter Proben bei einer Maximalkraft von 3 kN.

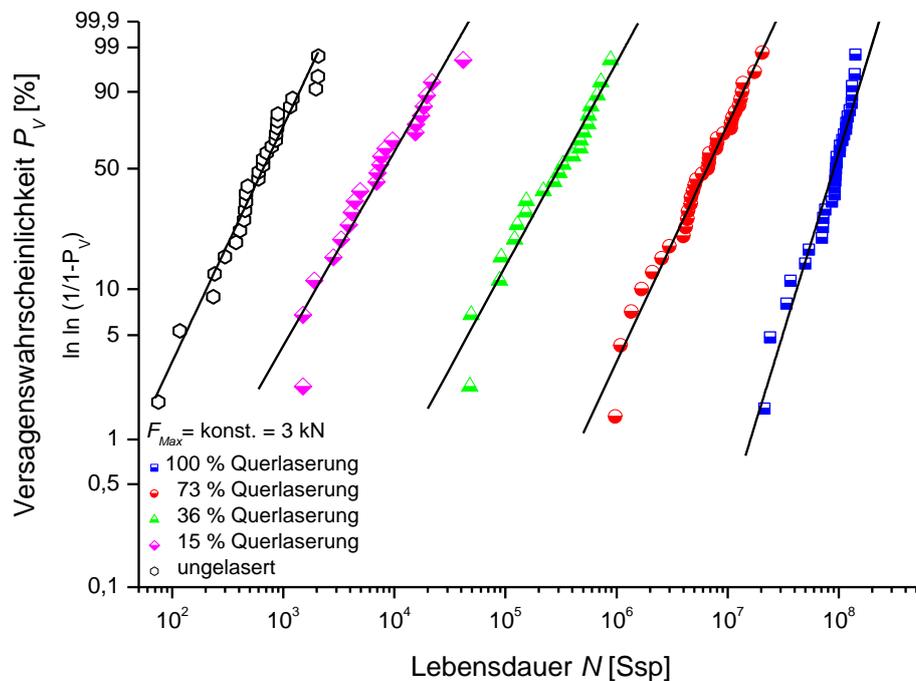


Abbildung 70: Statistische Verteilung quer gelaseter Proben bei einer Maximalkraft von 3kN.

Tabelle 20: Lageparameter N^* längs und quer gelasierter Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68

Laseraktivierungsgrad	Längslaserung		Querlaserung	
	Lageparameter	Streuspanne	Lageparameter	Streuspanne
α	$N_{längs}^*$	$\left(\frac{N_{0,9}}{N_{0,1}}\right)$	N_{quer}^*	$\left(\frac{N_{0,9}}{N_{0,1}}\right)$
[%]	[Ssp.]	-	[Ssp.]	-
100	$2,35 \cdot 10^7$	3,4	$1,05 \cdot 10^8$	3,5
73	178 529	8,9	$8,18 \cdot 10^6$	6,8
36	21 461	7,5	392 689	9,3
15	6595	4,6	10 781	10,4
0	829	6,9	829	6,9

Tabelle 21: Weibull-Exponent m längs und quer gelasierter Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68

Laseraktivierungsgrad	Längslaserung		Querlaserung	
	Weibull-Exponent	Bestimmtheit	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
α	$m_{Längs}$	R^2	m_{Quer}	R^2
[%]	-	-	-	-
100	2,5	0,96	2,5	0,94
73	1,4	0,98	1,6	0,98
36	1,5	0,85	1,4	0,95
15	2,0	0,92	1,3	0,93
0	1,6	0,97	1,6	0,97

5.4. Fazit der Ergebnisse aus den statischen und zyklischen Versuche

Durch die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten statischen und zyklischen Verformungsversuche hat sich gezeigt, dass eine Anisotropie der mechanischen Kennwerte für längs und quer gelaserte Proben besteht. Die ermittelten statischen und zyklischen Bruchkräfte und die Bruchlastschwingspielzahlen sind direkt von dem Laseraktivierungsgrad α der Fügeoberflächen abhängig.

Unter quasi-statischen Belastungen gehorchen die Bruchkräfte $F(\alpha)$ der Proben mit Längslaserung einer Mischungsregel. Die Abhängigkeit der Zug-Scherkräfte von α bzw. der Defektgröße d lassen sich für Proben mit Querlaserung über eine $\frac{1}{\sqrt{\text{Defekt}}}$ -Abhängigkeit der LEBM beschreiben. Die mechanischen Kennwerte der individuell laseraktivierten Zug-Scher-Proben zeigen Messwertstreuungen, die mit einer Weibull-Verteilung beschrieben werden können. Die Weibull-Exponenten zwischen $m = 8$ und $m = 30$ zeigen die hohe Zuverlässigkeit der Probenfertigung und der Versuchsführung. Die mit der Weibull-Funktion ermittelten Lageparameter der Zug-Scherkräfte folgen der oben angegebenen Mischungsregel. In einem 90/10-Streuband zwischen den beiden Extrempunkten der Laseraktivierungsgrade mit $\alpha = 0$ und $\alpha = 100\%$ werden alle Lageparameter, gleich welchem Aktivierungsgrad und -geometrie abgebildet. Durch eine Verschmälerung des Streubands auf 80/20 fallen, wie erwartet, verstärkt die Ergebnisse der quer gelaserten Proben aus dem Streuband. Hier greift der bruchmechanische Ansatz bei dem der Laseraktivierungsgrad als Parameter der Defekteffizienz mit in die Beschreibung ein.

Unter zyklischer Beanspruchung erreichen Proben mit höheren Laseraktivierungsgraden größere Lebensdauern. Dabei lassen sich die Ermüdungslebensdauern als Funktion des Laseraktivierungsgrads in einer doppelt-logarithmischen $S-N$ -Darstellung abbilden und durch jeweils eine Basquin-Gleichung beschreiben. Auch hier treten signifikante Unterschiede zwischen Proben mit unterschiedlichen Aktivierungsgeometrien auf. Quer gelaserte Oberflächen zeigen eine höhere Ermüdungsfestigkeit und damit eine gesteigerte Lebensdauer.

Durch Transformation der Daten auf eine definierte Lebensdauer von $N = 10^6$ Ssp. erhält man F_{max} als streuendes Merkmal, und somit lassen sich die Ergebnisse der zyklischen Versuche direkt mit denen der statischen Versuche vergleichen. Es zeigt sich, dass sich die Bruchkraft F_{Max} als Funktion des Lasergrads α für ungelaserte und partiell sowie vollständig aktivierte Proben für statische und zyklische Versuche gleich verhält. Die Abweichungen in $F_{Max}(\alpha)$ zwischen längs und quer gelaserten Proben bei gleichem α sind allerdings unter Ermüdung signifikant größer.

Für die Ermüdungsversuchsergebnisse stellen die N_f -Werte für eine definierte Versagenskraft das experimentell erfassbare, streuende Merkmal dar. Hier zeigen sich nun Unterschiede von bis zu fünf Größenordnungen zwischen den Lebensdauern ungelaserner und vollständig gelaserner Proben. Somit reagiert N_f extrem empfindlich auf die Variation von d bzw. von α .

Tabelle 22 zeigt das Verhältnis von Festigkeit und Lebensdauer für längs und quer gelaserte Proben. Der Festigkeitsunterschied ist in Bezug auf die Geometrie der Laserung (längs / quer) nicht so stark

ausgeprägt. Für ein konstantes α beträgt er maximal $1/1,5$. Das Verhältnis der Ermüdungslebensdauern $N_{f,längs}/N_{f,quer}$ differiert für Aktivierungsgrade von $\alpha > 20\%$ um einen Faktor von $1/50$.

Tabelle 22: Relative Festigkeitsunterschiede zwischen quer und längs gelaserten Proben mit einer konstanten Lebensdauer von 10^6 Ssp.

Laseraktivierungsgrad	Bruchkraftverhältnis längs und quer gelaserten Proben	Lebensdauerverhältnis längs und quer gelaserten Proben
α	$\frac{F_{längs}}{F_{quer}}$	$\frac{N_{längs}}{N_{quer}}$
[%]	-	-
100	$\frac{1}{1,1}$	$\frac{1}{4,5}$
73	$\frac{1}{1,4}$	$\frac{1}{50,0}$
36	$\frac{1}{1,5}$	$\frac{1}{16,7}$
15	$\frac{1}{1,2}$	$\frac{1}{1,5}$
0	$\frac{1}{1,0}$	$\frac{1}{1,0}$

Zusammenfassend konnte gezeigt werden, dass die Ermüdungsversuche eine deutlich höhere Empfindlichkeit auf veränderte Defektstrukturen im Bereich der Grenzfläche besitzen, als dies bei den statischen Versuchen der Fall ist. Unter Zuhilfenahme statistischer Hilfsmittel lässt sich die Güte einer Klebverbindung sowohl unter statischer als auch unter zyklischer Belastung durch den Weibull-Exponenten, der die Zuverlässigkeit charakterisiert, bewerten.

5.5. Einfluss der Biegebeanspruchung auf die Lebensdauer

Wie schon in Kapitel 5.3.2 angesprochen, treten bei vollständig gelaserten Proben für hohe Kraftamplituden und Ermüdungslebensdauern neben den kohäsiven Brüchen des Klebstoffs Anrisse im Fügeteilmaterial auf. Daraus entwickelt sich dann ein komplettes Fügeteilversagen. Dieses trat sowohl bei den geklebten Aluminiumproben als auch denen aus Stahl auf. Abbildung 71 zeigt, dass für eine Maximalkraft von ca. 4 kN Fügeteilbrüche auftreten können, die als blaue Sterne dargestellt sind. Bei geringeren Lebensdauern oder niedrigeren Lastniveaus treten nur adhäsive oder kohäsive Brüche im Klebstoffmaterial auf. Offenbar reichen die Kraftamplituden nicht mehr aus, um biegespannungsinduziertes Fügeteilversagen auszulösen. Daher zeigen ungelaserte Proben adhäsives Versagen, aber keine Fügeteilbrüche bei den experimentell zugänglichen Lebensdauern.

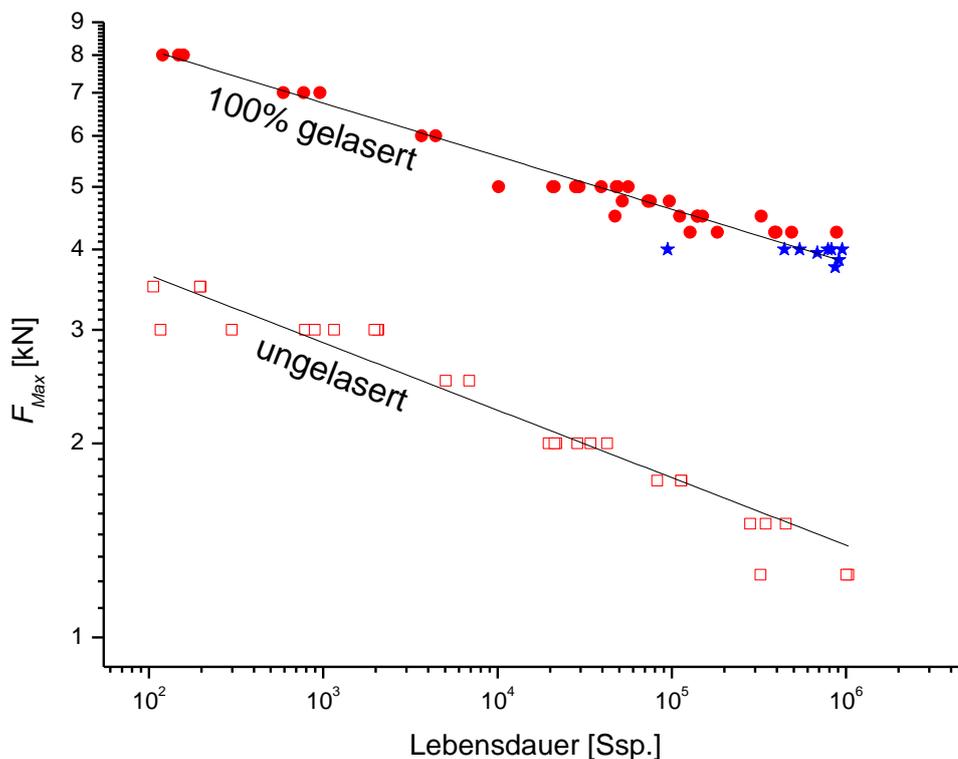


Abbildung 71: S-N-Kurve ($R = 0,1$) vollständig gelasertter und ungelasertter Proben mit adhäsivem bzw. kohäsivem Klebungs- (rote Punkte & Quadrate) und Fügeteilversagen (blaue Sterne)

5.5.1. Problemstellung

Ursache des Substratversagens ist der in Abbildung 72 illustrierte mehrachsige Spannungszustand, der in der Probe aufgrund der nicht zentrischen Krafteinleitung aufgebaut wird. Neben der reinen Zug-Scherbeanspruchung der Klebschicht und der Zugbeanspruchung in den Fügeteilen, tritt durch die Biegebeanspruchung in den Fügeteilen zusätzlich eine Modus I-Zugbelastung im Klebstoff auf, die eine Zugbeanspruchung der Klebestelle senkrecht zur Lasteinleitungsrichtung induziert.

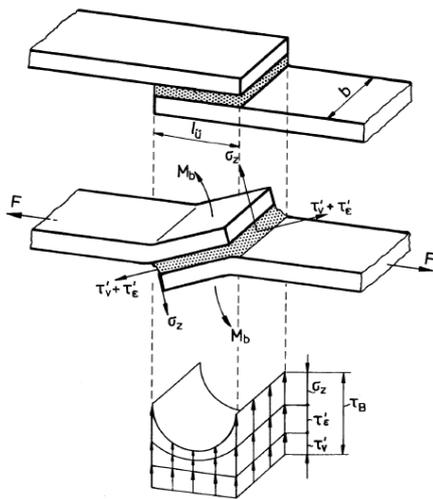


Abbildung 72: Biegebeanspruchung in einfach überlappten Zug-Scher-Proben bei rein elastischen Materialverhalten (Habenicht 2009)

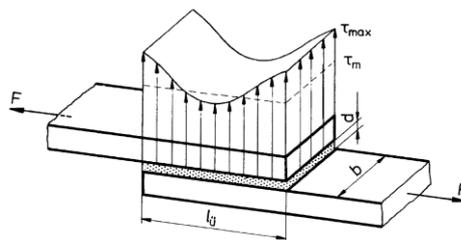


Abbildung 73: Spannungsverteilung in einfach überlappten Zug-Scher-Proben bei elastoplastischen Klebstoffverhalten. Dies führt zu einer Abminderung der Spannungsspitzen an den Überlappenden (Habenicht 2009 ; Brockmann 2009)

Legt man das Kontinuumskonzept zu Grunde, können die Spannungsverläufe innerhalb der Klebschicht für die verwendeten Standard-Zug-Scher-Proben ohne (Volkersen 1938 ; Klein 2011) sowie mit Berücksichtigung der Biegespannungsanteile (Goland, Reissner 1944) berechnet werden. Dies ist in Abbildung 74 für die in dieser Arbeit verwendete einfach überlappte Zug-Scher-Probengeometrie mit den entsprechenden Materialparametern erfolgt. Ausgehend von dem auf einen normierten Spannungsmittelwert, der bei unendlich starren Fügeteilen ohne Biegemomente an jeder Position der Klebung gleich groß wäre, ist bei Volkersen und Klein deutlich die Spannungserhöhung zu Beginn und Ende des verklebten Bereichs zu erkennen, die auf die elastische Dehnung der Fügeteile zurückzuführen ist. Diese Spannungsspitzen liegen um den Faktor 2,2 über dem Wert der ideal starren Probe. Bei den in dieser Arbeit verwendeten Zug-Scher-Proben hingegen wird die Klebung im zentralen Bereich spannungsentlastet. Berücksichtigt man nun auch noch die Biegespannungsanteile, so erhöhen sich die Spannungsspitzen insgesamt um den Faktor 3,8 und die Entlastung im zentralen Bereich nimmt zu. Dies ist auch der Grund, in dieser Arbeit immer die außen anliegenden Kräfte anzugeben und keine Spannungen.

Die gemittelte Spannung für Proben der verwendeten Geometrie liegt bei 32 MPa für alle drei Berechnungsmodelle. Die Spannungsspitzen an den Überlappenden erreichen nach Volkersen und

Klein & Li 70 MPa bzw. nach Goland & Reissner sogar 123 MPa, die reduzierte Spannung in Überlappmitte liegt bei 16 bzw. 8 MPa. Der Spannungsgradient nach Goland & Reissner ist somit größer als der mit Volkersen's Ansatz berechnete.

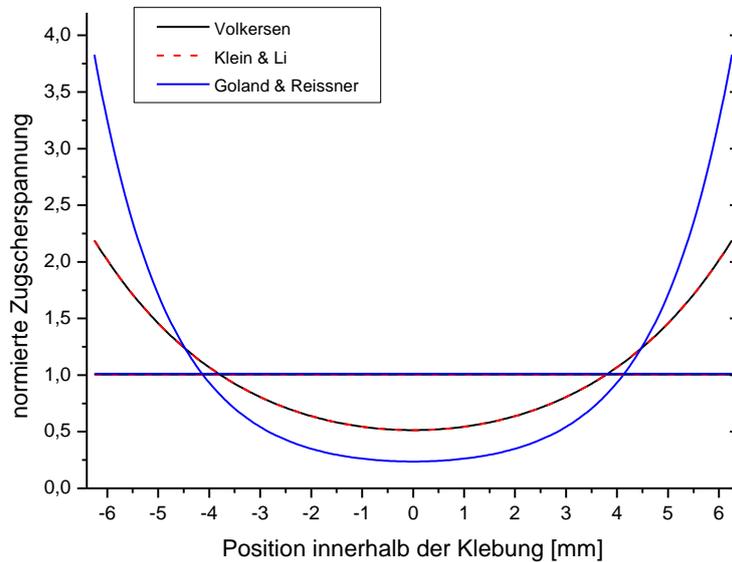


Abbildung 74: Spannungen in einfach überlappten Zug-Scher-Proben mit unendlich starren Füge­teilen und elastischen Füge­teilen mit und ohne Berücksichtigung von Biegemomenten (Volkersen 1938 ; Goland, Reissner 1944 ; Klein 2011)

Da die Biegebelastung auch stark von der Steifigkeit des Systems abhängig ist, wird sie bei dicken Zugescherproben aufgrund der geometrischen Abmessungen zwar reduziert, jedoch nicht eliminiert. Die Rissbildung im Substrat ist damit zwar erschwert, aber auch hier können bei Überschreiten eines Mindestbiegemoments und dem Erreichen von hohen Bruchlastschwingspielzahlen noch sogenannte Ermüdungsfügeteilbrüche ausgelöst werden.

Wie in Abbildung 75 zu sehen, traten die Risse entsprechend der Bruchmechanik und der Kontinuumsmechanik immer auf der Klebungsseite der durch Biegebelastung beanspruchten Proben auf. Dies ist auch der Bereich des Füge­teils, der einer starken biege­ungsinduzierten Zugspannung ausgesetzt ist.



Abbildung 75: Aluminium-Fügeteilbruch unter zyklischer Beanspruchung

5.5.2. Experimentelle Versuchsführung

Biegeversuche sind für verschiedene Materialgruppen standardisiert und werden häufig für definierte Rissausbreitungsuntersuchungen angewendet (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2005 ; DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2011). Deswegen wurden Dreipunktbiegeversuche zur Charakterisierung der Effektivität dieser Biegebeanspruchung unter statischen sowie zyklischen Versuchsbedingungen an unbehandelten und oberflächengelasierten Aluminiumflachproben durchgeführt (Berndt 2012). Die statischen Dreipunkt-Biegeversuche dienten zur Charakterisierung des mechanischen Verhaltens der Aluminiumflachproben und zur Bestimmung relevanter Belastungsparameter für nachfolgende Ermüdungsversuche. Dazu wurden Spannungs-Dehnungs-Diagramme aufgenommen und die Steifigkeit unter Biegebeanspruchung bestimmt.

Dabei wurde ein Speichermodul der Biegebeanspruchung von $(64,1 \pm 1,4)$ MPa bestimmt. Der $R_{p0,2}$ -Wert konnte zu 350 MPa bestimmt werden, wie aus Abbildung 76 ersichtlich ist.

Über den Durchbiegungseffekte berücksichtigenden Zusammenhang

$$\sigma_b = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot s^2} \left[1 + 6 \cdot \left(\frac{w}{L} \right)^2 - 3 \cdot \left(\frac{w \cdot s}{L^2} \right) \right] \quad (48)$$

lassen sich über die Materialdicke (s), den Auflagerabstand (L) sowie die Durchbiegung (w) die außen anliegenden Kräfte (F) in maximale Biegespannungen σ_b umrechnen. Wird die Probe mit einer Kraft von 1kN belastet, wieder entlastet und anschließend wieder unter Belastung gesetzt, ist in Abbildung 76 bei Probe #1 eine zyklische Verfestigung des Materials zu erkennen. Diese Verfestigung wird schon durch eine einmalige Be- und Entlastung erreicht und auch durch zwei weitere Zyklen nicht mehr signifikant erhöht.

Um Fügeiteilbrüche bei Zug-Scher-Proben, die nur unter zyklischen Versuchsbedingungen auftraten, genauer zu studieren, wurden Dreipunktbiegeversuche an dem Aluminiumsubstrat auf der Resonanz-Prüfmaschine bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ durchgeführt. Wie in Abbildung 77 dargestellt, äußerte sich der Effekt der zyklischen Verfestigung des Fügeiteilmaterials in einem Anstieg der Resonanzfrequenz. Darauf folgt ein Frequenzplateau, das in einen starken Frequenzabfall einmündet. Dieser Frequenzabfall setzt bei den drei untersuchten Lastniveaus mit $F_{max} = 0,7$ kN sowie 0,8 kN und 1,0 kN bei einer normierten Lebensdauer von 60 - 75 % ein.

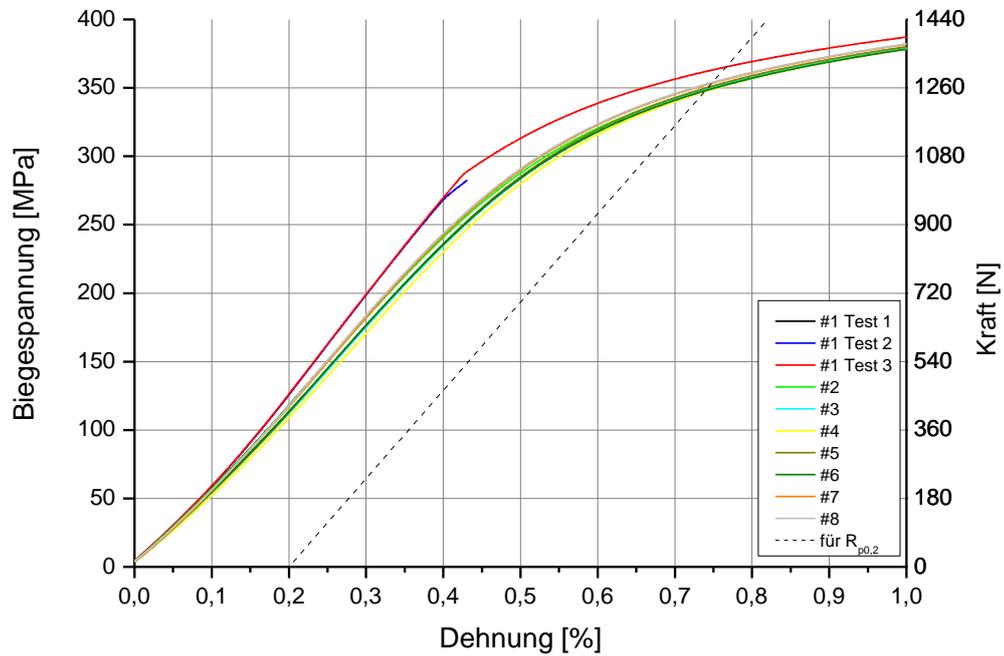


Abbildung 76: Spannungs-Dehnungs-Diagramm bis zu einer Dehnung von 1 % mit dem $R_{p0,2}$ -Wert und der zyklischen Verfestigungsreaktion von Probe #1

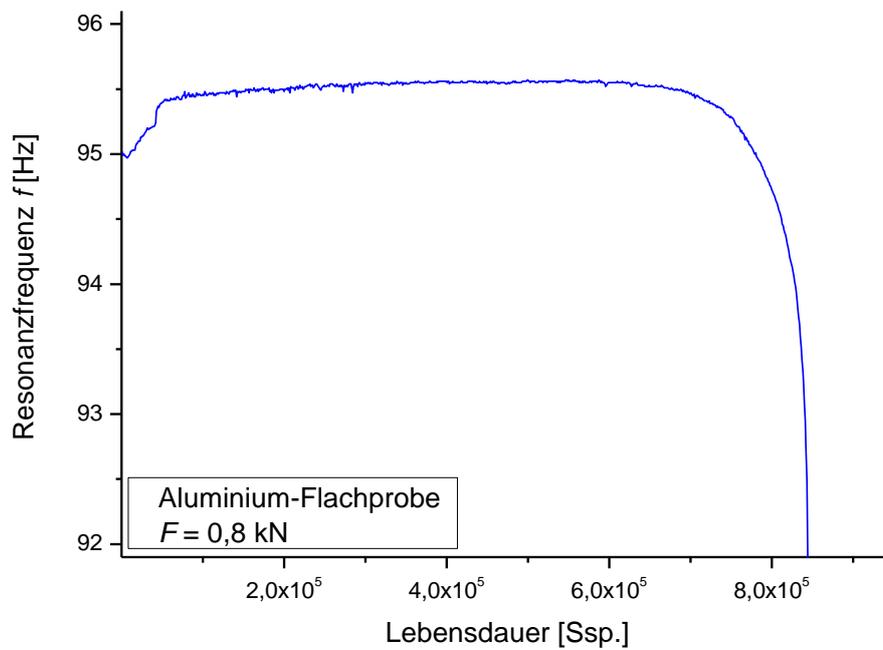


Abbildung 77: Frequenzveränderung im Verlauf des Lebenszyklus einer mit 0,8 kN belasteten Aluminium-Flachprobe

Der beobachtete Frequenzabfall geht mit der Rissausbreitung einher. Die auftretenden Risse starten immer an der Oberfläche der zugspannungsbelasteten Substratseite. Da Oberflächenbearbeitungen Einfluss auf die Entstehung von Oberflächenanrissen haben können, werden die belasteten Fügeteilseiten mit dem Laser genauso aktiviert, wie dies auch als Oberflächenvorbehandlung für den Klebprozess durchgeführt wurde. Wie aus Abbildung 78 ersichtlich, bewirken Laserungen, die in Richtung der Zugbeanspruchung verlaufen, gegenüber ungelaserten Proben keine Lebensdaueränderung. Anders verhalten sich Proben, die in Querrichtung gelasert wurden. Hier ist deutlich eine Lebensdauerverkürzung zu erkennen. Diese kann durch die Kerbwirkung der gelaserten Oberflächenstruktur erklärt werden. Der entsprechende zyklische Kerbfaktor kann zu $k_{zykl} = 1,03$ bestimmt werden. Dabei fällt er zu höheren Lasten leicht ab, während er zu geringeren Beanspruchungen geringfügig ansteigt.

Die Darstellungen in Abbildung 79 und Abbildung 80 zeigen, dass sowohl die Ausfallwahrscheinlichkeiten der ungelaserten als auch der gelaserten Proben, wie erwartet, einer Weibull-Verteilung folgen. Die Streuung der Messwerte aller Probenchargen erhöht sich mit abnehmender Kraftamplitude. Dies ist durch die in Tabelle 23 und Tabelle 24 aufgeführten Weibull-Exponenten m dargelegt. Für die unbearbeiteten Proben der Abbildung 79 steigen sie von $m = 5,2$ auf $m = 17,3$, während sie für die quer gelaserten Proben bei $m = 10,6$ bzw. $m = 12,7$ und für Proben mit Längslaserung Werte von $m = 7,3$ bzw. $m = 9,8$ erreichen.

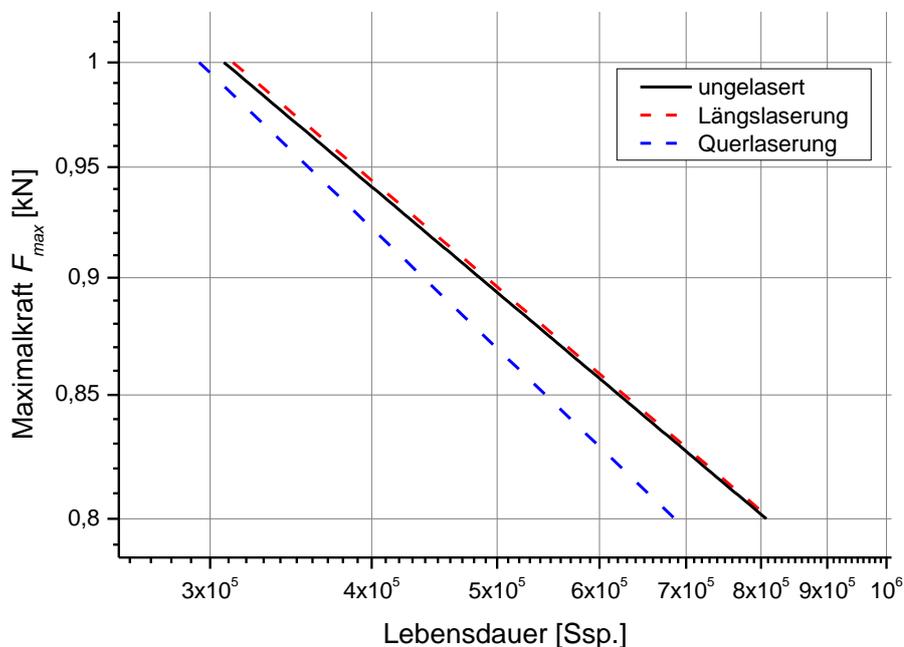


Abbildung 78: S-N-Kurve unbearbeiteter sowie auf der zugbeanspruchten Seite längs bzw. quer gelasertter EN AW-6156-Flachproben.

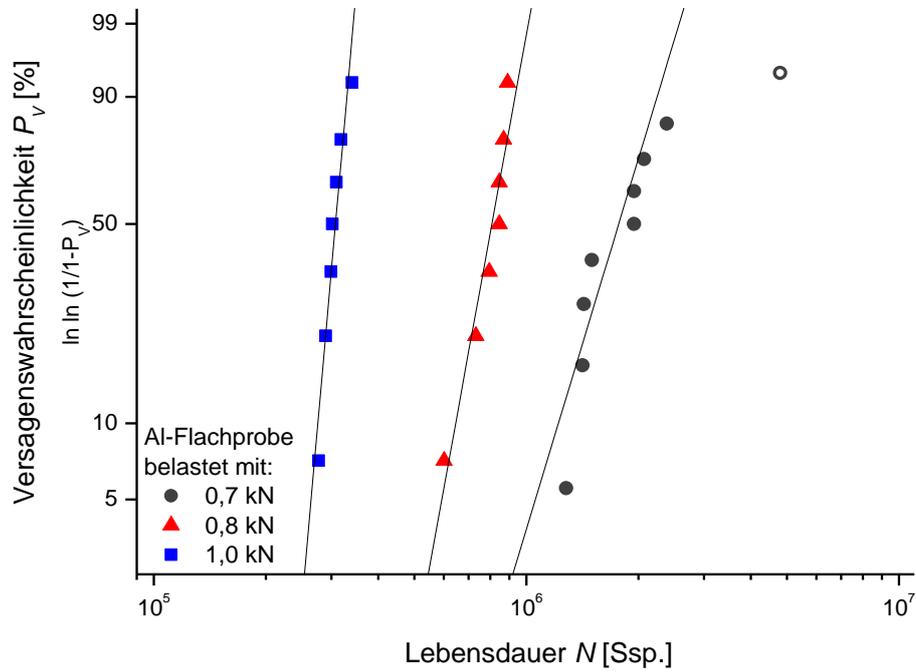


Abbildung 79: Statistische Versagenswahrscheinlichkeit von Al-Flachproben unter 3PB-Beanspruchung.

Tabelle 23: Lageparameter N^* und Weibull-Exponent m ungelasterter Proben aus Abbildung 79

Belastung	Lageparameter	Streuspanne	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
F_{Max}	N^*	$\left(\frac{N_{0,9}}{N_{0,1}}\right)$	m	R^2
[kN]	[Ssp]	-	-	-
0,7	1 902 230	1,84	5,1	0,87
0,8	843 985	1,44	8,4	0,92
1,0	314 636	1,20	17,3	0,93

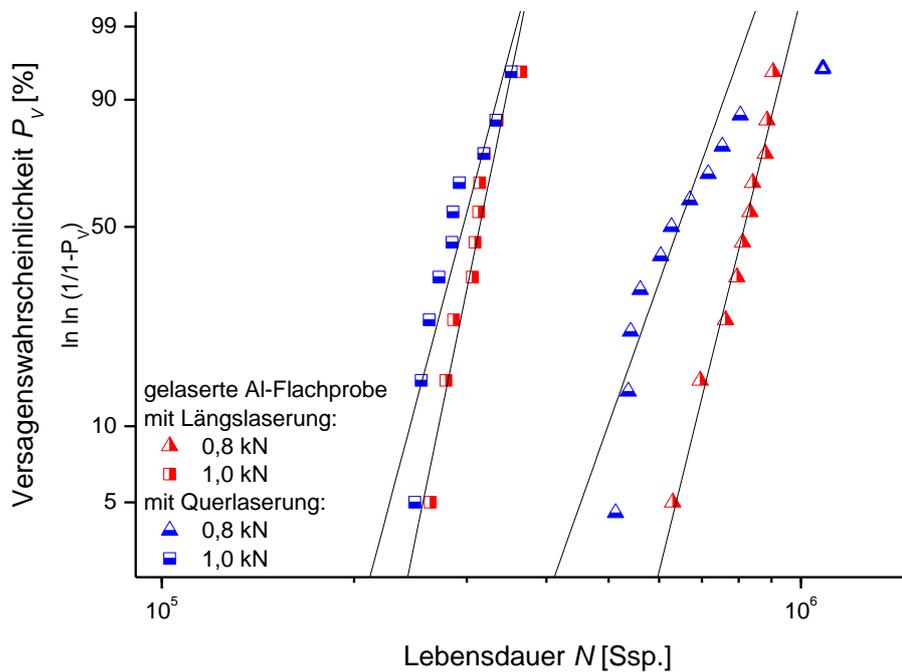


Abbildung 80: Statistische Versagenswahrscheinlichkeit von unterschiedlich, auf der zugbeanspruchten Seite gelaserten Aluminium-Flachproben unter 3PB-Beanspruchung.

Tabelle 24: Lageparameter N^* und Weibull-Exponent m der längs und quer gelaserten Proben aus Abbildung 80

Belastung	Lasergeometrie	Lageparameter	Streispanne	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
F_{Max}	längs / quer ● / ●	N^*	$\left(\frac{N_{0,9}}{N_{0,1}}\right)$	m	R^2
[kN]	-	[Ssp]	-	-	-
0,8	▲	842 277	1,34	10,6	0,98
1,0	■	321 544	1,28	12,7	0,94
0,8	▲	674 657	1,52	7,4	0,88
1,0	■	305 265	1,37	9,8	0,87

Zur Lokalisierung der Schädigung unter Biegebeanspruchung werden die Aluminiumflachproben halbseitig aufgedoppelt. Dadurch wird innerhalb der Probe eine sprunghafte Steifigkeitsänderung erzeugt, die die Biegung und somit auch den Ort der Schädigung genau dort lokalisiert. Somit wird ein einfaches Referenzsystem zur Simulation der durch Goland und Reissner quantifizierten Biegebeanspruchung der einfach überlappten Zug-Scherproben erzeugt. In Abbildung 81 ist der charakteristische Frequenzverlauf einer solchen aufgedoppelten Aluminiumflachprobe dargestellt.

Dieser zeigt zu Beginn des Ermüdungsexperiments einen Frequenzabfall, der anschließend in das schon bekannte Plateau übergeht. In diesem Frequenzabfall sind zwei Effekte überlagert. Zum einen ist dies der Frequenzanstieg, der sich schon in Abbildung 77 zeigte und der auf die bekannte zyklische Verfestigung des Substratmaterials zurückzuführen ist. Daran schließt sich ein Frequenzabfall an. Dieser Abfall der Resonanzfrequenz kann durch eine Abnahme der Steifigkeit des Klebstoffs begründet werden, die auf Umlagerungseffekten der Polymerketten beruht und dessen Größe von der außen anliegenden Belastung abhängig ist. Die Untersuchungen zeigen, dass dieser Einschwingeffekt nur einen untergeordneten Einfluss auf die Gesamtlebensdauer hat. In Abbildung 82 ist die Versagenswahrscheinlichkeit der halbseitig aufgedoppelten Proben für zwei Belastungsniveaus dargestellt. Bei der höheren Belastung reduziert sich auf Grund des größeren zyklischen Kerbfaktors erwartungsgemäß die Lebensdauer der quer gelaserten Proben. Die in Tabelle 25 dargestellten Werte der Abbildung 82 zeigen, dass die aufgedoppelten Proben nur leicht erhöhte Lebensdauern im Vergleich mit den ausschließlich gelaserten Proben (Tabelle 24) erreichen. Bei den längs gelaserten und halbseitig aufgedoppelten Proben beträgt diese Lebensdauererhöhung zwischen 10 % bei 1 kN Belastung und 20 % bei einer Belastung von 0,8 kN gegenüber den ausschließlich gelaserten Proben. Die quer gelaserten, aufgedoppelten Proben erreichen durchwegs eine Lebensdauererhöhung von ca. 9 %.

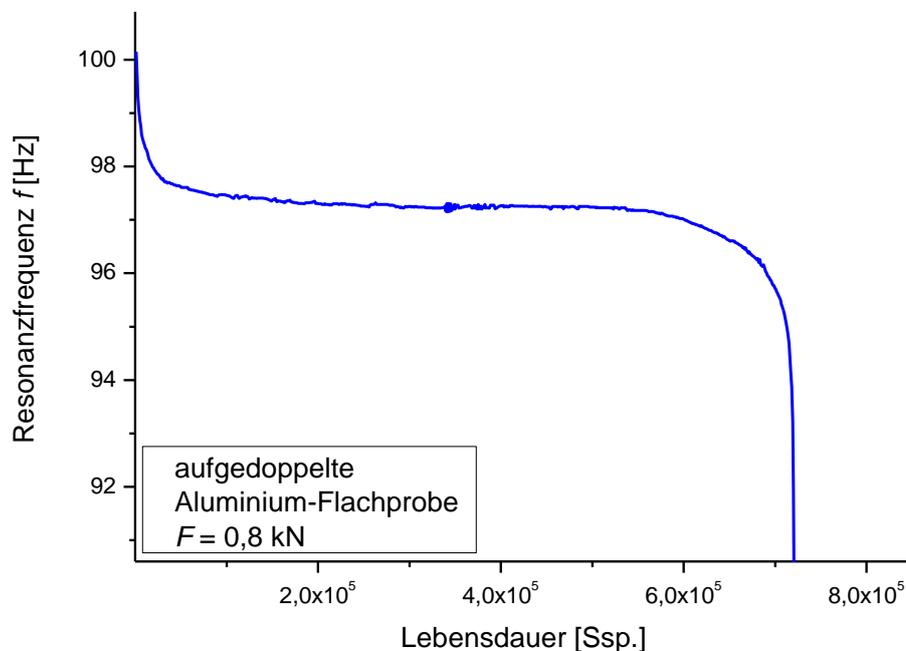


Abbildung 81: Charakteristischer Frequenzverlauf aufgedoppelter Proben während ihres Lebenszyklus

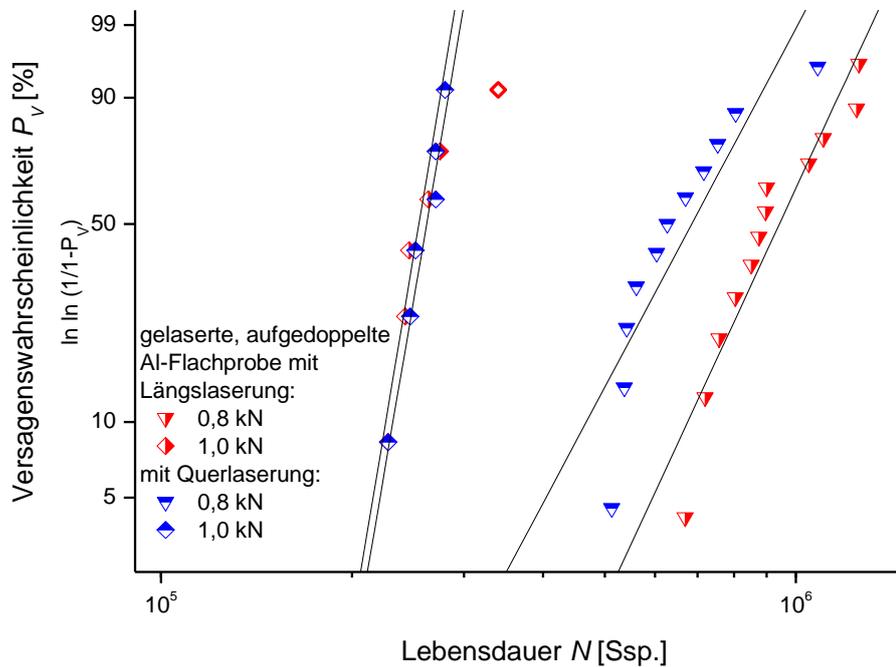


Abbildung 82: Statistische Versagenswahrscheinlichkeit von unterschiedlich, auf der zugbeanspruchten Seite gelaserten und aufgedoppelten Al-Flachproben unter 3PB-Beanspruchung.

Tabelle 25: Lageparameter N^* und Weibull-Exponent m der längs und quer gelaserten Proben aus Abbildung 82

Belastung	Lasergeometrie	Lageparameter	Streuspanne	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
F_{Max}	längs / quer ● / ●	N^*	$\left(\frac{N_{0,9}}{N_{0,1}}\right)$	m	R^2
[kN]	-	[Ssp]	-	-	-
0,8	▼	1 003 521	1,73	5,6	0,89
1,0	◆	259 039	1,22	15,6	0,95
0,8	▼	736 488	1,88	4,9	0,79
1,0	◆	266 580	1,22	15,3	0,97

Um die Ergebnisse der Dreipunktbiegeversuche mit denen aus den Zug-Scherversuchen vergleichen zu können, werden beide Versuche in Abbildung 83 gemeinsam in einer $S-N$ -Darstellung zusammengefasst. Hierzu werden die maximalen Biegespannungen in Zugkräfte umgerechnet.

Dies erfolgt mit der Formel

$$\sigma_{Max} = \sigma_z + \sigma_b = \frac{F}{A} + \frac{M_b}{W} \quad (49)$$

Mit σ_z bzw. σ_b als Zug- bzw. Biegespannungsanteile, die sich aus der äußeren Kraft F und der Querschnittsfläche A bzw. aus dem Biegemoment M_b und dem Widerstandsmoment W berechnen.

Durch Einsetzen der Probenabmessungen zur Berechnung der Querschnittsfläche sowie des Biegemoments ($M_b = F \cdot x$) erhält man

$$\sigma_{Max} = \frac{F}{b \cdot s} \left[1 + \left(\frac{6x}{s} \right) \right] \quad (50)$$

Mit der Näherung, $x = 0,5 \cdot (s+d) \approx 0,5 \cdot s$, mit s als Fügeteildicke und d als Klebschichtdicke, folgt

$$\sigma_{Max} = 4 \cdot \frac{F}{b \cdot s} = 4\sigma_z \quad (51)$$

Daraus lässt sich unter Berücksichtigung der Zug-Scherprobengeometrie F_{Max} berechnen. Damit und unter Berücksichtigung eines Kompensationsfaktor, der berücksichtigt, dass nur der dem Stempel gegenüberliegende Teil der Probe durch die maximale Biegespannung zugbeansprucht wird, können die Ergebnisse der Biegeprüfung in die $S-N$ -Darstellung der Zug-Scherversuche eingetragen werden. Somit ergeben sich zwei Wöhlerlinien. Eine für die Lebensdauern aus den Zug-Scherversuchen und eine zweite für die Daten der Dreipunktbiegeversuche. Die beiden Wöhlerlinien schneiden sich bei einer Maximalkraft von ca. 4 kN. Im Bereich dieses Kraftwertes ist das Substratversagen durch Biegebeanspruchung dominant, während für höhere Belastungen der Klebstoff kohäsiv versagt. Bei den Zug-Scher-Proben reicht allerdings eine Kraft, die weit unterhalb von 4 kN liegt, nicht mehr aus, um Substratversagen zu initiieren.

Damit ist für $\alpha = 100\%$ durch die unterste der beiden sich schneidenden Wöhler-Kurve das schwächste Glied in der Kette dieses geklebten Verbunds vorgegeben und der Versagensmechanismus somit definiert. Unter Ermüdungsbeanspruchung bei dem Auftreten von großen Lebensdauern und ebensolchen Biegemomenten ist es zwingend notwendig, nicht nur den Einfluss der Zug- und Scherbelastung auf den Klebstoff richtig zu beurteilen, sondern auch die Wirkung der Biegemomente auf die Füge­teile in Betracht zu ziehen, um ein unerwartetes Versagen der Struktur ausschließen zu können. Wenn materialbedingt keine „Dauerfestigkeit“ erreicht werden kann, muss somit im „very high cycle fatigue“-Bereich (VHCF) mit Lebensdauern von $N_f > 10^7$ Ssp. immer die Biegebeanspruchung als dominierende Schädigung in Betracht gezogen werden.

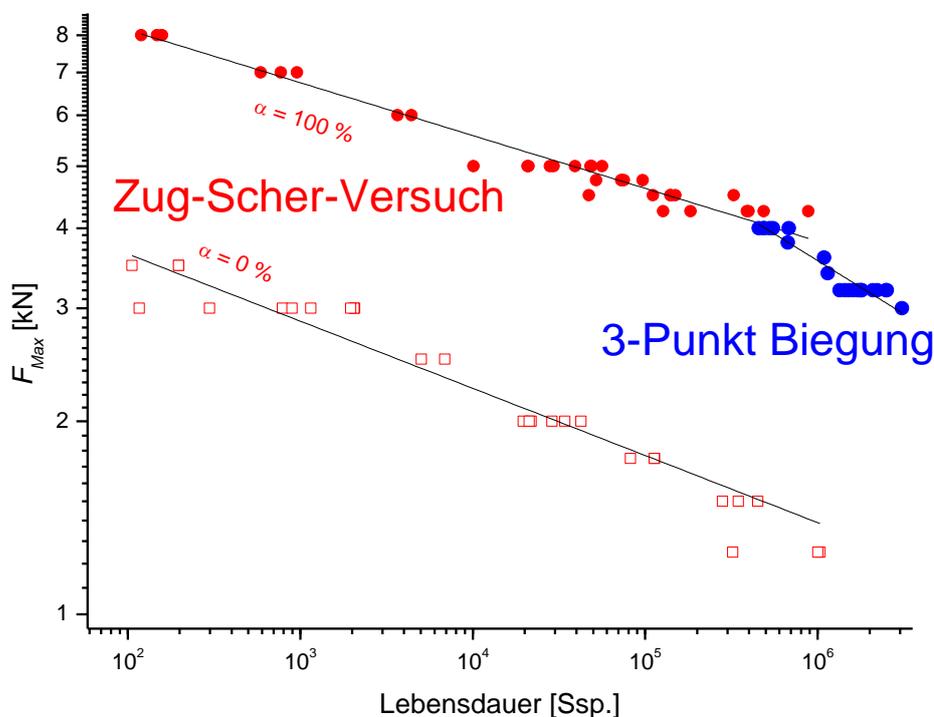


Abbildung 83: Zusammenfassende S-N-Darstellung der Ergebnisse aus den Zug-Scher-Versuchen und den 3PB-Versuchen. $\alpha = 0\%$ repräsentiert die ungelaserte, $\alpha = 100\%$ die vollständige gelaserte Probe. Die Versagenslebensdauern der Zug-Scher-Proben sind in rot, die der 3PB-Proben in blau dargestellt.

6. Einfluss der Alterung auf die Lebensdauer

Im Laufe ihrer Betriebsbeanspruchung können geklebte Strukturen über Diffusionsprozesse Feuchtigkeit aufnehmen. Bei Klebungen mit metallischen Fügeteilen trifft dies auf den Klebstoff zu. Hierbei ist ein Eindringen nur durch die Kante des Klebstoffspalts hinweg möglich, da die Metallfügeteile wasserundurchlässig sind. Somit erfolgt eine Feuchtigkeitssättigung nur entlang der Klebnaht. Dabei sind die Wege, die z.B. durch Diffusionsprozesse von den Wassermolekülen zurückgelegt werden müssen, relativ lang. Zur Quantifizierung des Diffusionsprozesses wurden im Rahmen dieser Arbeit Klebstoffbulkproben definierter Feuchtigkeit ausgesetzt. Nach 30 Tagen wurde bei 60°C in Wasser eine Sättigung eines Würfels mit 4 mm Kantenlänge gemessen. In dieser Zeit war das Wasser also allseitig 2 mm tief eingedrungen. Dieses Eindringverhalten von Wassermolekülen wird auch bei Zug-Scher-Proben entlang der Klebnaht auftreten. Da die Klebefläche jedoch eine Ausdehnung von $(12,5 \cdot 25) \text{ mm}^2$ besitzt und die Wassermoleküle nur über die vier Stirnseiten jeweils ca. 3,5 mm tief eindringen können, wird eine vollständige Wassersättigung innerhalb dieses Zeitraums nicht erreicht. In Abbildung 84 sind die Spannungsverläufe nach Volkersen bzw. nach Goland und Reissner dargestellt. Hier zeigt sich, dass die höchsten Spannungen, die zum Bauteilversagen unter Zug-Scherbeanspruchung führen, zu Beginn des Überlappungsbereichs der Klebung auftreten. Dies ist jedoch auch gleichzeitig der blau markierte Bereich, der zuerst von eindiffundierenden Wassermolekülen erreicht wird. Somit befindet sich im Gebiet der über den Spannungsmittelwert liegenden Spannungsgradienten tendenziell auch die höchste Wasserkonzentration. Sowohl nach der Bruchmechanik als auch der Kontinuumsmechanik liegt im Gebiet der größten zu erwartenden Schädigung auch die höchste Feuchtigkeitskonzentration vor.

Zur Bestimmung des Eindringverhaltens von Wasser in die Klebnaht wurde die Zeit bis zur vollständigen Sättigung von Probekörpern bestimmt. Die würfelförmigen Proben mit einer Kantenlänge l von 4 mm wurden dafür in vollentsalztem Wasser bei 60°C ausgelagert und die, in Abbildung 85 dargestellte, Gewichtszunahme bestimmt. Mittels eines gravimetrischen Ansatzes unter Einbeziehung des Fick'schen Gesetzes lässt sich aus den Messdaten der Diffusionskoeffizient D des Wassers im Klebstoff für die vorgegebene Temperatur durch den Zusammenhang der Form

$$\frac{m_t}{m_\infty} = \frac{4}{0,5 \cdot l} \cdot \sqrt{\frac{D \cdot t}{\pi}} \quad (52)$$

bestimmen (Zanni-Deffarges, Shanahan 1995). Daraus ergibt sich ein Diffusionskoeffizient von $D = 3,1 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Dieser Ansatz gilt jedoch nur für Wasseraufnahmen im Bereich von $\frac{m_t}{m_\infty} < 0,5$, wie Abbildung 85 anschaulich zeigt.

Um den Gesamtverlauf der Wasseraufnahme beschreiben zu können, muss ein Ansatz auf Basis einer Sättigungsfunktion gewählt werden. Dies lässt sich mit

$$\frac{m_t}{m_\infty} = 1 - e^{\left(\frac{-D \cdot t}{\text{Ln}\left(\pi \frac{4}{0,5 \cdot l}\right)} \right)} \quad (53)$$

verwirklichen (Seung Geol Lee u. a. 2010). Somit berechnet sich der Diffusionskoeffizient zu $D = 4,4 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Die Wassersättigung der würfelförmigen Probekörper ist nach ca. 10 Tagen bei 60°C vollständig abgeschlossen.

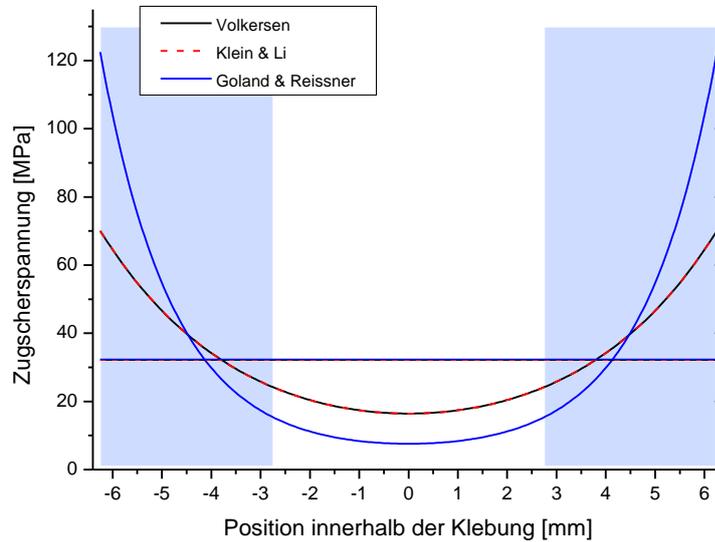


Abbildung 84: Spannungsverlauf innerhalb der verwendeten Klebung von 12,5 mm Länge, berechnet nach den Ansätzen von Volkersen, Klein & Li und Goland & Reissner. Zusätzlich ist der Bereich der Wasseraufnahme farbig gekennzeichnet. Hier werden sich auch die mechanischen Eigenschaften ändern.

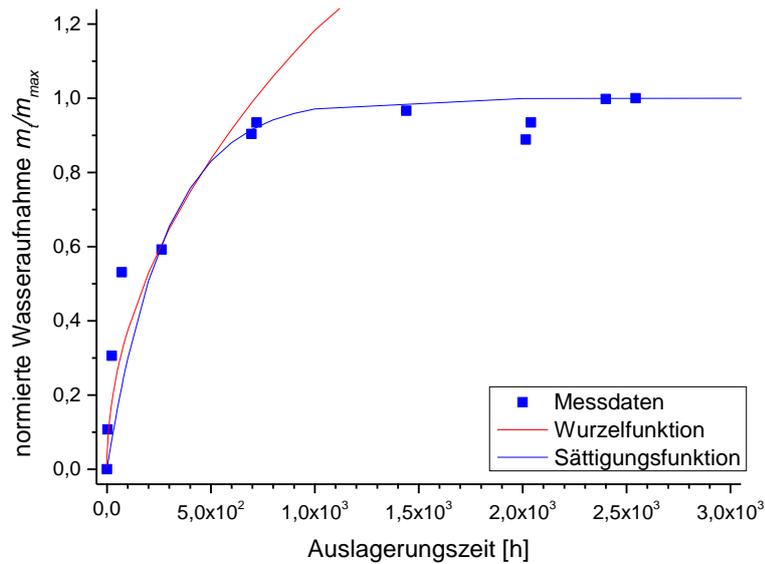


Abbildung 85: Normierte Wasseraufnahme der würfelförmigen Klebstoffproben mit den berechneten Wasseraufnahmen bei 60°C

Zur Bestimmung des Wasserabgabeverhaltens werden tablettenförmige Probenkörper mit einem Durchmesser von 6,5 mm und einer Dicke von 390 µm innerhalb einer Woche vollständig bei 66°C mit Wasser gesättigt. Anschließend werden sie mit einer trockenen Inertgasspülung bei verschiedenen Temperaturen rückgetrocknet und der in Abbildung 86 dargestellte Verlauf der Gewichtsabnahme ermittelt. Mittels einer Wurzelfunktion unter der Annahme einer nicht erreichten Wassersättigung und einer exponentiellen Sättigungsfunktion werden die temperaturabhängigen Kinetik-Faktoren ξ_W bzw. ξ_E bestimmt. Diese sind in Abbildung 87 in einer $\log \xi$ vs. $1/T$ -Form dargestellt. Da bei dem Überschreiten der Siedetemperatur des Wassers von 100°C ein anderer Mechanismus der Wasserabgabe anzunehmen ist, sollten die Kinetik-Faktoren nur für Temperaturen $T < 100^\circ\text{C}$ ausgewertet werden. Die Reaktionsenthalpien des Trocknungsprozesses lassen sich über eine Gleichung der Form

$$\xi(T) = \xi_0 \cdot e^{\left(\frac{-\Delta U}{RT}\right)} \quad (54)$$

bestimmen. Sie betragen für die Annahme einer nicht zu trocknenden Probe $\Delta U_W = 21,1$ kJ/mol bzw. für den Ansatz der Sättigungsfunktion $\Delta U_E = 36,5$ kJ/mol mit einer Bestimmtheit von $R^2 = 0,88$ bzw. 0,85.

Über die beiden zur Berechnung der Diffusionskoeffizienten der Wasseraufnahme genutzten Gleichungen 51 und 52 werden ebenfalls die Koeffizienten für den Wasserabgabevorgang berechnet. Diese sind in Tabelle 26 für die jeweiligen Trocknungstemperaturen aufgelistet.

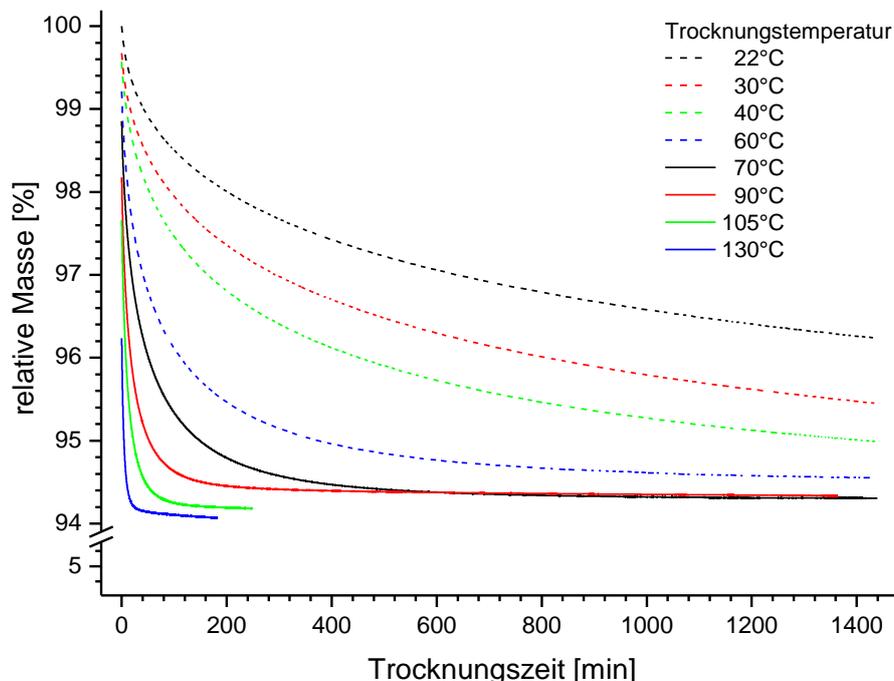


Abbildung 86: Gewichtsverlust der tablettenförmigen Proben für den isothermen Temperaturbereich ohne die notwendige Aufheizphase

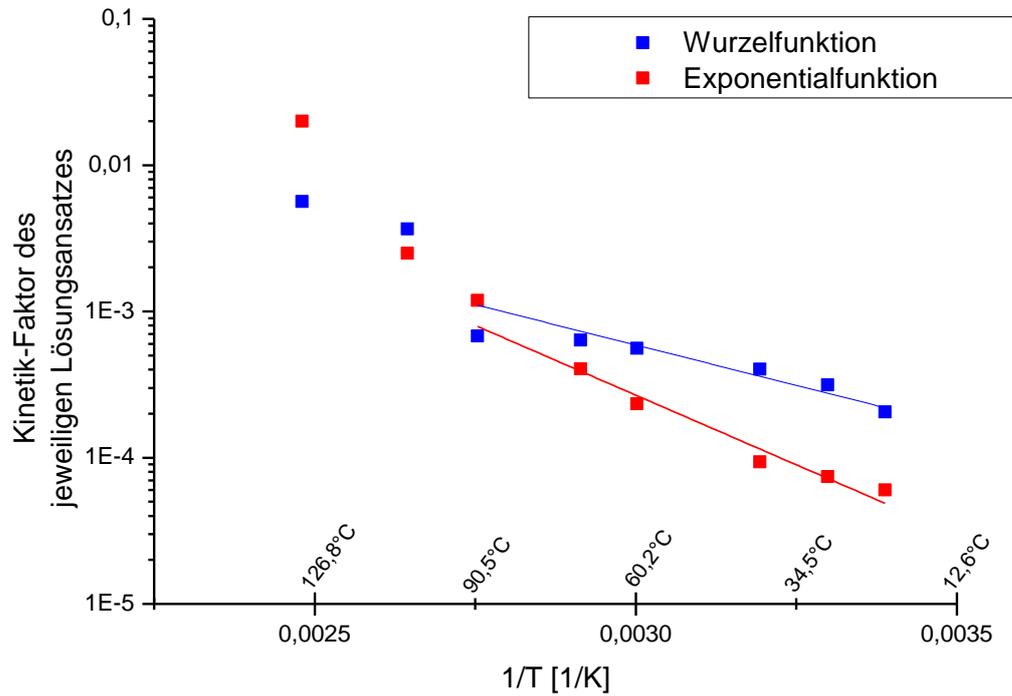


Abbildung 87: Auftragungen der durch Wurzel- und Exponentialfunktion erhaltenen Kinetik-Faktoren ξ aus den Wasserabgabeversuchen der Abbildung 86

Tabelle 26: temperaturabhängige Diffusionskoeffizienten der Wasserabgabe

	Probe mit unerschöpflichem Wasserreservoir (Wurzel-Abhängigkeit)	Probe mit endlicher Wassermenge (Exponential-Funktion)
Temperatur	Diffusionskoeffizient	Diffusionskoeffizient
T	$D_{w,T}$	$D_{E,T}$
[°C]	$\left[\frac{m^2}{s}\right]$	$\left[\frac{m^2}{s}\right]$
22	$3,4 \cdot 10^{-12}$	$1,0 \cdot 10^{-12}$
30	$5,2 \cdot 10^{-12}$	$1,2 \cdot 10^{-12}$
40	$6,7 \cdot 10^{-12}$	$1,6 \cdot 10^{-12}$
60	$9,3 \cdot 10^{-12}$	$3,9 \cdot 10^{-12}$
70	$2,5 \cdot 10^{-11}$	$6,7 \cdot 10^{-12}$
90	$3,1 \cdot 10^{-11}$	$2,7 \cdot 10^{-11}$
105	$6,1 \cdot 10^{-11}$	$4,7 \cdot 10^{-11}$
130	$9,4 \cdot 10^{-11}$	$3,3 \cdot 10^{-10}$

Um den Einfluss von Feuchtigkeit auf die Bruchfestigkeit und die Lebensdauer verklebter Zug-Scher-Proben zu untersuchen, wurden unaktivierte und vollständig aktivierte Proben für 30 Tage in 60°C warmen Wasser ausgelagert und anschließend statisch und zyklisch getestet. Abbildung 88 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Verhalten von trockenen und gewässerten Zug-Scher-Proben. Wie auch in Tabelle 27 dargestellt, zeigen sowohl ungelaserte als auch vollflächig gelaserten Proben im quasistatischen Zug-Scherversuch einen Festigkeitsverlust von ca. 15 %. Des Weiteren zeigen die gelaserten und nach der Verklebung gewässerten Proben einen ausgeprägten Dehnungsbereich vor dem Probenversagen, was auf die Wasseraufnahme des Klebstoffmaterials und die damit verbundene Quellung und Duktilitätserhöhung zurückgeführt werden könnte.

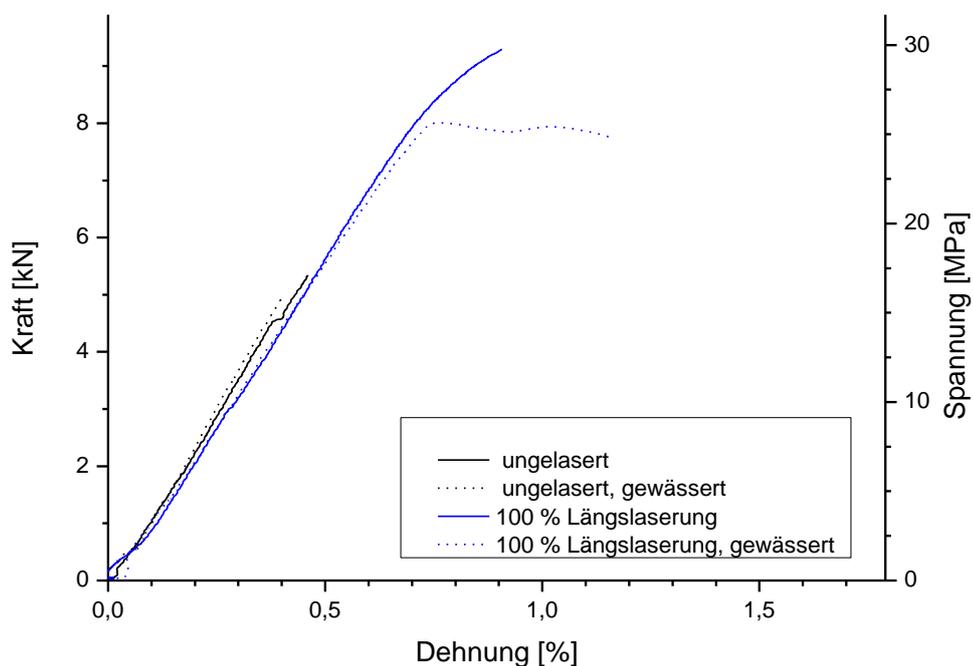


Abbildung 88: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Diagramm trockener und gewässerter Proben

Nach der Wasseraufnahme versagen die vollständig aktivierten Proben weiterhin kohäsiv und die ungelaserten adhäsiv. Über eine leichte Klebstoffverfärbung ist erkennbar, dass das Wasser, wie berechnet, allseitig ca. 3,5 mm in die Klebefuge eingedrungen ist. Wie erwartet war dies offenbar tief genug, um eine Schädigung zu bewirken. Dieser Effekt lässt sich sowohl mit dem in Abbildung 84 gezeigten Spannungsverlauf in der Klebefuge nach Goland & Reissner als auch über eine Schädigung im Sinne der Bruchmechanik erklären. Hierbei besteht die Möglichkeit, dass sich beispielsweise der Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} bei Anwesenheit von Wasser verändert somit σ_c verringert wird.

Im Gegensatz zu den Ergebnissen im statischen Versuch, zeigen jedoch zyklische Tests, wie in Abbildung 89 gezeigt, keinen signifikanten Einfluss der Wasserauslagerung der Proben auf die ermittelte Lebensdauer. Dies kann an den für diese Tests verwendeten Lastniveaus liegen, die nur ca.

50 % der statischen Festigkeit entsprechen und somit die Klebverbindung noch nicht in den Bereich ihrer Leistungsfähigkeit führen. Des Weiteren besteht die Möglichkeit, dass Wasser einerseits aus der Klebfuge heraus diffundiert und dieser Prozess zusätzlich auch noch durch einen Pumpeffekt verstärkt wird, der durch die Zug-Scher- als auch besonders durch die durch Biegebeanspruchung verursachte Klebstoffverformung forciert wird. Dadurch kann eine Verteilung der Feuchtigkeit in der kompletten Probe und somit eine Verminderung der Wasserkonzentration im kritischen Randbereich erfolgen. Die verbleibende Feuchtigkeit reicht dann in der vorhandenen Verteilung nicht mehr aus, um eine signifikante Verringerung der Lebensdauer zu bewirken.

Tabelle 27: Statische Bruchfestigkeiten trockener und gewässerter Zug-Scherproben

Laseraktivierungsgrad	Trockener Probe		Gewässerte Probe	
	Zug-Scherfestigkeit	Standard-Abweichung	Zug-Scherfestigkeit	Standard-Abweichung
α	F_{Bruch}	ΔF	F_{Bruch}	ΔF
[%]	[kN]	[kN]	[kN]	[kN]
100	9,5	0,5	8,4	0,2
0	5,8	0,5	4,8	0,3

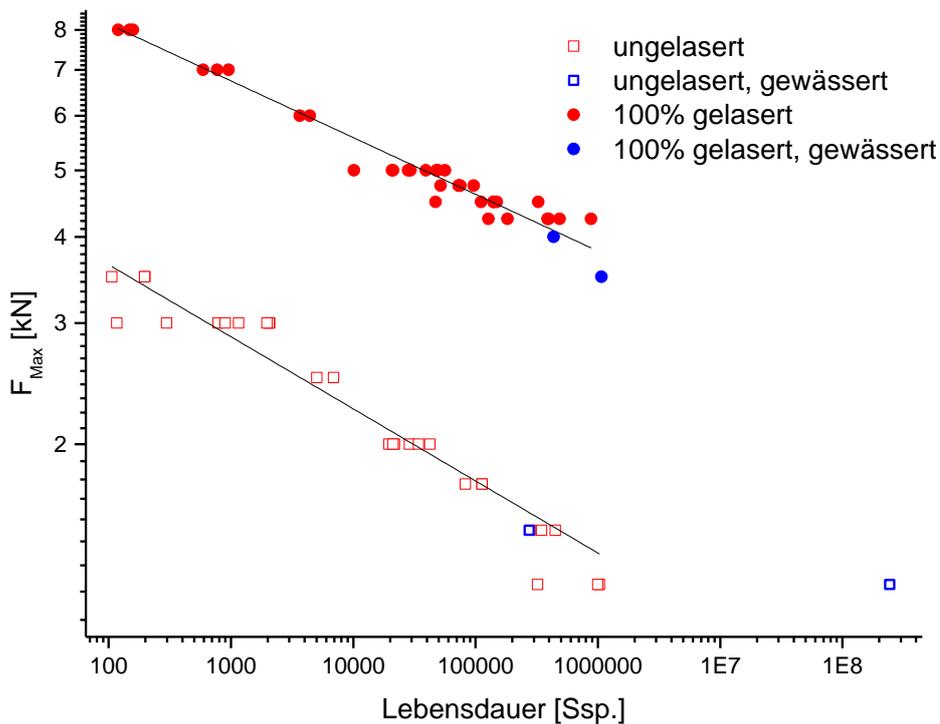


Abbildung 89: Lebensdauer unglaserter und vollflächig oberflächenaktivierter Proben nach Auslagerung in VE-Wasser bei einer Temperatur von 60°C für 30 Tage.

7. Einfluss des Klebers auf die Güte einer Klebverbindung

Neben der Alterung wirkt sich auch der Herstellungsprozess einer Klebverbindung auf die mechanischen Eigenschaften des Verbundes aus. Deswegen werden diese zur Optimierung des Klebprozesses wenn möglich automatisiert, um handwerkliche Einflüsse eines Operators weitestgehend ausschließen zu können und ein robustes Verfahren zu erreichen. Da derzeit die Automatisierung nicht immer möglich ist (Manufaktur, Kleinserien, z.B. Rotorblätter) wurde in dieser Arbeit der handwerkliche Einfluss auf die Ermüdungsfestigkeit von Verbundproben getestet. Dafür wurde der Klebprozess von Mitarbeitern des Instituts für Werkstoffkunde durchgeführt. Allen Probanden wurden die standardisierten Abläufe des Klebvorgangs, ausgehend von der Reinigung der Fügeflächen über die Einwaage und Vermischung der Klebstoffkomponenten bis zum Auftrag des gemischten Klebstoffsystems und dem Fügen der Substrate, im Vorfeld der Präparation erklärt und vorgeführt. Die vollständige Laseraktivierung der Oberfläche sowie die Aushärtung und Prüfung der Verbundproben wurde durch den Teamleiter durchgeführt, um ihren Einfluss auf die Ergebnisse zu minimieren bzw. auszuschließen. Da immer dieselbe Person diese Fertigungsschritte durchführte, bleibt der möglicherweise auftretende systematische Fehler immer gleich.

Die Prüfung erfolgte unter zyklischen Belastungsbedingungen mit $R = 0,1$ bei einer Maximalkraft von $F_{Max} = 5,5$ kN auf der servohydraulischen Prüfmaschine. Die erwartete Lebensdauer liegt bei $N = 10^4$ Ssp.

Die Ergebnisse der Probandenversuche sind in der $S-N$ -Darstellung der Abbildung 90 dargestellt. Es ist eine weit über die Streuung der Ergebnisse der Routineklebungen hinausgehende Streuung mit einer offensichtlichen Tendenz zu kürzeren Lebensdauern erkennbar. Bei identischer Lebensdauer ertragen die Proben aus den Routineklebungen eine um 13 % höhere Kraftamplitude als die der Probanden.

In Abbildung 91 sind die Bruchlastzahlen der durch die fünf Probanden durchgeführten Verbundprobenfertigungen aus Abbildung 90 extrahiert und nach Probanden aufgeschlüsselt dargestellt. Zusätzlich sind die Ergebnisse des Autors dieser Arbeit (Proband 0) aus den laufenden Versuchen dargestellt. Innerhalb der Lebensdauern der durch die Probanden gefertigten Verbundproben sind Unterschiede erkennbar. Während Proband 1 Lebensdauern mit einer geringer Streuung im Bereich von 9500 bis 12 300 Ssp. erreichte, lagen die Ergebnisse der anderen Probanden zum Teil um mehr als eine Größenordnung unterhalb dieser Lebensdauern. Die Streuung der Versuchsergebnisse liegt im Bereich der von Proband 0.

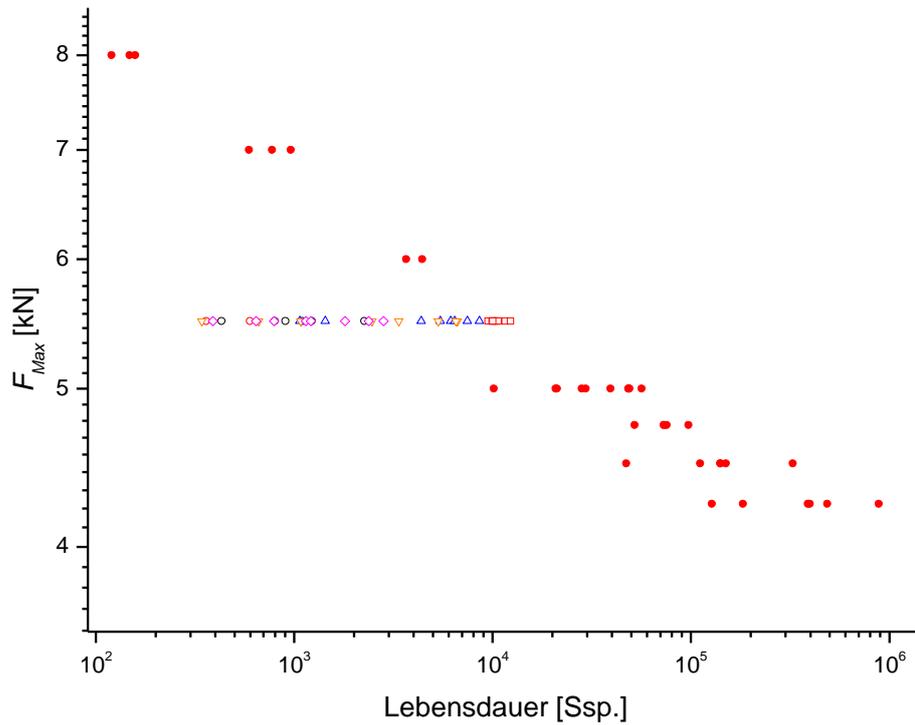


Abbildung 90: S-N-Darstellung der Ergebnisse des Ringversuchs im Bezug zu denen aus Routineklebungen

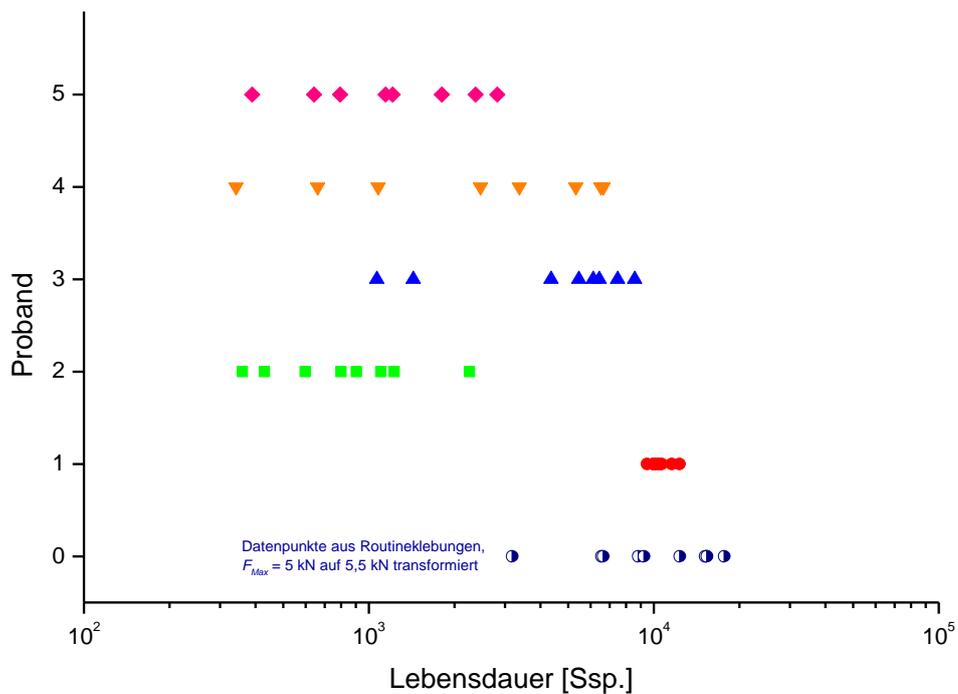


Abbildung 91: Streuung der Lebensdauern von Proben gefertigt durch unterschiedliche Kleber

Zur genaueren Quantifizierung werden die Ergebnisse auf eine Bruchlastzahl von 10^6 Ssp. transformiert, mit einem statistischen Ansatz nach Weibull ausgewertet und die Resultate in Abbildung 92 mit der Maximalkraft F_{Max} als streuenden Parameter dargestellt. In den Werten der Tabelle 28 zeigten sich sowohl bei den Festigkeiten, die durch ihren Lageparameter spezifiziert wird, als auch bei der Reproduzierbarkeit, die durch den Weibull-Exponenten quantifiziert wird, große Unterschiede. Die höchste Festigkeit zeigten mit 3,8 kN die aus den Routineklebungen hervorgegangenen Ergebnisse. Dieselbe Festigkeit erreichte auch Proband 1. Die geringste Festigkeit lag bei Proband 2 mit nur 3,1 kN vor, was einem Abfall um ca. 20 % entspricht. Wichtiger als die mittlere Festigkeit ist jedoch eine gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse. Durch die sehr geringe Streuung der Messwerte wurde bei Proband 1 ein Weibull-Exponent von über $m = 150$ erreicht, was einer Streuung von maximal 3 % entspricht und auf eine sehr hohe Reproduzierbarkeit schließen lässt. Die Ergebnisse aus den Routinemessungen (Proband 0) erreichen zwar eine bessere mittlere Festigkeit, liegen aber aufgrund ihrer Zusammenstellung aus unterschiedlichen Fertigungschargen bei einem Weibull-Exponent von $m = 27$. Die Weibull-Exponenten der anderen Probanden liegt bei $13 < m < 23$, was einer Streuung der Maximalkraft bezogen auf das Lastniveau von 15 bis 20 % entspricht.

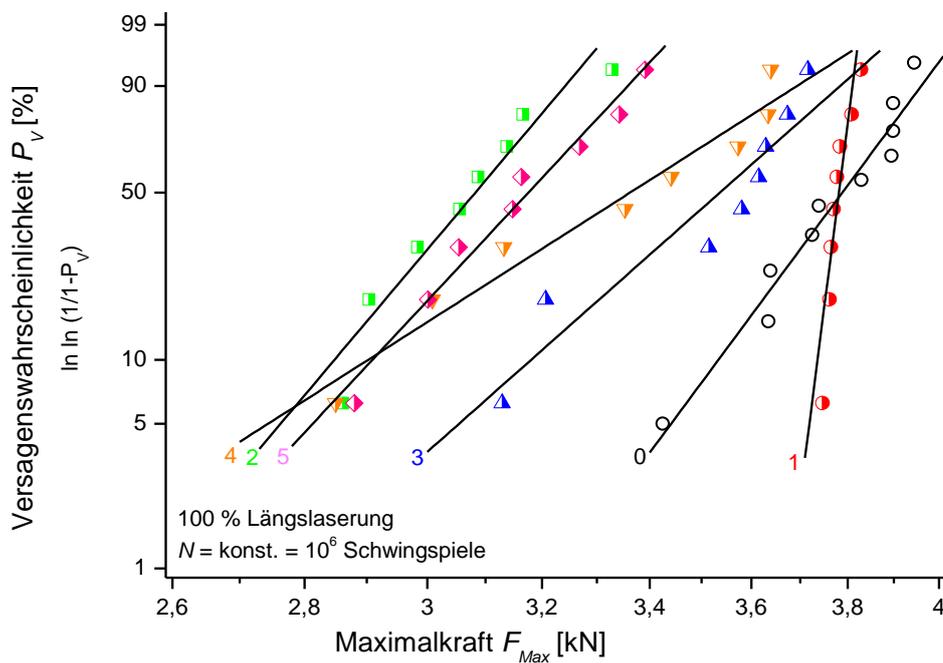


Abbildung 92: Weibull-Verteilung der Maximalkraft bei einer Probenlebensdauer von 1 Mio. Schwingspiele unterschiedlicher Kleber

Tabelle 28: Weibull-Parameter aus der Abbildung 92

Proband	Lageparameter Festigkeit	Streuspanne	Weibull-Exponent	Bestimmtheit
-	F^*	$\left(\frac{F_{0,9}}{F_{0,1}}\right)$	m	R^2
-	[kN]	-	-	-
0 ○	3,8	1,14	27,1	0,96
1 ●	3,8	1,03	157,3	0,84
2 ◻	3,1	1,10	23,1	0,93
3 ▲	3,6	1,19	17,8	0,89
4 ▼	3,5	1,28	12,8	0,96
5 ◆	3,2	1,17	21,5	0,97

Die Ergebnisse des Ringversuchs zeigen insgesamt eine zufriedenstellende Streuung der Verbundprobenergebnisse. Jedoch traten Ausreißer sowohl nach oben als auch nach unten auf. Auch bei den Lageparametern lagen die maximalen Abweichungen zwischen dem Minimum- und dem Maximalwert bei ca. 20 %. Die Klebeergebnisse des Routiniers drücken sich aber in einer Verbesserung der Güte der Klebung aus.

Wenn also von individuellen Klebeerzeugnissen gesprochen wird, was bei der derzeitigen Manufakturfertigung die Regel ist, sollte ein zusätzlicher Sicherheitsfaktor von ca. 25 % auf die zulässige Festigkeit aufgeschlagen werden.

8. Diskussion der Ergebnisse im Hinblick auf die linear-elastische Bruchmechanik und die Kontinuumsmechanik

Zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften geklebter Verbunde wurden statische und zyklische Versuche an Standard-Zug-Scher-Proben durchgeführt. Um zu testen, wie sich geklebte Verbunde verhalten, die in der Grenzfläche zwischen Substrat und Klebstoff Ungängen oder Defekte enthalten, wie z.B. Kontaminationen, wurde die Substratoberfläche sowohl vollständig als auch partiell gelasert. Die Laserung wurde längs oder quer zur Lasteinleitungsrichtung durchgeführt. Proben mit höherem Laseraktivierungsgrad zeigten auch die größeren Festigkeiten. Zusätzlich waren auch Unterschiede zwischen Proben mit Längs- oder Querlaserung erkennbar. Während die Bruchfestigkeiten als Funktion des Lasergrads der längs aktivierten Verbunde einer Mischungsregel folgen, weichen die der quer gelaserten Proben je nach Laseraktivierungsgrad von dieser ab.

Diese Anisotropie lässt sich nicht ohne weiteres mittels der Kontinuumsmechanik verstehen, wohl aber mit der LEBM. In der Bruchmechanik können Ungängen im Material als Riskeime betrachtet werden, die das Versagen des Bauteils einleiten. Defekte, deren Ausdehnung entlang der Lasteinwirkrichtung orientiert ist, sind bruchmechanisch nicht effizient. Sie können allerdings kontinuumsmechanisch über die Reduzierung der wirksamen kraftübertragenden Fläche mit einer Mischungsregel erfasst werden. Defekte mit einer Orientierung quer zur Lasteinwirkungsrichtung können dagegen wie Risse behandelt werden und gehorchen der Bruchmechanik. Diese Annahmen wurden durch die Experimente bestätigt.

Die experimentell ermittelte Streuung der Bruchfestigkeit eines jeden Aktivierungszustands wurde mit einer Weibull-Verteilung statistisch ausgewertet. Hier zeigte sich, dass die Lageparameter der statischen Bruchkraft F_{Bruch}^* der längs gelaserten Proben erwartungsgemäß der Mischungsregel folgen. Durch eine Verkleinerung des 90/10-Streubandes lässt sich die Übereinstimmung der Messwerte mit der Mischungsregel bestimmen. Diese ist für längs gelaserte Proben besser als für Proben mit Querlaserung. Letztendlich jedoch sind die Festigkeitsunterschiede zwischen längs und quer gelaserten Proben gleichen Aktivierungsgrads nicht besonders stark ausgeprägt, wenn man statistische Auswertungen zu Grunde legt. Die Zuverlässigkeit der Verbunde steigt mit zunehmenden Aktivierungsgrad an.

Im Rahmen der Messwertstreuung lassen sich bei unbekanntem Grenzflächendefekten sowohl ein kontinuumsmechanischer als auch ein bruchmechanischer Ansatz mit ausreichender Genauigkeit nutzen, um bei statischer Beanspruchung das Festigkeitsverhalten des Verbunds zu beschreiben. Wenn allerdings Schädigungsbetrachtungen verwendet werden, um Charakteristika des Versagens (kohäsiv oder adhäsiv) vorherzusagen, muss die Bruchmechanik verwendet werden. Darüber hinaus kann nur die Bruchmechanik die statistische Messwertstreuung von Zug-Scher-Festigkeit bzw. Lebensdauer eines Verbundbauteils zwanglos beschreiben. Dies gelingt durch die Verwendung eines charakteristischen Defektspektrums, das aus bruchmechanischer Sicht im geklebten Verbund präsent ist.

Da Strukturbauteile normalerweise nicht ausschließlich statisch beansprucht werden, muss auch dies bei der Auslegung und Bewertung berücksichtigt werden. Hierfür wurden einstufige

Ermüdungsversuche durchgeführt. Es zeigten sich klar erkennbare Unterschiede in den Lebensdauern längs und quer gelaseter Proben und ähnliche Effekt wie unter statischer Beanspruchung. Die aus der Wöhler-Kurve durch Transformation auf $N_f = 10^6$ Ssp. erhaltenen F_{max} -Werte für quer gelaseter Proben gehorchen einer Abhängigkeit der Form $\frac{1}{\sqrt{\alpha}}$. Aufgrund der Korrelation zwischen Defekt und Laseraktivierungsgrad α lassen sich diese Befunde mit einem bruchmechanischen Ansatz beschreiben. Durch Transformation aller Messdaten eines Oberflächenaktivierungszustands auf eine konstante Lebensdauer bzw. eine konstante Kraft erhält man einen großen Stichprobenumfang ($n > 10$), der eine statistische Auswertung in Bezug auf die Zuverlässigkeit der mechanischen Kennwerte zulässt. Auch hierbei zeigten sich signifikante Unterschiede zwischen Proben der zwei Laseraktivierungsgeometrien in Maximalkraft, Ermüdungslebensdauer und Streuung der transformierten Daten. Somit steht mit Versuchen unter zyklischer Belastung eine empfindlichere Methode zur Bewertung von Klebverbindungen als unter statischer Beanspruchung zur Verfügung.

Auf Grundlage der erhaltenen Erkenntnisse lässt sich eine generalisierte Bewertung von Klebverbindungen vornehmen. Hierzu können zwei Einflussfaktoren unterschieden werden.

Bewertung der Grenzflächengüte

Durch eine teilweise oder vollständige Laserbehandlung der Fügeiteiloberfläche lässt sich, wie in dieser Arbeit gezeigt wurde, die Grenzflächengüte in Bezug auf haftungsvermindernde Ungenzen definiert einstellen. Diese Kenntnis ist jedoch für reale Klebeverbindungen und deren Oberflächen nicht immer erhältlich. Treten dabei mindestens zwei voneinander unabhängig wirkende Defektsorten auf, bestimmen beide gemeinsam die Zuverlässigkeit. Das heißt, es ergibt sich eine bimodale Verteilung, die sich in einem sigmoidalen Verlauf der Versagenswahrscheinlichkeiten ausdrückt. Dies lässt sich durch zwei zueinander gewichtete Weibull-Verteilungsfunktionen $P_V(F_A)$ und $P_V(F_B)$ mit der Gesamtgleichung

$$P_V(F) = \left\{ \omega * \left[1 - e^{\left(-\left(\frac{F}{F_A^*} \right)^{m_A} \right)} \right] \right\} + \left\{ (1 - \omega) * \left[1 - e^{\left(-\left(\frac{F}{F_B^*} \right)^{m_B} \right)} \right] \right\} \quad (55)$$

Darstellen. Der Wichtungsfaktor ω kann dabei $0 < \omega < 1$ betragen (Gudladt, Bazios 1998 ; Bazios 1999).

Wenn alle Messdaten (z.B. Bruchkraft F_{max}) von Proben einer Aktivierungsorientierung ($0 < \alpha < 1$) gemeinsam einer statistischen Auswertung unterzogen werden, ergibt sich die in Abbildung 93 dargestellte sigmoidale Kurve für die Versagenswahrscheinlichkeit $P(F_{max})$. Dabei wird der linke Kurvenbereich von einem adhäsiven und der Rechte von kohäsivem Versagensmechanismus charakterisiert. Wenn die Proben nach ihren beiden Versagenskriterien sortiert werden, lässt sich jeder

der beiden Defekttypen mittels eines statistischen, monomodalen Ansatzes in Bezug auf seine Zuverlässigkeit bewerten. Der kohäsive Defekttyp ist dabei ein Volumendefekt im Klebstoff, während das adhäsive Versagen durch einen Grenzflächendefekt initiiert wird, wie dies schon in Kapitel 5.1 beschrieben wurde. Wenn Proben, die kohäsiv und / oder adhäsiv versagen in einer gemeinsamen Stichprobe zusammengefasst werden, ergibt sich zur Beschreibung des Kurven-Verlaufs ein bimodaler Ansatz, der von niedrigen Festigkeiten mit adhäsivem Versagen zu hohen Festigkeiten mit kohäsivem Versagen übergeht.

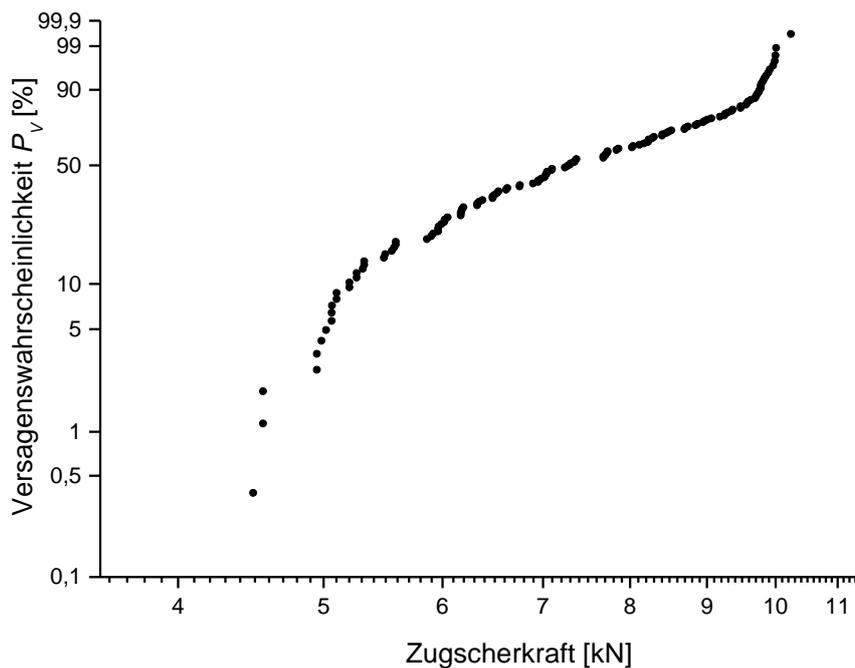


Abbildung 93: Verteilung der Zug-Scherkräfte gelaseter Proben aller Laseraktivierungsgrade

Wenn der Defekttyp nicht detektierbar ist, lassen sich die Messwerte jedoch nicht ohne weiteres entfalten. Bei den vorliegenden Proben ist die Defektstruktur aber wegen der definierten Oberflächenlasierung bekannt, so dass die Daten separiert werden können. In Abbildung 94 und Abbildung 95 ist der charakteristische, sigmoide Verlauf, hervorgerufen durch adhäsive und kohäsive Brüche, erkennbar. Zur Zuverlässigkeitsbeurteilung stehen jetzt zwei Ansätze zur Verfügung. Die erste Ansatz greift auf den kompletten Stichprobenumfang zurück, stützt ihn für hohe und niedrige Zug-Scherkräfte, und erzeugt daraus eine monomodale Verteilungsfunktion (-----) in der Wahrscheinlichkeitsdarstellung. Daraus ergibt sich ein neuer Lageparameter. Jedoch ist die entsprechende Streuspanne relativ groß, was auf eine schlechte Zuverlässigkeit schließen lassen würde. Für kleine Ausfallwahrscheinlichkeiten würde die entsprechende Zug-Scherfestigkeit stark unterschätzt, was eine unverhältnismäßige Überdimensionierung des Bauteils zur Folge hätte und dem Prinzip des Leichtbaus entgegensteht.

Die zweite Möglichkeit sieht vor, dass zwischen adhäsivem und kohäsivem Versagen unterschieden werden kann. Somit lässt sich jede Versagensart mit einer unabhängigen Wahrscheinlichkeitsverteilung beschreiben. Durch Gleichung 57 lässt sich mit dem Wichtungsfaktor ω eine bimodale Verteilung erzeugen, die das Ausfallverhalten der Proben richtig wiedergeben kann. Durch die Nutzung dieser vollständigen bimodalen Verteilungsfunktion (—) lassen sich sowohl Proben im Bereich niedriger als auch solche im Bereich hoher Ausfallwahrscheinlichkeiten beschreiben. Der Wichtungsfaktor ω definiert dabei die Lage des Übergangsbereich zwischen den zwei vorherrschenden Defektsorten und liegt bei allen dargestellten bimodalen Wahrscheinlichkeitsdarstellungen bei 0,75.

Die für die Daten aus den statischen Zugversuchen getroffenen Annahmen lassen sich auch problemlos auf die Daten der Ermüdungsversuche übertragen. Die Ausfallwahrscheinlichkeiten für eine konstante Lebensdauer bzw. eine konstante Kraft sind in Abbildung 96 bzw. Abbildung 97 dargestellt. Dabei ist wieder eine ausgeprägte Bimodalität der Versagenswahrscheinlichkeit erkennbar. Hierbei wird noch deutlicher als bei der Auswertung der quasi-statischen Versuchsdaten, dass eine monomodale Auswertung (\dots / $---$) des gestutzten Stichprobenumfangs zwar eine konservative Abschätzung mit schlechter Zuverlässigkeit erlaubt, jedoch dem Leichtbaukonzept widerspricht. Die Verwendung der bimodalen Verteilung ($---$ / $---$) hingegen erlaubt für kleine Ausfallwahrscheinlichkeiten eine zuverlässige Abschätzung im Sinne des Leichtbaukonzepts.

Wenn eine valide, bimodale Verteilung, z.B. wegen eines zu geringen Stichprobenumfangs, nicht umsetzbar ist, sollte, im Sinne einer guten Produktzuverlässigkeit und einer realistischen Abschätzung kleiner Ausfallwahrscheinlichkeiten, ein etwas niedrigerer Lageparameter bei einer geringen Streuspanne der Messwerte akzeptiert werden. Dies ist, auch wenn damit bestimmte Ausfallbereiche unterschätzt werden sollten, besser als einen sehr guten Lageparameter mit einer großen Streuung zu nutzen, der Festigkeit bzw. Lebensdauer für technisch wichtige Ausfallwahrscheinlichkeiten stark überschätzt.

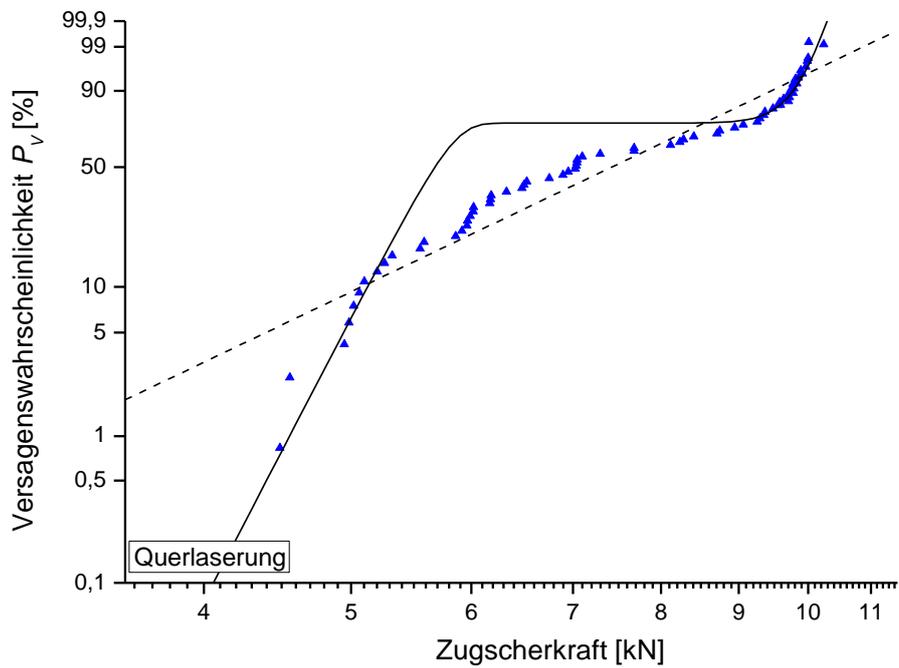


Abbildung 94: Bimodale Verteilung der Zug-Scherkräfte quer gelaseter Proben aller Laseraktivierungsgrade

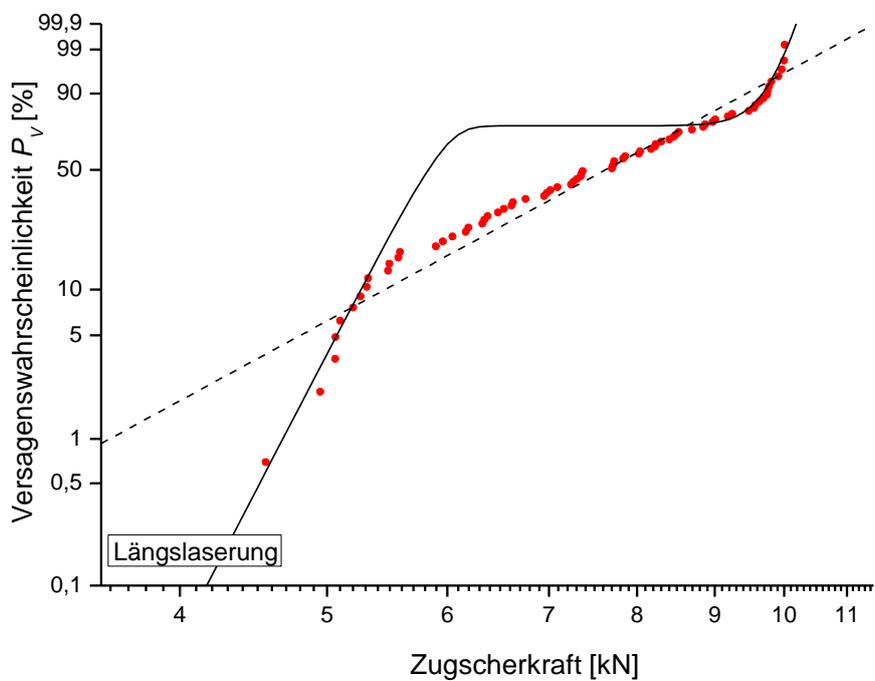


Abbildung 95: Bimodale Verteilung der längs gelaserten Proben aller Laseraktivierungsgrade

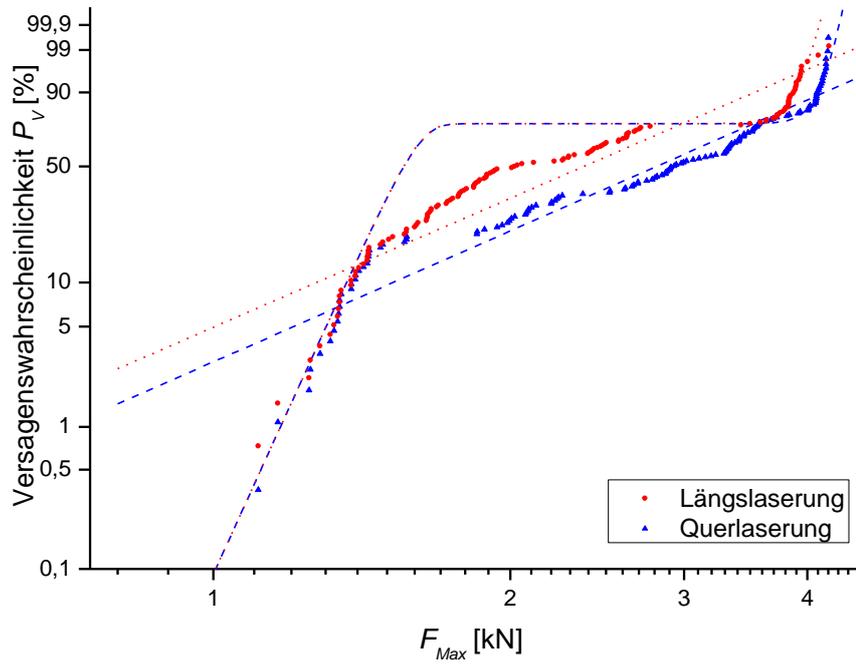


Abbildung 96: Bimodale Weibull-Verteilung der Proben beider Oberflächenaktivierungsgeometrien für eine konstante Lebensdauer von 1 Mio. Ssp.

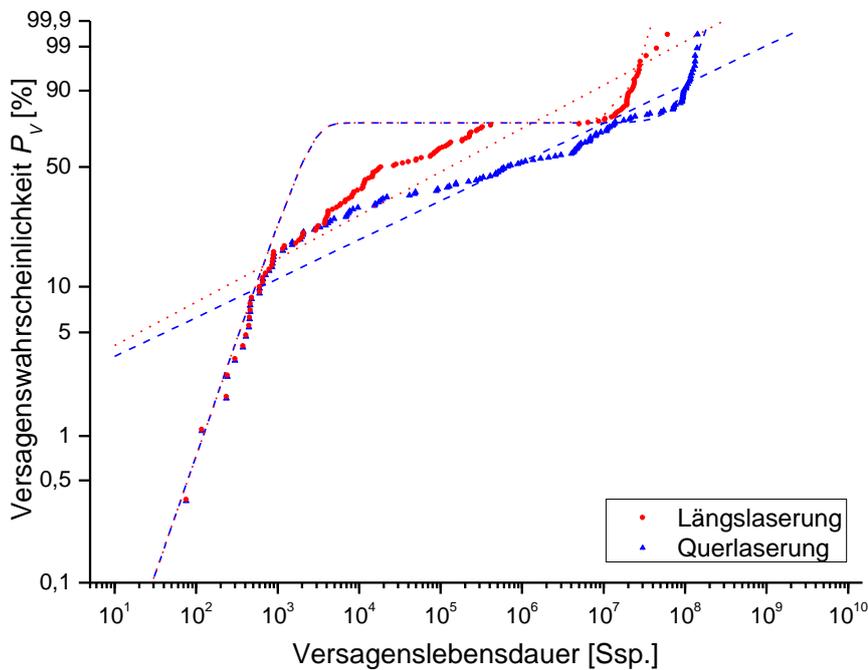


Abbildung 97: Bimodale Weibull-Statistik der Proben beider Oberflächenaktivierungsgeometrien eine konstante Kraft von 3kN

9. Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass durch gezielte teilflächige Laseraktivierungen die Güte der Grenzflächen einer verklebten Oberfläche definiert eingestellt werden kann. Durch ihre fertigungsbedingt genaue Charakterisierung in Bezug auf Hafteigenschaften und geometrischer Ausdehnung kann dies als Referenz für kontaminierte Proben dienen. Der Güte einer Klebung lässt sich nun eine allgemeinen Haftwahrscheinlichkeit Ω zu Grunde legen. Dabei soll $\Omega = 1$ die „optimale“ Klebung repräsentieren, während bei einer Haftwahrscheinlichkeit von $\Omega = 0$ die Probe schon bei der Präparation bzw. nach der Herstellung auseinander fällt, was bedeutet, dass F_{Max} gegen Null konvergiert. Für hohe Haftwahrscheinlichkeiten tritt demnach kohäsives Klebstoffversagen, für geringe Haftwahrscheinlichkeiten adhäsives Grenzflächenversagen auf. Das zugehörige Versagensverhalten lässt sich über ein defektbasiertes Schädigungsmodell mittels Bruchmechanik beschreiben.

In Abbildung 98 sind die Festigkeiten der statischen Zug-Scherversuche gegen die Haftwahrscheinlichkeit Ω eingetragen. Anodisierte und gelaserte Proben liegen erwartungsgemäß bei Werten von $0,9 < \Omega < 1$, ungelaserte hingegen bei $0,55 < \Omega < 0,60$ (●, ■). Unterhalb von $\Omega = 0,55$ dominieren makroskopische Fehler, die partiell jederlei Anbindung zwischen Substrat und Klebstoff vermissen lassen. Durch unterschiedlich effektive Kontaminationen, wie Öle oder Trennmittel, lassen sich alle Zwischenschritte von optimaler Anbindung bis hin zu geringer Haftwirkung einstellen.

$F(\Omega)$ kann mit dem Laseraktivierungsgrad α folgendermaßen korreliert werden:

$$\Omega = \chi \cdot \alpha + \Omega_0 \tag{56}$$

In Abbildung 98 ist die $F(\Omega)$ -Kurve in den Bereich geringer Haftwahrscheinlichkeiten extrapoliert worden. Es ergibt sich dabei zwanglos wie hervorgesagt $F(\Omega = 0) = 0$. Somit ist der lineare Zusammenhang zwischen den Zug-Scherkräften F_{Max} und der allgemeinen Haftwahrscheinlichkeit als gesichert anzusehen. Zusätzlich zu den gelaserten Proben sind Werte für real mit Hydrauliköl kontaminierte Proben (■ Wetzl 2012 ; ■ Holtmannspötter 2010) in das Diagramm mit den entsprechenden Kontaminationskonzentrationen c eingetragen. Dabei zeigt sich, dass reale Kontaminationen im Bereich der laseraktivierten Proben liegen und durch die Darstellungsform einer Haftwahrscheinlichkeit in ihrer Effektivität mit diesen verglichen werden können. und somit die Güte ihrer Oberfläche quantifiziert werden kann. Für Kontaminationen lässt sich $F(\Omega)$ durch die folgende Transformation berechnen:

$$\Omega = \chi_2 \cdot \alpha^s + \tilde{\Omega}_0 \tag{57}$$

Unter der Annahme $s = 1$ folgt, dass α und somit auch Ω nur noch von der Verschiebung $\tilde{\Omega}_0$ bestimmt werden und der lineare Zusammenhang zwischen $F(\Omega)$ und Ω erhalten bleibt.

Es hat sich gezeigt, dass die Unsicherheit einer „schlechten Anbindung“ von Klebstoff zur Substratoberfläche durch die teilflächige Laseraktivierung quantifiziert werden kann. Bei einer Bruchkraft innerhalb des Intervalls von $5 \text{ kN} < F_{Max} < 10 \text{ kN}$ finden sich alle Versuchsergebnisse

jedweden Laseraktivierungsgrads. Daraus folgt, dass ein geklebtes Bauteil in Bezug auf die Festigkeit immer dann zuverlässig ist, wenn der aus optimal geklebten Strukturen berechnete Wert um einen Faktor 2 abgesenkt wird. Dies bedeutet, dass das Bauteil an den kritischen Stellen doppelt so dick sein wird. Bei dem Auftreten weiterer, haftungsverhindernder Oberflächenkontaminationen ist dieser Faktor weiter zu erhöhen, um die notwendige Sicherheit zu erhalten.

Wie im Rahmen dieser Arbeit gezeigt wurde, reagieren Ermüdungsversuche empfindlicher auf Veränderungen der Oberflächendefektstrukturen als dies bei statischen Versuchen der Fall wäre. Hier ist der Sicherheitsfaktor wahrscheinlich dementsprechend größer zu dimensionieren. Dazu muss in Zukunft dem Ermüdungsversuch unter Betriebsbeanspruchung mehr Raum gewidmet werden.

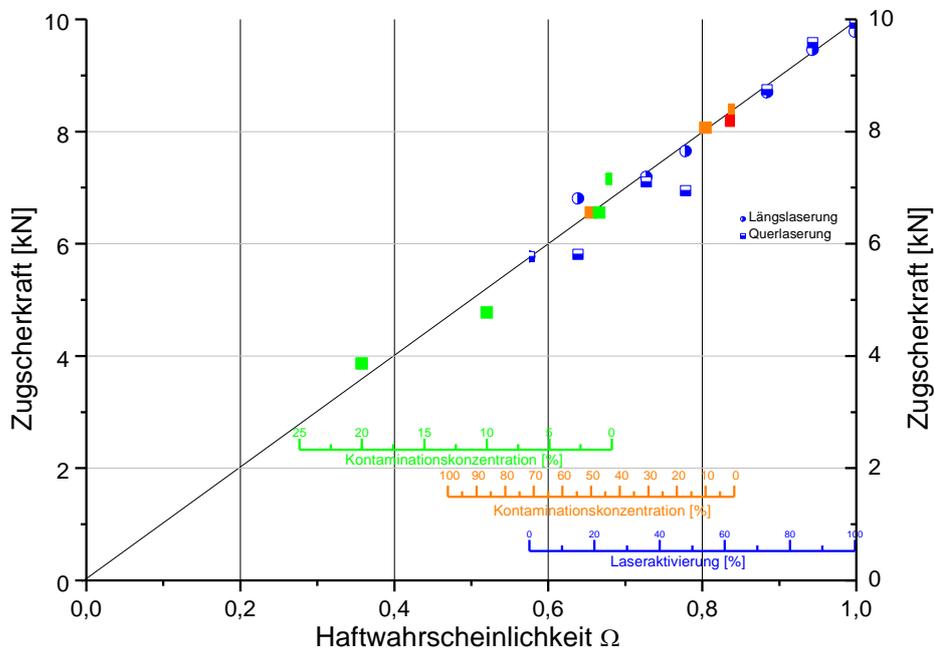


Abbildung 98: Vergleich der Festigkeiten von Proben mit unterschiedlichen Lasergraden und Proben mit vor der Verklebung kontaminierten Oberflächen

10. Zusammenfassung

Das Leichtbaukonzept stellt an die Konstruktion von Strukturbauteilen hohe Herausforderungen. Die Verwendung von Klebung als leichte und universell einsetzbare Füge-technologie nimmt hier eine Schlüsselposition ein. Jedoch ist es zwingend notwendig, das mechanische Verhalten dieser Technologie verstehen, bewerten und auch vorhersagen zu können. Hier steht, wie im Rahmen dieser Arbeit gezeigt, mit der Bruchmechanik ein potenter Ansatz zur Verfügung. Unter Zuhilfenahme statistischer Methoden können die Eigenschaften von Klebeverbindungen realistisch charakterisiert werden.

Jedoch ist zu beachten, dass die Empfindlichkeit der verschiedenen Testmethoden auf variierende äußere Einflüsse unterschiedlich ist. Diese Empfindlichkeit muss sich natürlich auch in den Auslegungsfaktoren der Bauteile widerspiegeln.

Unter statischer Beanspruchung liegt Faktor 2 zwischen den Bruchkräften der optimal gefügten, also vollflächig gelaserten Verbindungen und solchen, bei denen nur eine Oberflächenreinigung stattgefunden hat. Unter Ermüdungsbedingungen vergrößert sich der Abstand der Kräfte für gleiche Bruchlastschwingspielzahlen, die aus den *S-N*-Kurven ermittelt wurden, auf Faktor 3. Um einen für statistische Auswertungen signifikanten Stichprobenumfang zu erhalten, können die Wöhlerdaten der jeweiligen Laseraktivierungsniveaus auf eine konstante Lebensdauer oder eine konstante Maximalkraft F_{Max} transformiert werden. Im ersten Fall erhält man als Differenz des Lageparameters der Bruchkraft zwischen ausschließlich gereinigter und optimal aktivierter Oberfläche einen Faktor 4, was einer Empfindlichkeitszunahme entspricht. Für den zweiten Fall, einer konstanten Maximalkraft, liegen zwischen den Lebensdauern der unterschiedlichen Proben bis zu fünf Größenordnungen. Des Weiteren reagieren die so ermittelten Lebensdauerwerte sehr empfindlich auf Unterschiede in den Defektgeometrien.

Für die Auslegung von Strukturbauteilen sind diese Faktoren natürlich immer mit zu berücksichtigen. Neben dem Faktor 4, der sich aus den Ermüdungsversuchen ergeben hat, ist zusätzlich ggf. eine Höherdimensionierung wegen der meist vorherrschenden Manufakturfertigung einzukalkulieren. Dieser ergab sich aus den vorgestellten Versuchen zu 25 %. Somit erhält man einen Dimensionierungsfaktor von 5, der auf die berechneten, statisch ausreichenden Festigkeitsdaten als Sicherheitsmarge aufgeschlagen werden sollte. Wenn aber zusätzlich noch festigkeitsvermindernde Kontaminationen vorhanden sind, muss die Sicherheitsmarge dementsprechend erhöht werden.

Es hat sich gezeigt, dass eine valide Vorhersage von Festigkeiten unter Einbeziehung der Messwertstreuung nur unter der Annahme eines vorliegenden Defektspektrums mit einem bruchmechanischen Ansatz, gute Ergebnisse liefert. Zusätzlich sind die Durchführung von Ermüdungsversuchen und die Auswertung der erhaltenen Daten auf statistischer Grundlage unabdingbar für eine belastbare Bewertung der Struktureigenschaften.

11. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Verwendung unterschiedlicher Materialien im Elektrofahrzeug Mercedes SLS AMG Coupé Electric Drive (Feustel, Lang, Hand 2013).....	2
Abbildung 2: BMW i30; Elektromobil auf dem Weg in die Serienproduktion mit einer CFK-Fahrgastzelle (Life-Modul) und einem Drive-Modul auf Aluminium-Basis zur Unterbringung von Antriebs-, Fahrwerks und Aufprallkomponenten sowie der notwendigen Energiespeicher (BMW Group 2011).....	2
Abbildung 3: Bindungsarten in Klebstoffen nach (Brockmann 2009 ; Habenicht 2009).....	4
Abbildung 4: Spektrum der Bindungsenergien von Wasserstoffbrückenbindungen in kristallinen Festkörpern (Desiraju 2002)	5
Abbildung 5: Thermoplastischer Klebstoff (links), dessen Polymerstränge nur durch mechanische Verwindungen und niederenergetische Wechselwirkungen aufgebaut sind. Duromer (rechts) mit einem 3-dimensionalen Polymernetzwerk	5
Abbildung 6: Reaktionsmechanismus eines Epoxid-Dreiringsystems mit einer Amin-Verbindung.....	6
Abbildung 7: Aufbau einer Klebefuge mit den beiden Füge-teilen oben und unten, dem Klebstoffmaterial mit Bulkeigenschaften und den dazwischen liegenden Inter-Phasen, die in der Grenzfläche münden.	7
Abbildung 8: Darstellung der drei Grundbelastungsarten;	16
Abbildung 9: Dichteverteilung auf Basis einer Normalverteilung (-) und einer Weibullverteilung mit unterschiedlichen Exponenten (m=2, 4, 8).....	19
Abbildung 10: Summenhäufigkeit der Versagenswahrscheinlichkeit auf Basis einer Normalverteilung (-) und einer Weibullverteilung mit unterschiedlichen Exponenten (m=2, 4, 8).....	20
Abbildung 11: Darstellung der Versagenswahrscheinlichkeit auf Basis einer Weibullverteilung mit unterschiedlichen Exponenten (m=2, 4, 8).....	21
Abbildung 12:.....	23
Abbildung 13: Geometrie der einfach überlappten dünnen Zug-Scher-Probe nach (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2009).....	31
Abbildung 14: Geometrie der dicken Zug-Scher-Probe nach (DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2010).....	31
Abbildung 15: Aluminium-Flachprobe in Füge-teilgeometrie für 3PB-Versuche	32
Abbildung 16: Halbseitig aufgedoppelte Al-Flachprobe für 3PB-Versuche	32
Abbildung 17: Defektgrößen im Klebstoffmaterial Hysol EA9396 pro 4 mm ² im Vergleich der Mischmethoden und Aushärtebedingungen.....	36
Abbildung 18: Defektanzahl im Klebstoffmaterial Hysol EA9396 pro 4 mm ² im Vergleich der Mischmethoden und Aushärtebedingungen.....	38
Abbildung 19: Quasistatische Festigkeiten und zyklische Lebensdauern von Proben, die im Zentrifugalmischsystem mit und ohne verminderten Druck homogenisiert wurden.	38
Abbildung 20: Abmessungen der Klebstoffprobe in Uhr-glasform zur Spannungsüberhöhung im mittleren Bereich. Die Probendicke wird über die Fertigung der Ausgangsfolien definiert.....	39
Abbildung 21: REM-Aufnahme der Struktur der durch Laserenergie gebildeten Aluminiumoberfläche der Aluminiumknetlegierung EN AW-6156 mit 500-facher Vergrößerung.....	42
Abbildung 22: Struktur der durch Laserenergie gebildeten Aluminiumoberfläche (EN AW-6156) mit 5 000-facher Vergrößerung	42
Abbildung 23: Struktur der durch Laserenergie gebildeten Aluminiumoberfläche (EN AW-6156) mit 20 000-facher Vergrößerung	43
Abbildung 24: Thermische Oxidschicht und Grundmaterial einer ermüdend gebrochenen Aluminium-Flachprobe (EN AW-6156, plattiert)	43
Abbildung 25: REM-Aufnahme einer Bruchkante der thermischen Oxidschicht in 80 000-facher Vergrößerung.....	44

Abbildung 26: Feinstruktur des durch Laserenergie gebildeten und abgetragenen Aluminiumoxids mit 100 000-facher Vergrößerung.....	44
Abbildung 27: Rauigkeitsprofil der mit einem Laserlinienabstand von 10 µm behandelten Aluminiumoberfläche	46
Abbildung 28: Linienförmiges Rauigkeitsprofil der Oberfläche aus Abbildung 27	46
Abbildung 29: Oberflächentopographie nach Aktivierung mit einem Laserlinienabstand von 50 µm in 100-facher Vergrößerung.....	47
Abbildung 30: Oberflächentopographie nach Aktivierung mit einem Laserlinienabstand von 50 µm in 1000-facher Vergrößerung.....	47
Abbildung 31: Oberflächentopographie nach Aktivierung mit einem Laserlinienabstand von 50 µm in 1500-facher Vergrößerung.....	49
Abbildung 32: Rauigkeitsprofil aus Abbildung 31 längs (L1) und quer (Q1 & Q2) zur Aktivierungsrichtung bei einem Laserlinienabstand von 50 µm.....	49
Abbildung 33: Rauigkeitsprofil längs zur Aktivierungsrichtung bei einem Laserlinienabstand von 100 µm bei einer 1500-fachen Vergrößerung	51
Abbildung 34: Rauigkeitsprofil der Oberfläche aus Abbildung 33	51
Abbildung 35: Rauigkeitsprofil der Aktivierung bei einem Laserlinienabstand von 100 µm in einer 2500-fachen Vergrößerung.....	52
Abbildung 36: Rauigkeitsprofil der Oberfläche aus Abbildung 35	52
Abbildung 37: Normierte Zug-Scherkräften in Abhängigkeit von der eingekoppelten Laserenergie	53
Abbildung 38: Auftragung der Eindringtiefe des Identers als Funktion der Eindringkraft in Abhängigkeit der eingebrachten Laserleistung.....	54
Abbildung 39: Eindringtiefe für verschiedene Kräfte aus Abbildung 38 als Funktion der Laserleistung	55
Abbildung 40: Eindringtiefe für eine Maximalkraft von 500 N als Funktion der Laserleistung	56
Abbildung 41: Epoxidkomponenten des Harzes der Klebstoffe Hysol EA939XA	57
Abbildung 42: Typische Oligomere großtechnisch hergestellter, Bisphenol-A basierender Epoxidharze.....	57
Abbildung 43: Aminkomponenten des Härters der Klebstoffe Hysol EA939XB	57
Abbildung 44: Thermogravimetrische Analyse der Harzkomponente A des Hysol 9394;.....	58
Abbildung 45: Thermogravimetrische Analyse der Härterkomponente B des Hysol 9394; Temperaturrampe von 10 K/min unter Inertgasatmosphäre.....	59
Abbildung 46: Darstellung des Aushärteverhalten des mit Aluminiumpulver gefüllten Epoxidsystems Hysol EA9394 bei Temperaturen von 25°C, 66°C und 100°C. Die erreichbaren Aushärtegraden entsprechen denen des ungefüllten Hysols EA9396 (Abbildung 47). Sie werden jedoch in kürzeren Zeiten erreicht.....	61
Abbildung 47: Darstellung des Aushärteverhalten des ungefüllten Epoxidsystems Hysol EA9396 bei Temperaturen von 25°C, 66°C und 100°C. Der Aushärtegrad nimmt mit zunehmender Aushärtetemperatur bis zu einem Grad von ca. 92% zu.....	61
Abbildung 48: Darstellung der ermittelten Exponenten der Aushärtekinetik aus den Verläufen der Aushärtereaktionen	62
Abbildung 49: Charakteristische DMA-Grafik einer Klebstoffprobe mit Darstellung von Speicher- und Verlustmodul.....	65
Abbildung 50: Änderung der Glasübergangstemperatur für Proben unterschiedlicher Dicke nach mehreren DMA-Durchläufen, bei denen die Proben unter Last auf 200°C erwärmt wurden.	66
Abbildung 51: Änderung der Glasübergangstemperatur einer 100 µm-Probe bei einem 10-fachen Durchlauf des DMA-Programms	66
Abbildung 52: Änderung des Speichermoduls für Proben unterschiedlicher Dicke mehrerer DMA-Durchläufen, bei denen die Proben unter Last auf 200°C erwärmt wurden. Der Speichermodul wurde immer zu Beginn des Durchlaufs bei einer Temperatur von ca. 50°C bestimmt.	67

Abbildung 53: Veränderung der Oberfläche durch Kontaminationsmuster; a: unkontaminierte Oberfläche; b: gleichmäßige Flächenkontamination; c: gleichförmige Kontaminationsinseln; d: geometrisch und quantitativ unregelmäßige Kontaminationen	71
Abbildung 54: Kontaminationssimulation durch partielle Laseraktivierung (blau) der Oberfläche; a: Querlaserung 50%; b: Längslaserung 50%; c: Längslaserung 25%; d: Längslaserung 16%	72
Abbildung 55: Spannungs-Dehnungs-Diagramm unterschiedlich gelaserter Zug-Scherproben	73
Abbildung 56: Quasi-statische Bruchkraft von einfach überlappten Zug-Scher-Proben mit unterschiedlichem Laseraktivierungsgrad und Längs- sowie Querausrichtung der Laserlinien.....	74
Abbildung 57: Statistische Auswertung der statischen Zugversuche längs gelasener Proben	77
Abbildung 58: Statistische Auswertung der statischen Zugversuche quer gelasener Proben	77
Abbildung 59: Lageparameter der Bruchkräfte längs und quer gelasener Proben	78
Abbildung 60: Frequenzverlauf vs Ssp. von vollständig in Längsrichtung aktivierten Proben bei unterschiedlicher Maximalkraft.....	80
Abbildung 61: normierte Anrisslebensdauer längs gelasener Proben	81
Abbildung 62: Übersicht der Ermüdungsversuche mit unterschiedlichen Aktivierungsgraden und -geometrien.....	83
Abbildung 63: Wöhler-Darstellung der Lebensdauern längs gelasener Proben mit unterschiedlichen Aktivierungsgraden ..	84
Abbildung 64: Wöhler-Darstellung der Lebensdauern quer gelasener Proben mit unterschiedlichen Aktivierungsgraden ..	84
Abbildung 65: Auftragung des Basquin-Exponenten n_{Bas} der <i>S-N</i> -Kurve längs und quer gelasener Proben.....	85
Abbildung 66: Auftragung des Achsenabschnitts der <i>S-N</i> -Kurve längs und quer gelasener Proben	86
Abbildung 67: Statistische Verteilung der Maximalkraft unter zyklischer Beanspruchung, die ein Probenversagen längs gelasener Proben bei einer Lebensdauer von 10^6 Schwingspielen verursacht.	88
Abbildung 68: Statistische Verteilung der Maximalkraft unter zyklischer Beanspruchung, die ein Probenversagen quer gelasener Proben bei einer Lebensdauer von 10^6 Schwingspielen verursacht.	89
Abbildung 69: Statistische Verteilung der Lebensdauer längs gelasener Proben bei einer Maximalkraft von 3 kN.	91
Abbildung 70: Statistische Verteilung quer gelasener Proben bei einer Maximalkraft von 3kN.....	91
Abbildung 71: <i>S-N</i> -Kurve ($R = 0,1$) vollständig gelasener und ungelasener Proben mit adhäsivem bzw. kohäsivem Klebungs- (rote Punkte & Quadrate) und Fügeteilversagen (blaue Sterne)	95
Abbildung 72: Biegebeanspruchung in einfach überlappten Zug-Scher-Proben bei rein elastischen Materialverhalten (Habenicht 2009).....	96
Abbildung 73: Spannungsverteilung in einfach überlappten Zug-Scher-Proben bei elasto-plastischen Klebstoffverhalten Dies führt zu einer Abminderung der Spannungsspitzen an den Überlappenden (Habenicht 2009 ; Brockmann 2009)	96
Abbildung 74: Spannungen in einfach überlappten Zug-Scher-Proben mit unendlich starren Fügeteilen und elastischen Fügeteilen mit und ohne Berücksichtigung von Biegemomenten (Volkersen 1938 ; Goland, Reissner 1944 ; Klein 2011). 97	97
Abbildung 75: Aluminium-Fügeteilbruch unter zyklischer Beanspruchung.....	97
Abbildung 76: Spannungs-Dehnungs-Diagramm bis zu einer Dehnung von 1 % mit dem $R_{p0,2}$ -Wert und der zyklischen Verfestigungsreaktion von Probe #1	99
Abbildung 77: Frequenzveränderung im Verlauf des Lebenszyklus einer mit 0,8 kN belasteten Aluminium-Flachprobe ...	99
Abbildung 78: <i>S-N</i> -Kurve unbearbeiteter sowie auf der zugbeanspruchten Seite längs bzw. quer gelasener Al-Flachproben.	100
Abbildung 79: Statistische Versagenswahrscheinlichkeit von Al-Flachproben unter 3PB-Beanspruchung.	101
Abbildung 80: Statistische Versagenswahrscheinlichkeit von unterschiedlich, auf der zugbeanspruchten Seite gelaserten Aluminium-Flachproben unter 3PB-Beanspruchung.	102
Abbildung 81: Charakteristischer Frequenzverlauf aufgedoppelter Proben während ihres Lebenszyklus.....	103

Abbildung 82: : Statistische Versagenswahrscheinlichkeit von unterschiedlich, auf der zugbeanspruchten Seite gelaserten und aufgedoppelten Al-Flachproben unter 3PB-Beanspruchung.....	104
Abbildung 83: Zusammenfassende <i>S-N</i> -Darstellung der Ergebnisse aus den Zug-Scher-Versuchen und den 3PB-Versuchen.	106
Abbildung 84: Spannungsverlauf innerhalb der verwendeten Klebung von 12,5 mm Länge, berechnet nach den Ansätzen von Volkersen, Klein & Li und Goland & Reissner. Zusätzlich ist der Bereich der Wasseraufnahme farbig gekennzeichnet. Hier werden sich auch die mechanischen Eigenschaften ändern.	108
Abbildung 85: Normierte Wasseraufnahme der würfelförmigen Klebstoffproben mit den berechneten Wasseraufnahmen bei 60°C.....	108
Abbildung 86: Gewichtsverlust der tablettenförmigen Proben für den isothermen Temperaturbereich ohne die notwendige Aufheizphase	109
Abbildung 87: Auftragungen der durch Wurzel- und Exponentialfunktion erhaltenen Kinetik-Faktoren ξ aus den Wasserabgabeversuchen der Abbildung 86	110
Abbildung 88: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Diagramm trockener und gewässerter Proben	111
Abbildung 89: Lebensdauer ungelaserner und vollflächig oberflächenaktivierter Proben nach Auslagerung in VE-Wasser bei einer Temperatur von 60°C für 30 Tage.	112
Abbildung 90: <i>S-N</i> -Darstellung der Ergebnisse des Ringversuchs im Bezug zu denen aus Routineklebungen	114
Abbildung 91: Streuung der Lebensdauern von Proben gefertigt durch unterschiedliche Kleber	114
Abbildung 92: Weibull-Verteilung der Maximalkraft bei einer Probenlebensdauer von 1 Mio. Schwingspiele unterschiedlicher Kleber	115
Abbildung 93: Verteilung der Zug-Scherkräfte gelaserner Proben aller Laseraktivierungsgrade	119
Abbildung 94: Bimodale Verteilung der Zug-Scherkräfte quer gelaserner Proben aller Laseraktivierungsgrade.....	121
Abbildung 95: Bimodale Verteilung der längs gelaserten Proben aller Laseraktivierungsgrade.....	121
Abbildung 96: Bimodale Weibull-Verteilung der Proben beider Oberflächenaktivierungsgeometrien für eine konstante Lebensdauer von 1 Mio. Ssp.	122
Abbildung 97: Bimodale Weibull-Statistik der Proben beider Oberflächenaktivierungsgeometrien eine konstante Kraft von 3kN	122
Abbildung 98: Vergleich der Festigkeiten von Proben mit unterschiedlichen Lasergraden und Proben mit vor der Verklebung kontaminierten Oberflächen.....	124

12. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Legierungsbestandteile der Aluminiumlegierung EN AW-6009	33
Tabelle 2: Mechanische Kennwerte von EN AW-6009 in Walzrichtung.....	33
Tabelle 3: Legierungsbestandteile dieser Aluminiumlegierung EN AW-6156.....	33
Tabelle 4: Fremdelemente der Plattierschicht EN AA-1300.....	33
Tabelle 5: Mechanische Kennwerte des plattierten EN AW-6156 in Walzrichtung	34
Tabelle 6: Legierungsbestandteile des Maschinenbaustahls C45E	34
Tabelle 7: Mechanische Kennwerte des Maschinenbaustahls C45E.....	34
Tabelle 8: Eigenschaften der Vertreter des Klebstoffsystems Hysol EA 939X (Herstellerangaben gemäß ASTM D1002)..	35
Tabelle 9: Rotationsdrehzahlen des automatischen Mischsystems	35
Tabelle 10: Laserparameter zur Aktivierung der Fügeiteiloberfläche	40
Tabelle 11: Laserlinienabstände und Aktivierungsgrade bei einem Laserstrahldurchmesser von 50µm	48
Tabelle 12: Maximale Aushärtegrade der beiden Epoxidsysteme für Temperaturen von 25, 66 und 100°C.....	60
Tabelle 13: Ablaufschema eines Durchlaufs des verwendeten DMA-Programms zur Bestimmung des Glaspunktes	64
Tabelle 14: Laserlinienabstände, Aktivierungsgrade und Defektgröße bei einem Laserstrahldurchmesser von 50µm	74
Tabelle 15: Lageparameter F^* und 90/10-Streuspannelängs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 57 und Abbildung 58	78
Tabelle 16: Weibull-Exponent m längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 57 und Abbildung 58	79
Tabelle 17: Bestimmtheitsmaß der Basquin-Geraden mit den Messpunkten	85
Tabelle 18: Lageparameter F^* längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68.....	89
Tabelle 19: Weibull-Exponent n längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68	90
Tabelle 20: Lageparameter N^* längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68	92
Tabelle 21: Weibull-Exponent m längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 67 und Abbildung 68	92
Tabelle 22: Relative Festigkeitsunterschiede zwischen quer und längs gelaserten Proben mit einer konstanten Lebensdauer von 106 Ssp.....	94
Tabelle 23: Lageparameter N^* und Weibull-Exponent m ungelasertes Proben aus Abbildung 79	101
Tabelle 24: Lageparameter N^* und Weibull-Exponent m der längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 80	102
Tabelle 25: Lageparameter N^* und Weibull-Exponent m der längs und quer gelasertes Proben aus Abbildung 82	104
Tabelle 26: temperaturabhängige Diffusionskoeffizienten der Wasserabgabe.....	110
Tabelle 27: Statische Bruchfestigkeiten trockener und gewässerter Zug-Scher-Proben	112
Tabelle 28: Weibull-Parameter aus der Abbildung 92	116

13. Abkürzungsverzeichnis

\bar{F}_{Max}	mittlere Bruchkraft
$a_{ultimate}$	maximaler Defekt
\tilde{C}	Anpassungsparameter bei Rissausbreitungsmodellen
D_a	Effizienzfaktor des Risses
D_d	Effizienzfaktor der Defektgröße
\underline{K}	Systemsteifigkeitsmatrix
\underline{P}	Gesamtkraftvektor
\underline{U}	Gesamtverschiebungsvektor
$a_c^\#$	kritische adhäsive Risslänge
a_c^*	kritische kohäsive Risslänge
$\frac{da}{dN}$	Rissgeschwindigkeit
2k	zwei-komponentig
3D	drei-dimensional
3PB	3-Punkt-Biegung
a	Risslänge
a_c	effektive Risslänge
a_c^*	kritischer Volumendefekt
$a_c^\#$	kritischer Grenzflächendefekt
A	Bruchdehnung
A	verklebte Fläche
$A(t)$	zeitabhängiger Aushärtegrad
A_{max}	maximaler Aushärtegrad
b	Basquin-Exponent
b	Probenbreite
BM	Bruchmechanik
C	Anpassungsparameter bei Rissausbreitungsmodellen
c	Konzentration der Kontamination
CAD	computer added design
CFK	kohlenstofffaser-verstärkter Kunststoff
CT	Computertomographie
d	Defektgröße
d	Klebschichtdicke

D	Diffusionskoeffizient
D_α	Effizienzfaktor des Laseraktivierungsgrads
DCB	double cantilever beam, doppelseitiges Balkenelement
DGEBA	Diglycidylether Bisphenol A
d_L	Abstand der Laserlinien
$d_{L,f}$	Defokus des Lasers
DLS	double-lap sample, zweiseitig überlappte Klebung
DMA	Dynamisch- mechanische Analyse
DMA	dynamisch-mechanische Analyse; dynamisch-mechanischer Analysator
DSC	differential scanning calorimetry , Dynamische Differenz-Kalorimetrie
E	E -Modul
E	Elastizitätsmodul
E^*	komplexe E -Modul
E'	Speichermodul
E''	Verlustmodul
EEW	Epoxy Equivalent Weight
EEW	Epoxidäquivalentmasse
eV	Elektronenvolt
f	Frequenz
F	Kraft
F^*	Bruchkraft-Lageparameter
F_a	Kraftamplitude
F_{Bruch}	Bruchkraft
FEA	finite Element-Analyse
FEM	finite Element-Methode
F_i	äußere Kraft
f_L	Pulsfolgefrequenz des Lasers
F_m	mittlere Kraft
F_{max}	Maximalkraft
F_{min}	Minimalkraft
FT-IR	Fourier-transformierte Infrarotspektroskopie
G	Energiefreisetzungsrate
G_c	kritische Energiefreisetzungsrate
GFK	glasfaser-verstärkter Kunststoff

G_I	Energiefreisetzungsrate unter Modus I-Beanspruchung
G_{II}	Energiefreisetzungsrate unter Modus II-Beanspruchung
G_{III}	Energiefreisetzungsrate unter Modus III-Beanspruchung
G_{max}	maximale Energiefreisetzungsrate
HCF	high-cycle fatigue
HM	Martens-Härte
K	Spannungsintensitätsfaktor
K_c	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
k_{zyk}	zyklischer Kerbfaktor
k_{ij}	Steifigkeit
KM	Kontinuumsmechanik
L	Längsprofil
L	Auflagerabstand
l	Probendicke
l_0	Überlapplänge
LCF	low-cycle fatigue
LEBM	linear-elastische Bruchmechanik
m	Weibull-Exponent
m_∞	Masse des maximal aufnehmbaren Wassers
MALDI-TOF-MS	matrix-unterstützte Laserdesorptions- / -ionisations-Flugzeit-Massenspektroskopie
M_b	Biegemoment
m_t	Masse des aufgenommenen Wassers
N	Lebensdauer
n	Stichprobenumfang
N^*	Lebensdauer-Lageparameter
n_{Bas}	Basquin-Exponent
Nd:YAG-Laser	Neodym-dotierter Yttrium- Aluminium-Granat-Festkörperlaser
N_f	Versagenslebensdauer
NMR-Spektroskopie	Kernspin-Magnetresonanz-Spektroskopie
P_L	Laserleistung
P_V	Versagenswahrscheinlichkeit
Q	Querprofil
q	Achsenabschnitt der Basquin-Gleichung
R	Spannungsverhältnis

R	molare Gaskonstante
R	Risswiderstand
r	Radius an der Rissspitze
r_{crit}	kritischer Radius an der Rissspitze
r.F.	relative Feuchte
R^2	Bestimmtheitsmaß
R_c	kritische Risswiderstand
REM	Rasterelektronenmikroskop
R_m	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	0,2%-Dehngrenze
RT	Raumtemperatur
s	Materialdicke
S_{ij}	Schnittgrößen der Elementknoten
SLB	single cantilever beam, einseitiges Balkenelement
SLS	single-lap sample, einschnittig überlappte Klebung
$S_{sp.}$	Schwingspiele
T	Temperatur
t	Zeit
T_G	Glasübergangstemperatur
TGA	Thermogravimetrische Analyse
TGA	thermogravimetrische Analyse; thermogravimetrischer Analysator
TGMDA	Tetraglycidylmethyldiamin
U	Energie
u_i	Verschiebung
UV	ultraviolett
VE	vollentsalzt
VHCF	very high cycle fatigue
w	Probenbreite
w	Durchbiegung
XRD	Röntgendiffraktometrie
α	Aktivierungsgrad der Oberfläche
β	Lageparameter
γ	spezifische Oberflächenenergie
ΔS	Schwingbreite

ΔU	Aktivierungsenergie
ε	Dehnung
δ	Winkel der Phasenverschiebung
β	Exponent der Aushärtekinetik
κ	Weibull-Exponent
λ	Wellenlänge
v_L	Geschwindigkeit der Laserstrahlablenkung
ξ	Kinetikfaktor der Wasserabgabe
σ	Spannung
$\underline{\sigma}$	Elementspannung
$\sigma(r)$	Spannung an der Rissspitze
σ_a	Spannungsamplitude
σ_b	Biegespannung
σ_f'	Koeffizient der Ermüdungsfestigkeit
σ_c	kritische Spannung
σ_m	Mittelspannung
σ_{\max}	Oberspannung
σ_{Max}	maximale Biegespannung
σ_{\min}	Unterspannung
σ_{ys}	Streckgrenze
σ_z	Zugspannung
Θ	Winkel der Rissausbreitung
τ	Scherspannung
Ω	Haftwahrscheinlichkeit
ω	Wichtungsfaktor der Bimodalität
ω	Schwingungsfrequenz

14. Literaturverzeichnis

- Abel 2006** ABEL, M. L.: *The effects of surface pretreatment on the cyclic-fatigue characteristics of bonded aluminium-alloy joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 26 (2006), 1-2, S. 50–61
- Adams 1989** ADAMS, R.D: *Strength predictions for lap joints, especially with composite adherends. A Review*. In: *Journal of Adhesion* 30 (1989), S. 219–242
- Aglan 1996** AGLAN, H.: *An innovative approach to fatigue disbond propagation in adhesive joints*. In: *Journal of Adhesion Science and Technology* 10 (1996), Nr. 3, S. 183–198
- American Society for Testing and Materials 2011** ASTM, E 1820: *Standard test method for measurement of fracture toughness*
- American Society for Testing and Materials 2013** ASTM, E 1921: *Test method for determination of reference temperature T_0 for ferritic steels in the transition region*
- Arnott 1995** ARNOTT: *Constant displacement rate method for testing epoxy adhesive bonds*. In: *Journal of Adhesion* 48 (1995), 1-4, S. 85–100
- Bahn, Everett 1993** BAHN, Paul G. ; EVERETT, Katharine: *Iceman in the cold light of day*. In: *Nature* 362 (1993), Nr. 6415, S. 11–12. URL <http://dx.doi.org/10.1038/362011a0>
- Barenblatt 1962** BARENBLATT, G.: *The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture*. In: *Advances in Applied Mechanics* 7 (1962), S. 55–129
- Basquin 1910** BASQUIN, O.H: *The exponential law of endurance tests*. In: *ASTM Proceedings* 10 (1910), S. 625–630
- Bazios 1999** BAZIOS, I.: *Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten einer AlMgSi-Legierung bei betriebsnaher Beanspruchung in korrosiven Medien*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde, LRT5. Dissertation. 1999
- Benard 2006** BENARD, Q.: *Surface treatment of carbon/epoxy and glass/epoxy composites with an excimer laser beam*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 26 (2006), Nr. 7, S. 543–549
- Berndt 2012** BERNDT, P.: *Charakterisierung der Biegeeigenschaften von Aluminium und Aluminium-Verbundmaterial*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde. Masterarbeit. 2012
- Beyer, Walter 1998** BEYER, Hans ; WALTER, Wolfgang: *Lehrbuch der organischen Chemie : Mit 24 Tabellen*. 23., überarb. und aktualisierte Aufl. / Stuttgart : Hirzel, 1998. – ISBN 3777608084
- BMW Group 2011** BMW GROUP:
<https://mediapool.bmwgroup.com/download/edown/pressclub/publicq?actEvent=high&dokNo=P90081223>;
<https://mediapool.bmwgroup.com/download/edown/pressclub/publicq?actEvent=high&dokNo=P90080248>. URL
<https://mediapool.bmwgroup.com/download/edown/pressclub/publicq?actEvent=high&dokNo=P90081223>. –
Aktualisierungsdatum: 2013-02-13
- BMW i. Born Electric 2012** BMW GROUP AG: *BMW i. Born Electric*. München, 2012(10 002 012 10 2012)
- Boeing Company 2012** BOEING COMPANY: http://www.newairplane.com/787/design_highlights/#/visionary-design/composites/advanced-composite-use : *Advanced Composite Use*. – Aktualisierungsdatum: 2013-02-11
- Briskham 2000** BRISKHAM, P.: *Cyclic stress durability testing of lap shear joints exposed to hot-wet conditions*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 20 (2000), Nr. 1, S. 33–38
- British Standards Institution 1991** BS, 7448-1: *Fracture mechanics toughness tests. Part 1: Methods for determination of K_{Ic} , critical CTOD and J-values for metallic materials*.

- British Standards Institution 1997** BS, 7448-2: *Fracture mechanics toughness tests. Part 2: Methods for determination of K_{Ic} , critical CTOD and J-values for weld of metallic materials.*
- British Standards Institution 2002** BS, 7448-4: *Fracture mechanics toughness tests. Part 4: Methods for determination of fracture resistance curves and initiation values for crack extension in metallic materials.*
- Brockmann 2009** BROCKMANN, W.: *Adhesive bonding : Materials, applications and technology.* Weinheim : Wiley-VCH, 2009. – ISBN 9783527318988
- Bronštejn 2008** BRONŠTEJN, Il'ja N.: *Taschenbuch der Mathematik.* Frankfurt : Deutsch, 2008. – ISBN 9783817120178
- Brückner 1996** BRÜCKNER, Reinhard: *Reaktionsmechanismen : Organische Reaktionen, Stereochemie, moderne Synthesemethoden.* Heidelberg, Berlin : Spektrum Akad. Verl., 1996. – ISBN 3860253638
- Buehler 2003** BUEHLER, M. J.: *Atomistic and continuum studies of crack-like diffusion wedges and associated dislocation mechanisms in thin films on substrates.* In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 51 (2003), 11-12, S. 2105–2125
- Buehler 2006** BUEHLER, M. J.: *Cracking and adhesion at small scales: atomistic and continuum studies of flaw tolerant nanostructures.* In: *Modeling and Simulation in Materials Science and Engineering* 14 (2006), Nr. 5, S. 799–816
- Photomikroskop Axiophot 1986:** *Photomikroskop Axiophot : Gebrauchsanleitung G42-250d.* Oberkochen, 1986
- Rasterelektronenmikroskop Ultra 55 Gemini 2002:** *Rasterelektronenmikroskop Ultra 55 Gemini : Betriebsanleitung G34-Ultra 55 de.* Oberkochen, 2002
- Carlberger, Stigh 2007** CARLBERGER, T. ; STIGH, U.: *An explicit FE-model of impact fracture in an adhesive joint.* In: *Engineering Fracture Mechanics* (2007)
- Chartoff, Menczel, Dillman 2009** CHARTOFF, R.O ; MENCZEL, J.D ; DILLMAN, S.H: *Dynamic mechanical analysis (DMA).* In: MENCZEL, Joseph D.; PRIME, R. Bruce (Hrsg.): *Thermal analysis in polymers.* Oxford : Wiley, 2009. – ISBN 9780471769170, S. 387–495
- Critchlow u. a. 1995** CRITCHLOW, G. W. ; BREWIS, D. M. ; EMMONY, D. C. ; COTTAM, C. A.: *Initial investigation into the effectiveness of CO₂-laser treatment of aluminium for adhesive bonding.* In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 15 (1995), S. 233–236
- Critchlow u. a. 1997** CRITCHLOW, G. W. ; COTTAM, C. A. ; BREWIS, D. M. ; EMMONY, D. C.: *Further studies into the effectiveness of CO₂-laser treatment of metals for adhesive bonding.* In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* (1997)
- Crocombe 1995** CROCOMBE, A. D.: *A unified approach for predicting the strength of cracked and non-cracked adhesive joints.* In: *Journal of Adhesion* 49 (1995), 3-4, S. 211–244
- Desiraju 2002** DESIRAJU, G. R.: *Hydrogen bridges in crystal engineering: Interactions without borders.* In: *Accounts of Chemical Research* 35 (2002), Nr. 7, S. 565–573
- Devries, Gramoll, Andersen 1986** DEVRIES, K. L. ; GRAMOLL, K. C. ; ANDERSEN, G. P.: *Analysis of adhesive tensile test methods.* In: *Polymer Engineering and Science* (1986), S. 962–968. URL <http://dx.doi.org/10.1002/pen.760261308>
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 1995** DIN EN ISO, 10365: *Klebstoffe - Bezeichnung der wichtigsten Bruchbilder*
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2003** DIN EN ISO, 14577-1: *Metallische Werkstoffe: Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Prüfparameter - Teil 1: Prüfverfahren*
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2004** DIN EN ISO, 7500-1: *Metallische Werkstoffe - Prüfung von statischen Prüfmaschinen - Teil 1: Zug- und Druckprüfmaschinen - Prüfung der Kalibrierung der Kraftmesseinrichtung*

- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2005** DIN EN ISO, 7438: *Metallische Werkstoffe - Biegeversuch*
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2008** DIN EN, 923: *Klebstoffe - Benennungen und Definitionen*
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2009** DIN EN, 1465: *Klebstoffe - Bestimmung der Zugscherfestigkeit von Überlappungsklebung*
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2010** DIN EN, 14869-2: *Strukturklebstoffe - Bestimmung des Scherverhaltens struktureller Klebungen - Teil 2: Scherprüfung für dicke Fügebauteile*
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 2011** DIN EN ISO, 178: *Kunststoffe - Bestimmung der Biegeeigenschaften*
- Dinnis, Pawlik, Gaillard 2009** DINNIS, R. ; PAWLIK, A. ; GAILLARD, C.: *Bladelet cores as weapon tips? Hafting residue identification and micro-wear analysis of three carinated burins from the late Aurignacian of Les Vachons, France*. In: *Journal of Archaeological Science* 36 (2009), Nr. 9, S. 1922–1934. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0305440309001575>
- Dodiuk u. a. 1993** DODIUK, H. ; BUCHMANN, A. ; KENIG, S. ; ROTEL, M. ; ZAHAVI, J. ; REINHART, T.J.: *Preadhesion laser treatment of aluminum surfaces*. In: *Journal of Adhesion* 41 (1993), 1-4, S. 93–112
- Dugdale 1960** DUGDALE, G.: *Yielding of steel sheets containing slits*. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 8 (1960), S. 100–104
- Edde 1995** EDDE, F. C.: *Nominally constant strain-energy release rate specimen for the study of mode-II fracture and fatigue in adhesively bonded joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 15 (1995), Nr. 1, S. 29–32
- Eibl 2010** EIBL, S.: *Untersuchungen zum Epoxidklebstoffsystem Hysol EA939X*. 2010
- Europäische Union 29.10.2010** EUROPÄISCHE UNION: *Abschnitt VII, Kapitel 39 : Kunststoffe und Waren daraus; Kautschuk und Waren daraus*. In: *Amtsblatt der Europäischen Union* (2010-10-29), S. 274–294
- Felsner 2012** FELSNER, T.: *Lebensdauervorhersage für geschweißte Bauteile unter Betriebsbelastung am Beispiel einer Aluminiumlegierung*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde, LRT5. Dissertation. 2012
- Feucht 27.02.2013** FEUCHT, M.: *Zur Prognosefähigkeit von Klebstoffverbindungen in der Crashberechnung: Theorie und Praxis* (13. Kolloquium - Gemeinsame Forschung in der Klebtechnik). Frankfurt, 27.02.2013
- Feustel, Lang, Hand 2013** FEUSTEL, J. ; LANG, S. ; HAND, M.: *Der Supersportwagen SLS AMG Electric Drive*. In: *ATZ Automobiltechnische Zeitschrift* 115 (2013), Nr. 01, S. 8–14
- Fraisse 1993** FRAISSE, P.: *Use of j-integral as fracture parameter in simplified analysis of bonded joints*. In: *International Journal of Fracture* 63 (1993), Nr. 1, S. 59–73
- Gadag 1996** GADAG, S. P.: *Surface properties of laser processed ductile iron*. In: *Applied Physics A-Materials Science & Processing* 63 (1996), Nr. 4, S. 409–414
- Gauckler 1989** GAUCKLER, L.J.: *Processing and properties of advanced structural ceramics*. In: KOSTORZ, Gernot (Hrsg.): *High-tech ceramics : Viewpoints and perspectives ; [invited papers presented at the ETHZ Latsis Symposium 1988 Zurich, 10 - 11 November 1988]*. London : Acad. Pr, 1989. – ISBN 0124219500, S. 59–118
- Gendler u. a. 1994** GENDLER, Z. ; ROSEN, A. ; BAMBERGER, M. ; ROTEL, M.: *Improvement of adhesive bonding strength in sealed anodized aluminium through excimer laser prebond treatment*. In: *Journal of Materials Science* 29 (1994), S. 1521–1526
- Goland, Reissner 1944** GOLAND, M. ; REISSNER, E.: *The stresses in cemented joints*. In: *Journal of Applied Mechanics-Transactions of the ASME* 66 (1944), S. 17–27

- Graner Solana, Crocombe, Ashcroft 2010** GRANER SOLANA, A. ; CROCOMBE, A. D. ; ASHCROFT, I. A.: *Fatigue life and backface strain predictions in adhesively bonded joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 30 (2010), Nr. 1, S. 36–42
- Griffith 1920** GRIFFITH, A.A.: *The phenomena of rupture and flow in solids*. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A* 221 (1920), S. 163–198
- Gross 1996** GROSS, Dietmar: *Bruchmechanik*. 2. Aufl. Berlin : Springer, 1996. – ISBN 354061205x
- Gudladt, Bazios 1998** GUDLADT, H.-J ; BAZIOS, I.: *Verwendung von statistischen Grundlagen für die Lebensdauervorhersage bei schwingender Beanspruchung*. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 29 (1998), Nr. 4, S. 154–162
- Gudladt, Frömmel 2010** GUDLADT, H.-J ; FRÖMMEL, S.: *Damage behaviour of bonded structures under static and cyclic loading conditions*. In: WELLNITZ, Jörg (Hrsg.): *Sustainable automotive technologies 2010 : Proceedings of the 2nd international conference*. Berlin, Heidelberg : Springer, 2010. – ISBN 9783642107962, S. 191–197
- Habenicht 2006** HABENICHT, Gerd: *Kleben - erfolgreich und fehlerfrei : Handwerk, Praktiker, Ausbildung, Industrie*. 4., überarbeitete und ergänzte Auflage. Wiesbaden : Friedr. Vieweg & Sohn Verlag | GWV Fachverlage GmbH Wiesbaden, 2006. – ISBN 3834800198
- Habenicht 2009** HABENICHT, Gerd: *Kleben : Grundlagen, Technologien, Anwendungen*. 6., aktualisierte Aufl. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2009 (VDI-Buch). – ISBN 9783540852643
- Hadavinia 2003** HADAVINIA, H.: *The prediction of crack growth in bonded joints under cyclic-fatigue loading II. Analytical and finite element studies*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 23 (2003), Nr. 6, S. 463–471
- Hart-Smith 1973a** HART-SMITH, L. J.: *Adhesive-bonded double-lap joints*. NASA-CR-112235
- Hart-Smith 1973b** HART-SMITH, L. J.: *Adhesive-bonded single-lap joints*. NASA-CR-112236
- Hartwig u. a. 1996** HARTWIG, A. ; VITR, Gilbert ; DIECKHOFF, Stefan ; HENNEMANN, Otto-Diedrich: *Surface treatment of an epoxy resin by CO₂ laser irradiation*. In: *Angewandte Makromolekulare Chemie* (1996), S. 177–189. URL <http://dx.doi.org/10.1002/apmc.1996.052380115>
- Hartwig 1997** HARTWIG, A.: *Treatment of an epoxy-resin by eximer laser radiation*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 17 (1997), Nr. 4, S. 373–377
- Speedmixer DAC 150FVZ 2008: Speedmixer DAC 150FVZ : Betriebsanleitung**. Hamm, 2008
- Hayek-Boelingen 2004** HAYEK-BOELINGEN, M. von: *Wege zum kontaminationstoleranten Kleben*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde, LRT5. Dissertation. 2004
- Heckel 1991** HECKEL, Klaus: *Einführung in die technische Anwendung der Bruchmechanik*. 3. Aufl. München : Hanser, 1991 (Hanser-Studienbücher). – ISBN 3446161686
- Fischerscope HM2000 2008: Fischerscope HM2000 : Bedienungsanleitung**. Sindelfingen, 2008
- Hysol EA 9395, Epoxy Paste Adhesive 2001: Hysol EA 9395, Epoxy Paste Adhesive : Material Data Sheet**. Bay Point, USA, 2001
- Hysol EA 9394, Epoxy Paste Adhesive 2002a: Hysol EA 9394, Epoxy Paste Adhesive : Material Data Sheet**. Bay Point, USA, 2002
- Hysol EA 9396, Epoxy Paste Adhesive 2002b: Hysol EA 9396, Epoxy Paste Adhesive : Material Data Sheet**. Bay Point, USA, 2002
- Her 1999** HER, S.-C.: *Stress analysis of adhesively-bonded lap joints*. In: *Composite Structures* 47 (1999), S. 673–678

- Higgins 2000** HIGGINS, A.: *Adhesive bonding of aircraft structures*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 20 (2000), Nr. 5, S. 367–376
- Hirakata u. a. 2010** HIRAKATA, Hiroyuki ; YAMADA, Takeshi ; NOBUHARA, Yoshiki ; YONEZU, Akio ; MINOSHIMA, Kohji: *Hydrogen effect on fracture toughness of thin film/substrate interfaces*. In: *Engineering Fracture Mechanics* 77 (2010), Nr. 5, S. 803–818
- Holleman u. a. 1995** HOLLEMAN, Arnold Frederik ; WIBERG, Egon ; WIBERG, Nils ; HOLLEMAN-WIBERG: *Lehrbuch der anorganischen Chemie*. 101., verb. und stark erw. Aufl. /. Berlin : de Gruyter, 1995. – ISBN 3110126419
- Holtmannspötter 2010** HOLTMANNSPÖTTER, J.: *Untersuchungen zum Einsatz von Leistungultraschall zur Verbesserung klebtechnischer Prozesse*. München, Neubiberg, Universität der Bundeswehr München. 2010. URL <http://www.dr.hut-verlag.de/978-3-86853-471-9.html>
- Holtmannspötter, Czarnecki, Gudladt 2010/4** HOLTMANNSPÖTTER, J. ; CZARNECKI, J. v. ; GUDLADT, H.-J.: *The use of power ultrasound energy to support interface formation for structural adhesive bonding*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 30 (2010/4), Nr. 3, S. 130–138
- Hück 1994** HÜCK, M.: *Auswertung von Stichproben normalverteilter quantitativer Werkstoffgrößen*. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 25 (1994), S. 20–29
- Konjunkturdaten 2011 2012: Konjunkturdaten 2011**. Düsseldorf, 2012
- International Organization for Standardization 2002** ISO, 12135: *Metallic materials - Unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness*
- International Organization for Standardization 2010** ISO, 15653: *Metallic materials - Unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness of welds*
- Irwin 1957** IRWIN, G.: *Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate*. In: *Journal of Applied Mechanics-Transactions of the ASME* 24 (1957), S. 361–364
- Jahani 1998** JAHANI, H. R.: *Excimer laser surface modification of coated steel for enhancement of adhesive bonding*. In: *Applied Surface Science* 127 (1998), S. 767–772
- Jansen, Rechner 2008** JANSEN, Irene ; RECHNER, Rico: *Vergleich von Laser- und Plasmatechnologien zur Klebstellenvorbehandlung von Leichtmetallen unter Einbeziehung von Wirtschaftlichkeitsbetrachtungen : Schlußbericht zum FuE-Vorhaben im Auftrag der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen "Otto von Guericke" e.V. (AiF) Bearbeitungszeitraum vom 01.07.2006 bis 30.09.2008*. Dresden, 2008
- Jen, Ko 2010** JEN, Yi-Ming ; KO, Chih-Wei: *Evaluation of fatigue life of adhesively bonded aluminum single-lap joints using interfacial parameters*. In: *International Journal of Fatigue* 32 (2010), Nr. 2, S. 330–340
- Jervis 1997** JERVIS, T. R.: *Tribological effects of excimer laser processing of tool steel*. In: *Surface & Coatings Technology* 89 (1997), 1-2, S. 158–164
- Jethwa, Kinloch 1997** JETHWA, J. K. ; KINLOCH, A. J.: *The fatigue and durability behaviour of automotive adhesives. Part I: Fracture mechanics tests*. In: *Journal of Adhesion* 61 (1997), 1-4, S. 71–95
- Jouwersma 1959** JOUWERSMA, C.: *Die Diffusion von Wasser in Kunststoffe*. In: *Chemie-Ing.-Techn.* 31 (1959), Nr. 10, S. 652–658 – Überprüfungsdatum 2013-02-19
- Kendall 1994** KENDALL, K.: *Cracks at adhesive interfaces*. In: *Journal of Adhesion Science and Technology* 8 (1994), S. 1271–1284
- Digital microscope VHX-2000E 2012: Digital microscope VHX-2000E : User´s manual**. Neu-Isenburg, 2012
- Khoramishad u. a. 2010a** KHORAMISHAD, H. ; CROCOMBE, A. D. ; KATNAM, K. B. ; ASHCROFT, I. A.: *A generalised damage model for constant amplitude fatigue loading of adhesively bonded joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 30 (2010), Nr. 6, S. 513–521

- Khoramishad u. a. 2010b** KHORAMISHAD, H. ; CROCOMBE, A. D. ; KATNAM, K. B. ; ASHCROFT, I. A.: *Predicting fatigue damage in adhesively bonded joints using a cohesive zone model*. In: *International Journal of Fatigue* 32 (2010), Nr. 7, S. 1146–1158
- Kilic 2006** KILIC, B.: *Influence of adhesive spew in bonded single-lap joints*. In: *Engineering Fracture Mechanics* 73 (2006), Nr. 11, S. 1472–1490
- Kinloch 1993** KINLOCH, A. J.: *Predicting the fatigue life of adhesively-bonded joints*. In: *Journal of Adhesion* 43 (1993), 1-2, S. 79–90
- Klein 2003** KLEIN, Bernd: *FEM : Grundlagen und Anwendungen der Finite-Element-Methode ; mit 12 Fallstudien und 19 Übungsaufgaben*. 5. Aufl. Wiesbaden : Vieweg, 2003 (Vieweg Studium Technik Konstruktion). – ISBN 3528451254
- Klein 2011** KLEIN, Bernd: *Leichtbau-Konstruktion : Berechnungsgrundlagen und Gestaltung; mit Tabellen sowie umfangreichen Übungsaufgaben zu allen Kapiteln des Lehrbuchs*. 9. Aufl. Wiesbaden : Vieweg & Teubner, 2011. – ISBN 978-3-8348-1604-7
- Kötting 1992** KÖTTING, G.: *Kleben von Stahlblech*. In: HENNEMANN, Otto-Diedrich; BROCKMANN, W.; KOLLEK, Hansgeorg (Hrsg.): *Handbuch Fertigungstechnologie Kleben : Forschungsergebnisse aus dem BMFT-Verbundprojekt*. München : Hanser, 1992. – ISBN 3446171657, S. 172–331
- Krasheninnikov 1998** KRASHENINNIKOV, V. V.: *The technological possibility of fabricating tools by the method of laser surfacing*. In: *Metal Science and Heat Treatment* 40 (1998), 5-6, S. 222–225
- Krüger 1996** KRÜGER, A.E.F.: *Bedeutung des Spannungsgradienten für den statistischen Größeneinfluß bei Schwingbeanspruchung*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde, LRT5. Dissertation. 1996
- Krüger u. a. 2004** KRÜGER, J. K. ; POSSART, W. ; BACTAVACHALOU, R. ; MÜLLER, U. ; BRITZ, T. ; SANCTUARY, R. ; ALNOT, P.: *Gradient of the mechanical modulus in glass–epoxy–metal joints as measured by brillouin microscopy*. In: *The Journal of Adhesion* 80 (2004), Nr. 7, S. 585–599
- Lafargue 1998** LAFARGUE, P. E.: *The laser ablation/desorption process used as a new method for cleaning treatment of low carbon steel sheets*. In: *Surface & Coatings Technology* 106 (1998), 2-3, S. 268–276
- Lawrence 1999a** LAWRENCE, J.: *The effects of high-power diode laser radiation on the wettability, adhesion and bonding characteristics of an alumina/silica-based oxide and vitreous enamel*. In: *Surface & Coatings Technology* 115 (1999), 2-3, S. 273–281
- Lawrence 1999b** LAWRENCE, J.: *Wettability characteristics of a modified mild steel with CO₂, NdYAG, excimer and high power diode lasers*. In: *Journal of Physics D-Applied Physics* 32 (1999), Nr. 18, S. 2311–2318
- Lawrence 2000** LAWRENCE, J.: *Wettability characteristics of carbon steel modified with CO₂, NdYAG, excimer and high power diode lasers*. In: *Applied Surface Science* 154 (2000), S. 664–669
- Leque, Lassince 2007a** LEQUE, Ph ; LASSINCE, Ph: *Aluminum alloy development for the airbus A380 - part 1*. In: *Advanced Materials & Processes* (2007), June, S. 33–35 – Überprüfungsdatum 2012-04-04
- Leque, Lassince 2007b** LEQUE, Ph ; LASSINCE, Ph: *Aluminum alloy development for the airbus A380 - part 2*. In: *Advanced Materials & Processes* (2007), July, S. 41–44 – Überprüfungsdatum 2012-04-04
- Lim, Hatano, Mizumachi 1994** LIM, W. W. ; HATANO, Y. ; MIZUMACHI, H.: *Fracture toughness of adhesive joints. I. Relationship between strain energy release rates in three different fracture modes and adhesive strengths*. In: *Journal of Applied Polymer Science* (1994), S. 967–973. URL <http://dx.doi.org/10.1002/app.1994.070520715>
- Lim, Mizumachi 1995** LIM, W. W. ; MIZUMACHI, H.: *Fracture toughness of adhesive joints. II. Temperature and rate dependencies of mode I fracture toughness and adhesive tensile strength*. In: *Journal of Applied Polymer Science* (1995), S. 55–61. URL <http://dx.doi.org/10.1002/app.1995.070570106>

- Liu u. a. 2003** LIU, Mojun ; WU, Peiyi ; DING, Yifu ; LI, Shanjun: *Study on diffusion behavior of water in epoxy resins cured by active ester*. In: *Physical Chemistry Chemical Physics* 5 (2003), Nr. 9, S. 1848–1852
- Lommatzsch 2005** LOMMATZSCH, U.: *Erfolgreicher Einsatz von Plasma-Jets in der Produktion*. In: *Adhäsion* (2005), Nr. 9, S. 46–50
- Lou, Tong 2007** LOU, Q. ; TONG, L.: *Fully-coupled nonlinear analysis of single lap adhesive joints*. In: *International Journal of Solids and Structures* 44 (2007), S. 2349–2370
- Luo, Tong 2008** LUO, Q. ; TONG, L.: *Analytical solutions for adhesive composite joints considering large deflection and transverse shear deformation in adherends*. In: *International Journal of Solids and Structures* 45 (2008), 22–23, S. 5914–5935
- Magalhaes, Moura, Goncalves 2005** MAGALHAES, A.G ; MOURA, M.F.S.F de ; GONCALVES, J. P. M.: *Evaluation of stress concentration effects in single-lap bonded joints of laminate materials*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 25 (2005), S. 313–319
- Maier 2012** MAIER, A.: *Instandsetzung von CFK-Strukturen an Jagdflugzeugen - Kleben unter erschwerten Bedingungen* (GFT-Tagung - Strukturelles Kleben). Erding, 2012
- Matting 1969** MATTING, Alexander: *Metallkleben : Grundlagen Technologie Prüfung Verhalten Berechnung Anwendung*. Berlin [u.a.] : Springer, 1969
- May 1988** MAY, Clayton A.: *Epoxy resins : Chemistry and technology*. 2. ed., rev. and expanded. New York : Dekker, 1988. – ISBN 0824776909
- Mazza u. a. 2006** MAZZA, Paul Peter Anthony ; MARTINI, Fabio ; SALA, Benedetto ; MAGI, Maurizio ; COLOMBINI, Maria Perla ; GIACHI, Gianna ; LANDUCCI, Francesco ; LEMORINI, Cristina ; MODUGNO, Francesca ; RIBECHINI, Erika: *A new Palaeolithic discovery: tar-hafted stone tools in a European Mid-Pleistocene bone-bearing bed*. In: *Journal of Archaeological Science* 33 (2006), Nr. 9, S. 1310–1318. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0305440306000197>
- ULM 400 1999:** *ULM 400 : Operating Instructions*. Schwabach, 1999
- Menczel u. a. 2009** MENCZEL, J.D ; JUDOVITS, L. ; PRIME, R. B. ; BAIR, H.E ; READING, M. ; SWIER, S.: *Differential scanning calorimetry (DSC)*. In: MENCZEL, Joseph D.; PRIME, R. Bruce (Hrsg.): *Thermal analysis in polymers*. Oxford : Wiley, 2009. – ISBN 9780471769170, S. 7–239
- MTS 810 & 858 Material Testing Systems 2006:** *MTS 810 & 858 Material Testing Systems : Produktinformation*. Eden Prairie, USA, 2006
- Axialextensometer 2009:** *Axialextensometer : Produktinformation*. Eden Prairie, USA, 2009
- MTS Typ 858 2001:** *MTS Typ 858 : Betriebsanleitung für MTS Prüfsysteme*. Berlin, 2001
- MTS Service und Zubehör 2012:** *MTS Service und Zubehör : Produktinformation*. Berlin, 2012
- Mueller u. a. 1994** MUELLER, W. D. ; SELIGER, K. ; MEYER, J. ; GILBERT, J. L.: *The improvement of adhesion of polymer on titanium surface after treatment with TEA-CO₂ laser irradiation*. In: *Journal of Materials Science* (1994)
- Nahas 2002** NAHAS, M.N: *Strength of adhesive-bonded lap joints in composite structures*. In: *Pakistan Journal of Applied Sciences* (2002), S. 757–762
- Nairn 2000** NAIRN, J. A.: *Energy release rate analysis for adhesive and laminate double cantilever beam specimens emphasizing the effect of residual stresses*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* (2000)
- Naito 1998** NAITO, K.: *Static and fatigue crack growth of epoxy adhesives and fractal dimensions*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 18 (1998), Nr. 3, S. 199–213

- Paris, Erdogan 1963** PARIS, P.C ; ERDOGAN, F.: *A critical analysis of crack propagation laws*. In: *Journal of Fluids Engineering* 85 (1963), S. 528–533
- Paris, Gomez, Anderson 1961** PARIS, P.C ; GOMEZ, M.P ; ANDERSON, W.E: *A rational analytic theory of fatigue*. In: *The Trend in Engineering* 13 (1961), S. 9–14
- Pawlik, Thissen 2011** PAWLIK, A. ; THISSEN, J.: *Hafted armatures and multi-component tool design at the Micoquian site of Inden-Altdorf, Germany*. In: *Journal of Archaeological Science* 38 (2011), Nr. 7, S. 1699–1708. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0305440311000768>
- Peschka 2011** PESCHKA, M.: *Entwicklung einer Prozesskette zur Herstellung partiell verstärkter Blechstrukturen durch neuartige Basisklebstoffe und daran angepasste Verarbeitungstechniken (Kolloquium - Gemeinsame Forschung in der Klebtechnik)*. Frankfurt, 2011
- Plastics - the Facts 2012 11.09.2012** PLASTIC EUROPE, ASSOCIATION OF PLASTICS MANUFACTURERS: *Plastics - the Facts 2012 : An Analysis of European plastics production, demand and waste data for 2011*. Brüssel, Belgien, 11.09.2012
- Plausinis 1995** PLAUSINIS, D.: *Designing for time-dependent crack-growth in adhesive joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 15 (1995), Nr. 3, S. 143–154
- Possart u. a. 1995** POSSART, Wulff ; FANTER, Detlef ; BAUER, Monika ; HARTWIG, Andreas ; HENNEMANN, Otto-Diedrich: *Infrared Reflection Spectroscopy of Polycyanurate Thin Films on Solids–State of the Interphase*. In: *The Journal of Adhesion* 54 (1995), 1-4, S. 261–275
- Possart u. a. 1996** POSSART, W. ; FANTER, D. ; DIECKHOFF, S. ; GESANG, T. ; HARTWIG, A. ; HÖPER, R. ; SCHLETT, V. ; HENNEMANN, O. D.: *Studies on the Interphase of a Model Adhesive Joint*. In: *The Journal of Adhesion* 57 (1996), 1-4, S. 227–244
- Possart u. a. 2006** POSSART, Wulff ; KRÜGER, Jan K. ; WEHLACK, Carsten ; MÜLLER, Ulrich ; PETERSEN, Christian ; BACTAVATCHALOU, Ravindrakumar ; MEISER, Andreas: *Formation and structure of epoxy network interphases at the contact to native metal surfaces*. In: *Adhésion Adhesion* 9 (2006), Nr. 1, S. 60–79. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1631074805003322>
- Pradhan 1997** PRADHAN, S. C.: *Visco-plastic analysis of adhesively bonded joints in composite materials*. In: *Advanced Composite Materials* 6 (1997), Nr. 2, S. 99–121
- Prime u. a. 2009** PRIME, R. B. ; BAIR, H.E ; VYAZOVKIN, S. ; GALLAGHER, P.K ; RIGA, A.: *Thermogravimetric analysis (TGA)*. In: MENCZEL, Joseph D.; PRIME, R. Bruce (Hrsg.): *Thermal analysis in polymers*. Oxford : Wiley, 2009. – ISBN 9780471769170, S. 241–317
- Rakestraw 1995** RAKESTRAW, M. D.: *Time dependent crack growth and loading rate effects on interfacial and cohesive fracture of adhesive joints*. In: *Journal of Adhesion* 55 (1995), 1-2, S. 123–149
- Rechner, Jansen, Beyer 2010** RECHNER, Rico ; JANSEN, Irene ; BEYER, Eckhard: *Influence on the strength and aging resistance of aluminium joints by laser pre-treatment and surface modification*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 30 (2010), Nr. 7, S. 595–601
- Reinhold 2012** REINHOLD, B.: *Einsatz neuer Leichtbauwerkstoffe im Automobil (2. Fachtagung Kunststoff- und Galvanotechnik)*. Solingen, 2012
- Rhee 2003** RHEE, K. Y.: *Treatment of CFRP by IAR method and its effect on the fracture behavior of adhesive bonded CFRP/aluminum composites*. In: *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 357 (2003), 1-2, S. 270–276
- Ritter 1998** RITTER, J. E.: *Moisture-assisted crack growth at epoxy-glass interfaces*. In: *Journal of Materials Science* 33 (1998), Nr. 18, S. 4581–4588
- Rotel 1995** ROTEL, M.: *Preadhesion laser surface treatment of carbon fiber reinforced PEEK composite*. In: *Journal of Adhesion* 55 (1995), 1-2, S. 77–97

- Rotel 2000** ROTEL, M.: *Pre-bonding technology based on excimer laser surface treatment*. In: *Applied Surface Science* 154 (2000), S. 610–616
- Resonanzprüfmaschine Mikrotron 20kN mit Steuerung Credo a 1998:** *Resonanzprüfmaschine Mikrotron 20kN mit Steuerung Credo a : Betriebsanleitung*. Neuhausen, Schweiz, 1998
- Salençon, Lyle 2001** SALENÇON, Jean ; LYLE, Stephen: *Handbook of continuum mechanics : General concepts, thermoelasticity ; with separate short reader and multilingual fold-out glossary*. Berlin : Springer, 2001 (Physics and astronomy online library). – ISBN 3540414436
- Sauer, Wriggers 2009** SAUER, R. A. ; WRIGGERS, Peter: *Formulation and analysis of a three-dimensional finite element implementation for adhesive contact at the nanoscale*. In: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 198 (2009), 49-52, S. 3871–3883
- Schlimmer 2004** SCHLIMMER, M.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 4)*. In: *Adhäsion* (2004), Nr. 9, S. 42–45
- Schlimmer 2005a** SCHLIMMER, M.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 8)*. In: *Adhäsion* (2005), 1-2, S. 38–41
- Schlimmer 2005b** SCHLIMMER, M.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 9)*. In: *Adhäsion* (2005), Nr. 3, S. 44–48
- Schlimmer, Barthel 2004** SCHLIMMER, M. ; BARTHEL, C.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 6)*. In: *Adhäsion* (2004), Nr. 11, S. 38–41
- Schlimmer, Barthel, Bornemann 2004** SCHLIMMER, M. ; BARTHEL, C. ; BORNEMANN, J.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 7)*. In: *Adhäsion* (2004), Nr. 12, S. 36–41
- Schlimmer, Bieker 2004** SCHLIMMER, M. ; BIEKER, C.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 3)*. In: *Adhäsion* (2004), 7-8, S. 38–42
- Schlimmer, Bornemann 2004a** SCHLIMMER, M. ; BORNEMANN, J.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 1)*. In: *Adhäsion* (2004), Nr. 5, S. 30–33
- Schlimmer, Bornemann 2004b** SCHLIMMER, M. ; BORNEMANN, J.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 2)*. In: *Adhäsion* (2004), Nr. 6, S. 40–42
- Schlimmer, Bornemann 2004c** SCHLIMMER, M. ; BORNEMANN, J.: *Berechnung und Auslegung von Klebverbindungen (Teil 5)*. In: *Adhäsion* (2004), Nr. 9, S. 43–47
- Schmiedel 1992** SCHMIEDEL, Heinz: *Handbuch der Kunststoffprüfung : Mit 52 Tabellen*. München, Wien : Hanser, 1992. – ISBN 3446163360
- SCHMUESER 1991** SCHMUESER, D. W.: *A fracture-mechanics approach to characterizing cyclic debonding of varied thickness adhesive joints to electroprimed steel surfaces*. In: *Journal of Adhesion* 36 (1991), Nr. 1, S. 1–23
- Schwalbe 1980** SCHWALBE, Karl-Heinz: *Bruchmechanik metallischer Werkstoffe*. München : Hanser, 1980. – ISBN 3446129839
- Schwedt 2008** SCHWEDT, Georg: *Analytische Chemie : Grundlagen, Methoden und Praxis*. 2. Aufl. Weinheim : Wiley-VCH, 2008 (Master). – ISBN 9783527312061
- Seidel 2008** SEIDEL, Arza: *Characterization analysis of polymers*. Hoboken, NJ : Wiley, 2008. – ISBN 9780470233009
- Seung Geol Lee u. a. 2010** SEUNG GEOL LEE ; SEUNG SOON JANG ; JONGMAN KIM ; KIM, Gene: *Distribution and Diffusion of Water in Model Epoxy Molding Compound: Molecular Dynamics Simulation Approach*. In: *IEEE Transactions on Advanced Packaging* 33 (2010), Nr. 2, S. 333–339

- Shahin, Taheri 2008** SHAHIN, Khaled ; TAHERI, Farid: *The strain energy release rates in adhesively bonded balanced and unbalanced specimens and lap joints*. In: *International Journal of Solids and Structures* 45 (2008), 25-26, S. 6284–6300
- Shenoy u. a. 2010a** SHENOY, V. ; ASHCROFT, I. A. ; CRITCHLOW, G. W. ; CROCOMBE, A. D.: *Fracture mechanics and damage mechanics based fatigue lifetime prediction of adhesively bonded joints subjected to variable amplitude fatigue*. In: *Engineering Fracture Mechanics* 77 (2010), S. 1073–1090
- Shenoy u. a. 2010b** SHENOY, V. ; ASHCROFT, I. A. ; CRITCHLOW, G. W. ; CROCOMBE, A. D.: *Unified methodology for the prediction of the fatigue behaviour of adhesively bonded joints*. In: *International Journal of Fatigue* 32 (2010), Nr. 8, S. 1278–1288
- Sigwarth 2009** SIGWARTH, D.: *Laserablation und mögliche Schäden an den Lfz Werkstoffen Aluminium und CFK*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde, LRT 5. Diplomarbeit. 2009
- Spindler 1995** SPINDLER, K.: *Summary report on the mummified glacier corpse found at Hauslabjoch in the Ötztal Alps*. In: *Eclogae Geologicae Helvetiae* 88 (1995), Nr. 3, S. 699–709
- Steinbock 2008** STEINBOCK, J.: *Einfluss unterschiedlicher mechanischer Belastungen auf das ermüdungsverhalten in Stählen und Aluminiumlegierungen*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde, LRT5. Dissertation. 2008
- TGA Q500 2003**: *TGA Q500 : Installationshandbuch*. New Castle, USA, 2003
- Universal Analysis 2000 2005**: *Universal Analysis 2000 : Installationshandbuch*. New Castle, USA, 2005
- DMA Q800 2007a**: *DMA Q800 : Installationshandbuch*. New Castle, USA, 2007
- DSC Q1000 2007b**: *DSC Q1000 : Installationshandbuch*. New Castle, USA, 2007
- Thissen, Pawlik 2010** THISSEN, J. ; PAWLIK, A.: *Steingeräte mit Birkenpechresten : Ältester Klebstoff Mitteleuropas*. In: *Archäologie in Deutschland* 26 (2010), Nr. 3, S. 4
- Tong 1996** TONG, L.: *Bond strength for adhesive-bonded single-lap joints*. In: *Acta Mechanica* 117 (1996), 1-4, S. 101–113
- Tong 1998** TONG, L.: *Failure of adhesive-bonded composite single lap joints with embedded cracks*. In: *AIAA Journal* 36 (1998), Nr. 3, S. 448–456
- Software-Handbuch 2007a**: *Software-Handbuch : TruTops Mark*. Grüşch, Schweiz, 2007
- TruMark Station 5000/7000 2007b**: *TruMark Station 5000/7000 : Betriebsanleitung*. Grüşch, Schweiz, 2007
- Tsai, Morton 1995** TSAI, M.Y ; MORTON, J.: *An experimental investigation of nonlinear deformations in single-lap joints*. In: *Mechanics of Materials* 20 (1995), 183-184
- Chemiewirtschaft in Zahlen 2012 04.09.2012** VERBAND DER CHEMISCHEN INDUSTRIE E.V.: *Chemiewirtschaft in Zahlen 2012*. Frankfurt, 04.09.2012
- Volkersen 1938** VOLKERSEN, O.: *Nietkraftverteilung in zugbeanspruchten Nietverbindungen mit konstanten Laschenquerschnitten*. In: *Luftfahrtforschung* 15 (1938), S. 41–47
- Volkersen 1953a** VOLKERSEN, O.: *Die Schubkraftverteilung in Leim-, Niet- und Bolzenverbindungen*. In: *Energie und Technik* 5 (1953), Nr. 3, S. 68–71
- Volkersen 1953b** VOLKERSEN, O.: *Die Schubkraftverteilung in Leim-, Niet- und Bolzenverbindungen*. In: *Energie und Technik* 5 (1953), Nr. 5, S. 103–108
- Volkersen 1953c** VOLKERSEN, O.: *Die Schubkraftverteilung in Leim-, Niet- und Bolzenverbindungen*. In: *Energie und Technik* 5 (1953), Nr. 7, S. 150–154

- Wahab 2003** WAHAB, M. A.: *Lifetime prediction for fatigue damage in bonded joints*. In: *Advances in Fracture and Damage Mechanics* 245-2 (2003), S. 43–50
- Wang, Zhang 2009a** WANG, Jialai ; ZHANG, C.: *Energy release rate and phase angle of delamination in sandwich beams and symmetric adhesively bonded joints*. In: *International Journal of Solids and Structures* 46 (2009), 25-26, S. 4409–4418
- Wang, Zhang 2009b** WANG, Jialai ; ZHANG, C.: *Three-parameter, elastic foundation model for analysis of adhesively bonded joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 29 (2009), Nr. 5, S. 495–502
- Wehlack u. a. 2007** WEHLACK, Carsten ; POSSART, Wulff ; KRÜGER, Jan K. ; MÜLLER, Ullrich: *Epoxy and Polyurethane Networks in Thin Films On Metals—Formation, Structure, Properties*. In: *Soft Materials* 5 (2007), 2-3, S. 87–134
- Wetzel 2012** WETZEL, M.: *Zugscherfestigkeiten kontaminierter Klebproben*. mündlich. 2012. FRÖMMEL, S. (Adressat)
- Williams 1969** WILLIAMS, M. L.: *The continuum interpretation for fracture and adhesion based upon a lecture delivered at the Wayne State University, Polymer Conference Series, Detroit, Michigan, May 14, 1968*. In: *Journal of Applied Polymer Science* 13 (1969), S. 29–40. URL <http://dx.doi.org/10.1002/app.1969.070130105>
- Williams 1970** WILLIAMS, M. L.: *The fracture threshold for an adhesive interlayer*. In: *Journal of Applied Polymer Science* 14 (1970), S. 1121–1126. URL <http://dx.doi.org/10.1002/app.1970.070140501>
- Windsperger 2009** WINDSPERGER, M.: *Untersuchung von prozessinduzierten Fehlstellen struktureller Klebeverbindungen und deren Auswirkungen bei dynamischer Belastung*. Neubiberg, Universität der Bundeswehr München, Institut für Werkstoffkunde. Diplomarbeit. 2009
- Wöhler 1863** WÖHLER, August: *Über die Versuche zur Ermittlung der Festigkeit von Achsen, welche in den Werkstätten der Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn zu Frankfurt a.d.O. angestellt sind*. In: *Zeitschrift für Bauwesen* 13 (1863), S. 233–258
- Wöhler 1866** WÖHLER, August: *Resultate der in der Zentralwerkstatt der Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn zu Frankfurt a.d.O. angestellten Versuche über die relative Festigkeit von Eisen, Stahl und Kupfer*. In: *Zeitschrift für Bauwesen* 16 (1866), S. 67–84
- Wöhler 1870** WÖHLER, August: *Über die Festigkeitsversuche mit Eisen und Stahl*. In: *Zeitschrift für Bauwesen* 20 (1870), S. 73–106
- Wong, Broutman 1985** WONG, T.C ; BROUTMAN, L.J.: *Water in epoxy resins Part II. Diffusion mechanism*. In: *Polymer Engineering and Science* 25 (1985), Nr. 9, S. 529–534
- Wylde 1998** WYLDE, J. W.: *Measurement of adhesive joint fracture properties as a function of environmental degradation*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 18 (1998), Nr. 4, S. 237–246
- Xu 1996** XU, X. X.: *Fatigue crack growth rates in adhesive joints tested at different frequencies*. In: *Journal of Adhesion* 58 (1996), 3-4, S. 191–204
- Zanni-Deffarges, Shanahan 1995** ZANNI-DEFFARGES, M.P ; SHANAHAN, M.E.R.: *Diffusion of water into an adhesive: comparison between bulk behaviour and adhesive joints*. In: *International Journal of Adhesion and Adhesives* 15 (1995), Nr. 3, S. 137–142
- Universalprüfmaschine 1484 1982**: *Universalprüfmaschine 1484 : Bedienungsanleitung*. Ulm, 1982
- Universalprüfmaschine 1484 1997**: *Universalprüfmaschine 1484 : Betriebsanleitung*. Ulm, 1997
- Materialprüfmaschine Z2.5/TN1S 2000**: *Materialprüfmaschine Z2.5/TN1S : Betriebsanleitung*. Ulm, 2000

15. Anhang

15.1. Eidesstattliche Versicherung gemäß Anlage 5 UniBw M PromO

Ich versichere an Eides statt, dass ich die an der Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik der Universität der Bundeswehr München vorgelegte Dissertation mit dem Thema

„Untersuchungen zum Verhalten von Klebverbindungen bei Anwesenheit von Grenzflächendefekten“ ohne fremde Hilfe erstellt, bei der Abfassung keine anderen als die im Schriftenverzeichnis angeführten Hilfsmittel benutzt und die wissenschaftlichen Leistungen eigenständig erbracht habe.

Die Dissertation wurde betreut von Herrn Prof. Dr. H.-J. Gudladt.

- Ich habe die Dissertation noch nicht veröffentlicht.

- Teilergebnisse wurden vorgestellt:

Book of Abstracts; EURADH 2012 - 9th European Adhesion Conference. Frankfurt, 2012

FRÖMMEL, St. ; GUDLADT, H.-J: Adhesive bonded structures - A life in the light of continuum mechanics? In: *Proceedings of the 19th European Conference on Fracture 2012*.

FRÖMMEL, St. ; GUDLADT, H.-J: Fatigue behavior of adhesive bonded structures. In: *European Adhesion Conference 2012 - Book of Abstracts*, S. 105

GUDLADT, H.-J ; FRÖMMEL, S.: Damage behaviour of bonded structures under static and cyclic loading conditions. In: WELLNITZ, Jörg (Hrsg.): *Sustainable automotive technologies 2010 : Proceedings of the 2nd international conference*. Berlin, Heidelberg : Springer, 2010. – ISBN 9783642107962, S. 191–197

- Ich habe an keiner in- oder ausländischen wissenschaftlichen Hochschule ein Gesuch um Zulassung zur Promotion eingereicht oder die vorliegende oder eine ähnliche Arbeit als Dissertation vorgelegt.

Die Promotionsordnung der Universität der Bundeswehr München ist mir bekannt.

Neubiberg, den 05.05.2013

(Stephan A. Frömmel)

15.2. Lebenslauf

Name: Stephan Andreas Frömmel

Wohnort: Lohwiesenweg 32
85774 Unterföhring

Geburtsdatum: 16.01.1976

Geburtsort: Frankfurt am Main

Staatsangehörigkeit: deutsch

Familienstand: verheiratet

Berufserfahrung: 08/2008 bis 03/2013 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde der Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik, Universität der Bundeswehr München, Neubiberg

08/2001 Chemisch-Physikalisches Labor, dmc² OMG AG & Co KG, Frankfurt am Main

02-03/2000 Chemisch-Physikalisches Labor, dmc² AG, Frankfurt am Main

07-09/1999 Chemisch-Physikalisches Labor, Cerdec AG, Frankfurt am Main

07-09/1998 Chemisch-Physikalisches Labor, Cerdec AG, Frankfurt am Main

Berufsabschlüsse: 2008 Diplom-Chemiker, Johann Wolfgang Goethe-Universität, Frankfurt am Main

1998 Chemielaborant, Cerdec AG, Frankfurt am Main

Schulabschluss: 1995 Allgemeine Hochschulreife, Friedrich-Dessauer-Gymnasium, Frankfurt am Main

Zusatzqualifikationen:

- Fahrerlaubnisklassen A, B, C1E
- Jugendleiterausbildung
- div. technische Ausbildungen der Freiwilligen Feuerwehr
- Führungskräfteausbildungen der Freiwilligen Feuerwehr

Unterföhring, den 05.05.2013
