



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg
Hamburg University of Applied Sciences

Masterarbeit

Oskar Reichelt

Plasma-Oberflächenbehandlung von CFK zur Verbesserung der adhäsiven Klebeeigenschaften

*Fakultät Technik und Informatik
Department Maschinenbau und Produktion*

*Faculty of Engineering and Computer Science
Department of Mechanical Engineering and
Production Management*

Oskar Reichelt

**Plasma-Oberflächenbehandlung von
CFK zur Verbesserung der adhäsiven
Klebeeigenschaften**

Masterarbeit eingereicht im Rahmen der Masterprüfung

im Studiengang Berechnung und Simulation
am Department Maschinenbau und Produktion
der Fakultät Technik und Informatik
der Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg

in Zusammenarbeit mit:
dem Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY
in der DESY CMS Gruppe
Notkestrasse 85
22607 Hamburg

Erstprüfer/in: Prof. Dr.-Ing. Jan Henning Lange, HAW
Zweitprüfer/in : Dr. Andreas Mussgiller, DESY

Abgabedatum: 23.05.2017

Zusammenfassung

Oskar Reichelt

Thema der Masterthesis

Plasma-Oberflächenbehandlung von CFK zur Verbesserung der adhäsiven Klebeigenschaften

Stichworte

Atmosphärendruck-Plasma, Oberflächenaktivierung, Wasserkontaktwinkel, XPS-Analyse, Epoxidharzklebstoff, CFK, Zugscherfestigkeit, Bruchflächenanalyse

Kurzzusammenfassung

Diese Arbeit befasst sich mit der Wirkung von atmosphärischer Plasmabehandlung auf die Oberflächenchemie und die mechanischen Eigenschaften von kohlefaserverstärkten Epoxidharzproben. Es wurden Oberflächenbehandlungen mit einem 50 mm breiten Plasmastrahl mit bis zu 3,2 vol. % Sauerstoff und Helium bei einer RF Leistung von 200 W durchgeführt. Die Analyseverfahren beinhalten die Messung des Wasserkontaktwinkels, Messung der Zugscherfestigkeit von einfachen Überlappungsklebungen und XPS-Untersuchungen der Oberfläche. Die Plasmabehandlung der Proben zeigt eine Reduzierung des Wasserkontaktwinkels um bis zu 50 % und eine Steigerung der Zugscherfestigkeit von fast 25 % im Vergleich mit unbehandelten Proben. Mit der XPS-Analyse wird gezeigt, dass die Probenoberfläche frei von siliziumorganischen Verunreinigungen ist und die Konzentration von sauerstoffhaltigen funktionalen Gruppen in der polymeren Grenzschicht nach der Plasmabehandlung steigt.

Oskar Reichelt

Title of the master thesis

Plasma Surface Treatment Technology of CFRP for Improved Adhesive Bonding Performance

Keywords

Atmospheric pressure plasma, surface activation, water contact angle, XPS analysis, epoxy glue, CFRP, tensile lap-shear strength, failure pattern analysis

Abstract

In this report, the effect of atmospheric pressure plasma treatment on the surface chemistry and on mechanical properties of carbon fibre-reinforced epoxy specimen is studied. Surface treatments were performed with a 50 mm plasma beam with up to 3.2 vol. % oxygen and helium under 200 W of RF power. The analysis included water contact angle measurements, determination of tensile lap-shear strengths and XPS surface analyses. Plasma treatment was shown to decrease the water contact angle by up to 50 % and to increase tensile strength by 25 % compared to untreated specimens. In the XPS analysis it is shown that the test surface is free from organic silicon contamination and that the concentration of oxygenic functional groups in the polymeric interface increases after plasma treatment.

Danksagung

Zunächst möchte ich mich bei meinem Erstprüfer Prof. Dr.-Ing. Jan Henning Lange, seitens der HAW-Hamburg, und bei meinem Zweitprüfer Dr. Andreas Mussgiller, seitens DESY-Hamburg, für die Unterstützung beim Verfassen dieser Masterarbeit bedanken.

Außerdem möchte ich Herrn Dr. Jörg Ihde vom Fraunhofer IFAM für die Zusammenarbeit danken. Vielen Dank für die Hilfe bei der Planung der Experimente und für die vielen interessanten Gespräche und Anregungen für die Arbeit.

Ebenso möchte ich mich bei Dr. Chayanit Asawatangtrakuldee für die Unterstützung bei der Planung und Durchführung der Experimente und bei Dr. Thomas Eichhorn für das Korrekturlesen meiner Arbeit bedanken.

Dann möchte ich mich bei der Gruppe CMS bei DESY für die gute Zusammenarbeit in den letzten zwei Jahren bedanken, in denen ich mein Masterstudium neben meiner Tätigkeit als Projektingenieur absolvieren durfte.

Ein besonderer Dank gilt meiner Familie, meinen Freunden und vor allem meiner Freundin Anna, die immer zu mir gehalten und mir den Rücken gestärkt haben. Mit meinen Lernpartnern habe zahllose Stunden in Bibliotheken und Lernräumen beim Pauken verbracht. Ohne euch wäre ich nicht so gut durch das Studium gekommen.

Danke!

Inhaltsverzeichnis

1. Einführung	1
1.1. Motivation	1
1.2. Zielsetzung und Eingrenzung	3
1.3. Der Large Hardron Collider	4
1.4. Die zukünftige Endkappe des CMS Spurdetektors	7
1.5. Detector Assembly Facility (DAF) auf dem DESY-Gelände	9
2. Grundlagen	11
2.1. Plasma-Oberflächenbehandlung	11
2.1.1. Allgemeines zu den Verfahren	11
2.1.2. Atmosphärendruck-Plasma	12
2.2. Kleben	14
2.2.1. Einteilung der Klebstoffe	15
2.2.2. Epoxidharzklebstoffe	17
2.2.3. Vernetzungsreaktion der Epoxidharzklebstoffe	17
2.2.4. Typische Vertreter der Epoxidharzklebstoffe	18
2.2.5. Zugscherversuche für Klebproben nach DIN EN 1465	19
2.2.6. Bruchflächenanalyse von Klebungen nach DIN EN ISO 10365	20
2.3. Faserverstärkte Kunststoffe	21
2.3.1. Faserhalbzeuge	21
2.3.2. Prepreg	22
2.3.3. Trennmittel	23
2.4. Oberflächenanalysen	24
2.4.1. Digitalmikroskopie	24
2.4.2. Kontaktwinkel und Benetzung	24
2.4.3. Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS)	27

3. Oberflächenanalysen	29
3.1. Experimenteller Aufbau und Versuchsplanung	29
3.1.1. Atmosphärendruck-Plasmagerät	29
3.1.2. Lineartisch	29
3.1.3. Mikroskopischer Aufbau	30
3.1.4. CFK-Proben	30
3.2. Messung des statischen Wasserkontaktwinkels	31
3.2.1. Einfluss der Behandlungszeit	33
3.2.2. Alterung der plasmabehandelten Proben	33
3.3. XPS-Untersuchung	35
3.3.1. Ergebnisse der XPS-Untersuchung	36
3.3.2. Untersuchung der C1s-Region	37
3.3.3. Silizium im XPS-Spektrum	39
3.4. Auswertung der Versuche	39
4. Bestimmung der Zugfestigkeit von Überlappungsklebung	41
4.1. Versuchsaufbau	41
4.1.1. Klebstoff	41
4.1.2. Klebvorrichtung	42
4.1.3. Experimenteller Aufbau	42
4.2. Zugschertestproben	43
4.2.1. Dimensionierung der Überlappungsklebung	43
4.2.2. Herstellung der Zugschertestproben	44
4.2.3. Parameterwahl für die Plasmabehandlung	46
4.3. Versuchsdurchführung	47
4.4. Ergebnisse der Zugscherfestigkeitsversuche	48
4.4.1. Analyse der Bruchbilder	49
4.4.2. Zugscherfestigkeit der untersuchten Proben	50
4.5. Auswertung	51
5. Zusammenfassung und Ausblick	54
A. Oberflächenbehandlungsverfahren	63
B. Tabellen mit Zusatzinformationen	65

Inhaltsverzeichnis

C. Abbildungen	66
D. Datenblätter und Zeichnungen	69

Verzeichnis der Abkürzungen und Formelzeichen

Symbol	Bedeutung	Einheit
A_Q	Querschnittsfläche	mm^2
ADP	Atmosphärendruck-Plasma	
$CERN$	Europäische Organisation für Kernforschung	
CFK	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff	
CMS	Compact Muon Solenoid	
DAF	Detector Assembly Facility	
$DESY$	Deutsches Elektronen-Synchrotron	
E_B	Bindungsenergie	eV
E_K	Kinetische Energie	J
E_R	Energie der Röntgenstrahlung	eV
$EP-CFK$	Kohlefaserverstärkter Kunststoff mit Epoxidharzmatrix	
F_B	Bruchkraft	N
Lg	lösemittelgereinigt	
LHC	Large Hadron Collider	
N	Anzahl der Behandlungsvorgänge	
$t_{Beh.}$	Behandlungszeit	s/mm
v	Behandlungsgeschwindigkeit	mm/s
WKW	Wasserkontaktwinkel	

Inhaltsverzeichnis

Symbol	Bedeutung	Einheit
α	Benetzungswinkel	°
σ_B	Festigkeit des Probenmaterials	<i>MPa</i>
σ_{Probe}	Spannung im Probenquerschnitt	<i>MPa</i>
σ	Oberflächenenergie	<i>mN/m</i>
σ_d	dispersen Anteil Oberflächenenergie	<i>mN/m</i>
σ_p	polaren Anteil Oberflächenenergie	<i>mN/m</i>

Kapitel 1.

Einführung

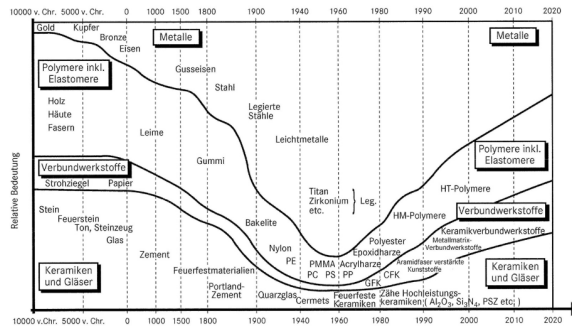
1.1. Motivation

Leichtbau ist das Thema unserer Zeit im Maschinenbau! Besonders vor dem Hintergrund des weltweit steigenden Ausstoßes an umweltschädlichen Verbrennungsgasen gewinnt die Gewichtsreduzierung bewegter Massen zunehmend an Bedeutung. Um der effizienten Nutzung ökologischer Ressourcen in Herstellung und Betrieb gerecht zu werden, ist Leichtbau die Voraussetzung für eine erfolgreiche Entwicklung eines marktfähigen Produktes. Leichtbaustrukturen finden sich bereits in den unterschiedlichsten Gebieten. Dabei sind nicht nur Strukturen aus der Raumfahrt, sondern auch Luft-, Schienen- und Straßenfahrzeuge zu erwähnen. Insbesondere im automobilen Bereich soll der Leichtbau für eine Reduzierung des Schadstoffausstoßes oder zur Gewichtskompensation eines schweren Akkus bei Elektroautos sorgen. [1]

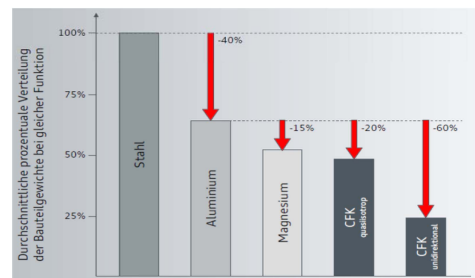
Nach gegenwärtigen Schätzungen¹ stehen dem Konstrukteur derzeit eine Auswahl von über 40.000 metallischen und 40.000 nichtmetallischen Werkstoffen zur Verfügung [2]. Abbildung 1.1a zeigt die Bedeutung und die historische Entwicklung der industriell verarbeiteten Werkstoffe. Interessant hierbei ist die Höhe der Bedeutung von alternativen Werkstoffen zu Metallen heutzutage. Hersteller setzen demnach vermehrt auf Verbundwerkstoffe. Die Werkstoffeigenschaften sind hier nicht wie bei Metallen richtungsunabhängig, also isotrop, und damit im Anlieferungszustand gegeben, sondern es kann aus Ausgangswerkstoffen ein Werkstoff mit gewünschten anisotropen Eigenschaften konstruiert und hergestellt werden. Im Bereich der Verbundwerkstoffe haben die faserverstärkten Kunststoffe daher ein besonders hohes Leichtbaupotential. Abbildung 1.1b zeigt das Gewichtseinsparpotential von typischen Werkstoffen aus dem

¹Stand 2014

Automobilbereich im Vergleich. Danach kann die größte Gewichtseinsparung mit gerichteten Kohlenstofffasern im Kunststoffverbund erreicht werden. Im Flugzeug- und Fahrzeugbau finden kohlefaserverstärkte Kunststoffe zu Leichtbauzwecken schon seit längerem Verwendung.



(a) Bedeutung und historische Entwicklung der industriell verarbeiteten Werkstoffe [2]



(b) Potential der Gewichtsreduzierung durch alternative Konstruktionswerkstoffe [3]

Abbildung 1.1.: Bedeutung und Gewichteinsparpotential von Leichtbauwerkstoffen

Weitere Anwendungsbereiche sind Gebiete in denen diese Kunststoffe aufgrund ihrer Strahlungslänge eingesetzt werden. Strahlung kann so Bauteile passieren ohne abgelenkt oder abgebremst zu werden. Zu erwähnen sind hier Röntgencomputertomographen² aus der Medizintechnik und Tragstrukturen in Detektoren aus der physikalischen Teilchenforschung. Wenn es darum geht CFK Bauteile anforderungsgerecht miteinander zu verbinden, führt kein Weg an dem Kleben als Fügetechnik vorbei. Anders als bei anderen Fügetechniken erfolgt die Verbindung hier großflächig, was sich vorteilhaft auf die Kräfteleitung in die Verstärkungsfasern auswirkt. Konsequenterweise leistungsfähige Klebeverbindungen erfordern sehr gut kontrollierte Klebprozesse, denn ein kritischer Faktor für erfolgreiches Kleben ist eine kontaminationsfreie Oberfläche. Die Vorbereitung der Fügeflächen erfolgt traditionell mittels umweltschädlichen Chemikalien, mechanischem Aufrauen oder Abreißgewebe-Techniken. Mechanisches Abtragen kann zum Verletzen der verstärkenden Faserlagen führen und produziert Staub. Abreißgewebe werden vor der Aushärtung auf die Laminatoberflä-

²Computertomograph, abgekürzt CT

che aufgebracht. Vor dem Fügen wird das Abreißgewebe entfernt und hinterlässt eine saubere Oberfläche für eine Verklebung. Verschiedene Studien [4, 5] zeigen jedoch, dass auch Abreißgewebetechniken Kontaminationsschichten hinterlassen können und, falls nicht sorgfältig getrocknet, Feuchtigkeit in das unausgehärtete Laminat einbringen, was sich negativ auf die Qualität einer Klebeverbindung auswirkt.

Seit einigen Jahren gibt es Atmosphärendruckplasmageräte, die Probleme anderer Oberflächenvorbehandlungsverfahren vermeiden. Die atmosphärische Plasmabehandlung ist ein kontaktloser Prozess, der eine effektive Behandlung auch komplexer Oberflächen ermöglicht. Außerdem werden, im Gegensatz zu abtragenden Vorbehandlungsverfahren, sekundäre Verunreinigungen vermieden. Während der Plasmabehandlung interagieren freie Radikale und Ionen mit den Polymeroberflächen, was die adhäsiven Eigenschaften einer Verklebung verbessert. Die Änderung der Oberflächenchemie ist somit nur auf die ersten Nanometer beschränkt und die Verstärkungsfasern werden nicht angegriffen [6].

1.2. Zielsetzung und Eingrenzung

Inhalt dieser Arbeit soll eine Parameterstudie zu einem Plasmareinigungsgerät sein. Fügstellen an CFK-Proben sollen für eine spätere Verklebung gereinigt und aktiviert werden. Die Oberfläche der Proben soll mittels Kontaktwinkelmessung und auf ihre chemische Zusammensetzung untersucht werden. Unter Veränderung der variablen Reinigungsgeschwindigkeit und Abstand zum Substrat sollen Zugproben erst plasmabehandelt und später verklebt werden, wobei die Zugscherfestigkeit der hergestellten Proben, in Anlehnung an die DIN EN 1464, gemessen werden soll. Für die Erstellung der Proben ist ein Versuchsaufbau mit einem Verfahrtsch für das Plasmagerät zu entwerfen und herzustellen.

Diese Masterarbeit wurde am Deutschen Elektronen-Synchrotron (DESY) in der CMS-Gruppe für die Detector Assembly Facility (DAF) durchgeführt. Am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik an der HAW Hamburg wurde die Zugscherfestigkeit der Proben bestimmt.

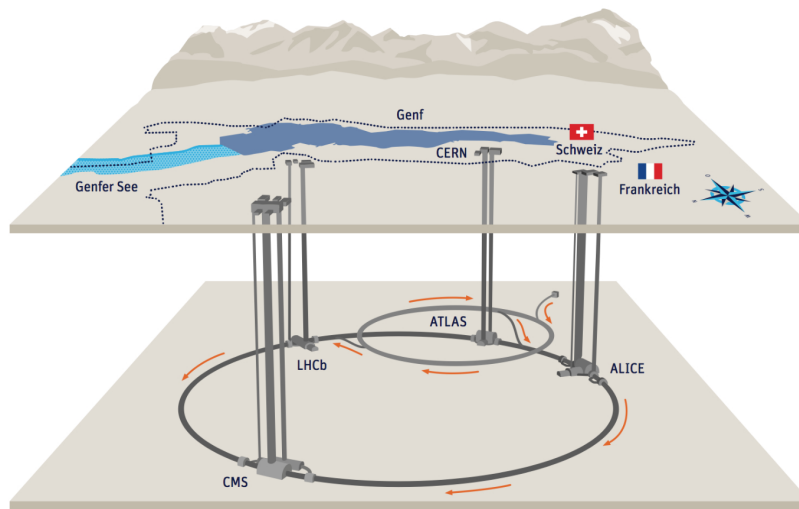


Abbildung 1.2.: Der Large Hadron Collider (LHC) am CERN in Genf mit den vier Hauptexperimenten ALICE, LHCb, ATLAS und CMS, aus [7]

1.3. Der Large Hadron Collider

Das Standardmodell der Elementarteilchenphysik ist ein theoretisches Modell zur Beschreibung der kleinsten Bausteine unseres Universums. In den letzten Jahrzehnten konnte es durch Experimente immer weiter gefestigt werden. Diese Erkenntnisse konnten nur gewonnen werden, da immer größere Teilchenbeschleuniger mit immer höheren Energien entwickelt und gebaut wurden. Durch diese Entwicklung ist es gelungen, die Strukturen der kleinsten Teilchen immer besser aufzulösen. Beispielhaft hierfür ist der *Large Hadron Collider* (LHC) an der *Europäischen Organisation für Kernforschung* (CERN), der 2008 in Betrieb ging. Er befindet sich in ca. 100 Metern Tiefe im französisch-schweizerischen Grenzgebiet bei Genf und ist mit seinen 27 Kilometern Umfang der größte und leistungsstärkste jemals gebaute Teilchenbeschleuniger (Abbildung 1.2). Der LHC besteht aus zwei gegenläufigen Strahlröhren, in denen Protonen im Kreis beschleunigt und dann an vier Punkten zur Kollision gebracht werden. An den Kreuzungspunkten befinden sich die vier Hauptexperimente, die in unterirdischen Hallen aufgebaut sind. Ein Meilenstein in der Erfolgsgeschichte des LHC ist die Entdeckung des Higgs-Bosons³, welches am *ATLAS*- und am *CMS*-Experiment

³Durch Interaktion mit dem Higgs-Boson erhalten Elementarteilchen ihre Masse.

nachgewiesen werden konnte. Für die Entwicklung des Higgs-Mechanismus erhielten François Englert und Peter Higgs 2013 den Nobelpreis in Physik [8].

ATLAS und CMS sind von ihrem Aufbau her sehr ähnliche Experimente, deren Hauptziel es ist, das Higgs-Boson und seine Eigenschaften zu erforschen. Im Folgenden wird anhand des CMS-Experimentes beispielhaft erklärt, wie ein Teilchendetektor funktioniert.

Das Compact Muon Solenoid-Experiment ist ein Vielzweckteilchendetektor, dessen Kollaboration über 6100 Mitglieder aus 204 physikalischen Instituten in 48 Ländern umfasst [9]. Bei CMS ist der Name Programm:

- *Compact* steht für das hohe Gewicht von 14 tausend Tonnen und die im Vergleich zu anderen Detektoren geringen Ausmaße,
- *Muon* ist ein Hinweis darauf, dass bei der Auslegung des Detektors besonderer Wert auf den Nachweis von Muonen⁴ gelegt wurde, und
- *Solenoid* bezeichnet den Typ der supraleitenden Magnetspule, die sich im Inneren befindet und bei der es sich um den weltweit größten Magneten dieser Art handelt.

Der Detektor hat Abmessungen von 21 Metern Länge und 14 Meter im Durchmesser. In Abbildung 1.3 ist er mit einem Menschen als Vergleichsgröße dargestellt [11]. Dank des schalenartigen Aufbaus um den Kollisionspunkt herum können Teilchenspuren, wie in Abbildung 1.4 dargestellt, gemessen werden. Die Teilchen, die bei der Kollision der Protonen entstehen, hinterlassen in den verschiedenen Bestandteilen des CMS-Detektors ein charakteristisches Signal. Geladene Teilchen werden bei der Durchquerung des Detektors von dem Magnetfeld auf eine gekrümmte Bahn gezwungen und können so von ungeladenen Teilchen unterschieden werden. Die Komponenten des Detektors sind in verschiedenen Lagen umeinander angeordnet. Im Inneren befinden sich sogenannte Spurdetektoren, mit denen die Positionen geladener Teilchen bestimmt werden können. Daran schließen sich Kalorimeter zur Messung der Energie der Teilchen an. In den Schalen außerhalb des Magneten befinden sich Muonkammern zum Nachweis von Muonen [12].

⁴Teilchen, ähnlich den Elektronen aber mit höherer Masse

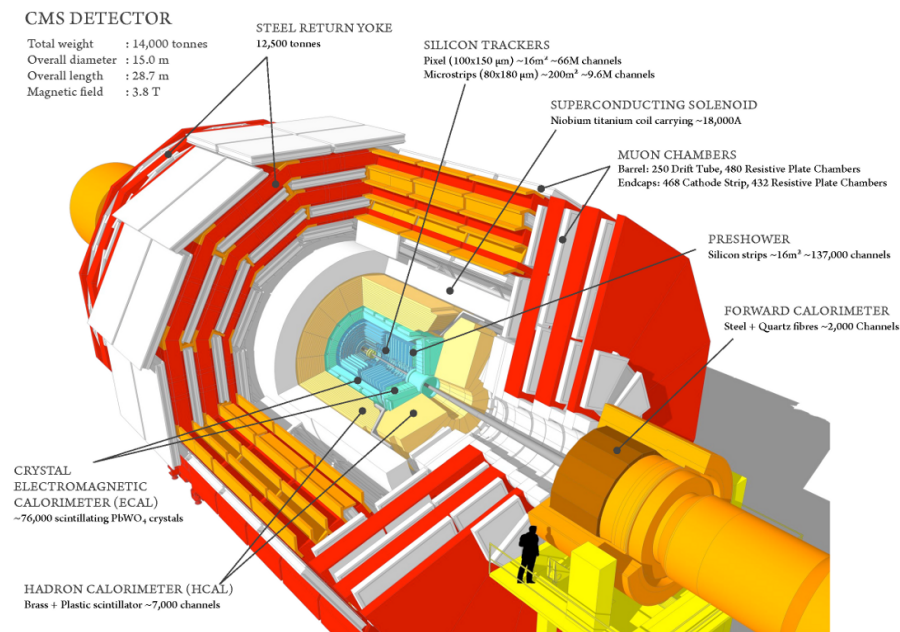


Abbildung 1.3.: Der CMS Detektor mit seinen Substrukturen. Der Silizium Spurdetektor (engl.: silicon tracker) befindet sich im Zentrum des CMS-Detektors und ist hier in blau dargestellt, aus [10]

Während des Betriebs werden die Detektorkomponenten mit trockener Luft gespült. Die größte Beanspruchung der Komponenten kommt von den Kollisionsprodukten der Teilchenzusammenstöße, die mit hoher Energie durch den Detektor hindurch fliegen. Besonders die Sensoren werden durch die Teilcheninteraktionen so immer mehr geschädigt. Die Sensitivität des Detektors nimmt also mit der Zeit ab, sodass dieser ausgetauscht werden muss. Für 2025 ist eine große Betriebspause geplant, in der die Experimente und der LHC auf die *high luminosity (HL)*⁵ Ausbaustufe aufgerüstet werden. Um den Bedingungen der HL-LHC-Ära gerecht zu werden, müssen alle Detektorkomponenten erneuert werden. Besonders der Spurdetektor wird von Grund auf neu entwickelt, da die Funktionalität des bisherigen nicht ausreicht. Zudem sind bestimmte Umbaumaßnahmen, wie der Einbau von stärkeren Fokussiermagneten vor und nach den großen Experimenten, nötig.

⁵Luminosität (dt.): Anzahl der Teilchenbegegnungen pro Zeit und Fläche, Merkmal für die leistungsfähigkeit eines Teilchenbeschleunigers [13]

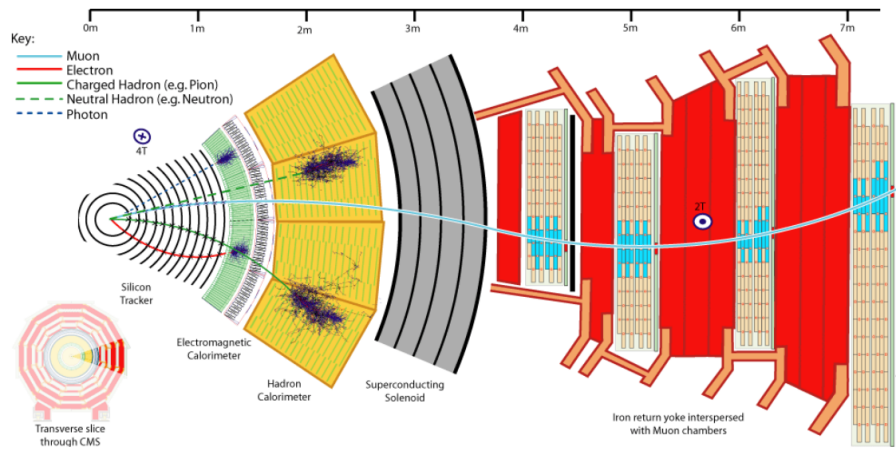


Abbildung 1.4.: Querschnitt durch den CMS Detektor und schematische Darstellung von Signalen, welche die verschiedenen Teilchenarten in den unterschiedlichen Detektorteilen hinterlassen, aus [12]

1.4. Die zukünftige Endkappe des CMS Spurdetektors

Der Siliziumspurdetektor ist zylinderförmig und zwiebelartig um den Kollisionspunkt, welcher in der Mitte des Experimentes liegt, angeordnet. Teilchen, die bei der Kollision entstehen, passieren so mehrere Siliziumsensoren hintereinander und die Teilchenspur kann so rekonstruiert und analysiert werden. In Abbildung 1.5 findet sich eine schematische Darstellung des Aufbaus des zukünftigen Siliziumspurdetektors. Die Abzisse und die Ordinate fungieren in der Grafik als Symmetrielinien und der

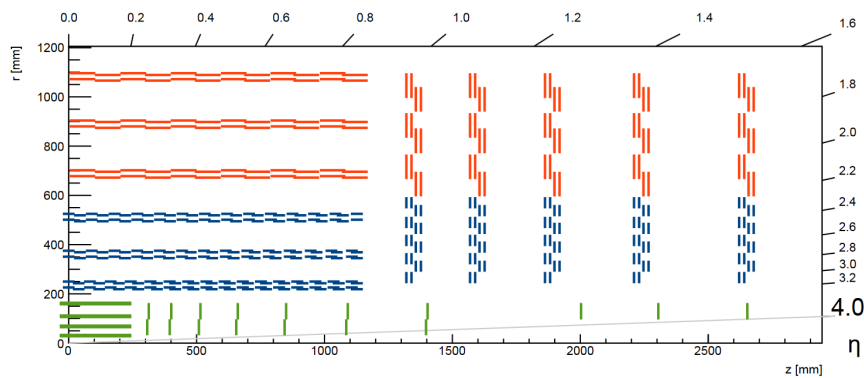


Abbildung 1.5.: Schematischer Aufbau des zukünftigen Silizium Spurdetektors [14]

Ursprung ist der Kollisionspunkt. Auf der Abzisse ist die Länge z aufgetragen und auf der Ordinate der Radius r . An den beiden Enden des Zylinders befindet sich jeweils eine, aus fünf Doppelscheiben bestehende, Endkappe. Die blauen und roten Linien in der Grafik stellen die einzelnen Sensormodule dar. Als blau sind die PS-Module, in denen ein Pixel- und ein Streifensensor verbaut sind, und in rot die 2S-Module dargestellt, in denen zwei Streifensensoren verbaut sind. Die grünen Linien sind die Sensoren eines anderen Subdetektors, des Pixeldetektors. Eine Doppelscheibe ermöglicht eine vollständige Abdeckung der gesamten Scheibenfläche. In Abbildung 1.6 sind die beiden hintereinanderliegenden Scheiben oben im Bild dargestellt. Jede der

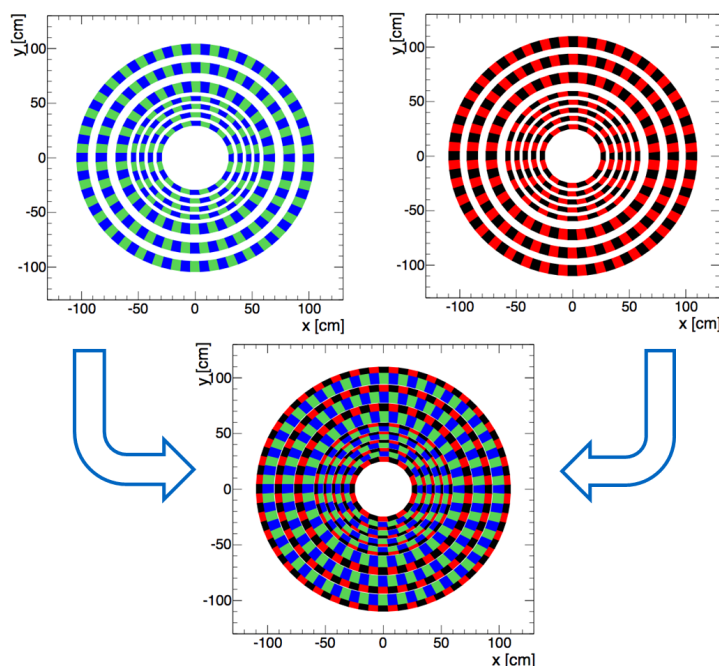


Abbildung 1.6.: Schematische Darstellung des Doppelscheibenaufbaus, oben sind die vordere und hintere Scheibe abgebildet und darunter die zusammengesetzte Doppelscheibe [15]

beiden Scheiben ist von der Vorder- und Rückseite mit Siliziumsensoren bestückt, welche ringförmig angeordnet sind. Durch den winkelmäßigen Versatz überlappt die Sensorfläche von der Vorder- zur Rückseite. Unten im Bild ist die zusammengesetzte Doppelscheibe dargestellt. Durch die Differenz im Radius von der einen zur anderen Scheibe wird eine vollständige Abdeckung mit Sensoren erreicht. Signale werden

durch die Interaktion von Teilchen mit dem sensitiven Silizium erzeugt. Neben dem sensitivem Material wird in einem Detektor auch unsensitives Material verbaut. Dies sind vor allem Trag- und Haltestrukturen, aber auch Kühlrohre und die elektrischen Leitungen der Sensoren gehören dazu. In einem Spurdetektor ist es wichtig, die unsensitiven Massen möglichst gering zu halten, da sie die Teilchenbahnen durch Wechselwirkung beeinflussen. Zudem ist die Strahlungslänge der verwendeten Materialien von Bedeutung. Metalle haben in der Regel eine ungünstige Strahlungslänge, welche die Messungen verfälschen kann. Während bei Kühlleitungen auf Metalle selten verzichtet werden kann, finden Kunststoffe in jeglicher Art Verwendung. Sie haben eine hohe Strahlungslänge und führen somit nur zu einer geringen Verfälschung der Messung. Die Tragstruktur der Endkappenscheiben soll daher in Sandwichbauweise aus einem polymeren Hartschaumkern und Deckschichten aus kohlefaserverstärktem Kunststoff mit duromerer Matrix hergestellt werden. Jede der Scheiben in der Endkappe wird aus Fertigungsgründen aus zwei Halbscheiben zusammengesetzt. In Abbildung 1.7 ist das CAD-Modell einer Halbscheibe dargestellt. Auf den inneren Ringen befinden sich die PS-Sensormodule und auf den äußeren Ringen sitzen die 2S-Sensormodule.

Das DESY⁶ in Hamburg ist eine Schlüsselfigur in der Entwicklung und Auslegung der Endkappe des Siliziumspurdetektors für die nächste Ausbaustufe des CMS-Experiments und wird maßgeblich an deren Bau beteiligt sein.

1.5. Detector Assembly Facility (DAF) auf dem DESY-Gelände

Die Detector Assembly Facility (DAF) ist ein neues Detektorbaulabor, das zurzeit auf dem DESY Gelände aufgebaut wird. Hier soll die Infrastruktur entstehen, um eine Endkappe des ATLAS-Spurdetektors und eine Endkappe des CMS-Spurdetektors für das *high luminosity* Upgrade am LHC herzustellen. Die DAF wird aus zwei Gebäuden bestehen. In einem Gebäude soll ein Reinraum der ISO Klasse 6 entstehen, in dem die Produktion der Sensormodule für den ATLAS- und den CMS-Spurdetektor stattfinden wird. Insgesamt werden für CMS 3500 und für ATLAS 4000 Sensormo-

⁶Deutsches Elektronen-Synchrotron ist ein Forschungszentrum der Helmholtz-Gemeinschaft und das größte Institut für physikalische Grundlagenforschung in Deutschland

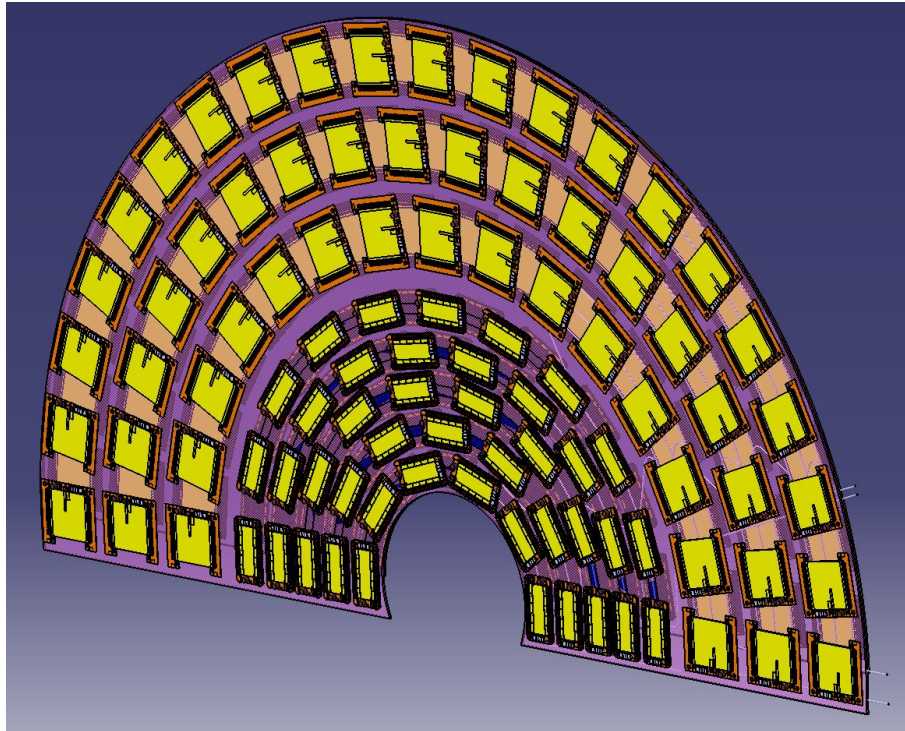


Abbildung 1.7.: CAD-Modell der Halbscheibe mit den zwei Sensormodultypen, die PS-Module in den inneren und die 2S-Module in den äußeren Ringen [16]

dule benötigt. Diese werden jeweils zum Teil bei DESY produziert. Der Rest wird in anderen beteiligten Instituten gefertigt. Der zweite Teil der DAF wird in einer Halle aufgebaut. In dieser Halle wird der finale Zusammenbau der Komponenten stattfinden. Für das CMS-Experiment werden hier die Module auf Trägerstrukturen montiert und geklebt, bis hin zu einer kompletten Endkappe. In der Halle wird ein Atmosphärendruck-Plasmareinigungsgerät auf einem in drei Achsen verfahrbaren Tisch installiert. So können die Fügstellen zum Kleben vor Ort vorbehandelt werden [17].

Kapitel 2.

Grundlagen

2.1. Plasma-Oberflächenbehandlung

Die hier beschriebenen Verfahren dienen der Oberflächenvorbereitung von Fügeteilen für anstehende Verklebungen. Sie werden den physikalischen Oberflächenbehandlungsverfahren zugeordnet. Plasma-Oberflächenbehandlungsverfahren führen zu chemischen Veränderungen in den Substratoberflächen. Sie setzen sich aber von den chemischen Oberflächenbehandlungsverfahren ab, da sie Gase als reaktive Medien verwenden [18].

Eine Zusammenstellung von Verfahren zur mechanischen, physikalischen und chemischen Oberflächenbehandlung ist in Anhang A zu finden.

2.1.1. Allgemeines zu den Verfahren

Ein Plasma ist ein ganz oder teilweise ionisiertes Gas. Durch ein elektrisches Feld werden freie Elektronen und positiv geladene Ionen aufgespalten. Alle Gase, die nicht zu den Edelgasen gehören, liegen in einem molekularen Zustand vor. In Gleichung 2.1 findet die Ionisierung am Beispiel von Sauerstoff statt, bei der zunächst eine Teilung des Moleküles stattfindet.



Außer Ionen und Elektronen werden auch Radikale und weitere geladene und reaktionsfreudige Molekülbruchstücke gebildet. Wegen der gleichen Anzahl von positiven und negativen Ladungsträgern ist das Plasma nach außen hin neutral, es ist aber elektrisch leitfähig. Die Energiezustände der Teilchen ändern sich schnell, dies führt

zu plasma-typischen Strahlungsemissionen. Bei dem Aufprall der geladenen Plasma-Teilchen auf der Substratoberfläche kommt es zu chemischen Reaktionen, die eine Aktivierung der Oberfläche herbeirufen. Es handelt sich dabei um den Einbau von elektronegativen Elementen in die Grenzschichtmoleküle, wo sich daraufhin Dipole ausbilden. Am Beispiel eines sauerstoffhaltigen Prozessgases werden bei Kunststoffen funktionale Gruppen in Form von

- Carbonyl- ($=C=O$)
- Carboxyl- ($-COOH$)
- und Hydroxidgruppen ($-OH$)

in die Polymeroberfläche mit einer Einwirktiefe von ca. 2,5 nm eingebaut. Diese Gruppen erzeugen starke zwischenmolekulare Bindungskräfte und verbessern die Benetzungseigenschaften.

Durch den Aufprall der reaktiven Teilchen kommt es auf der Substratoberfläche auch zu einem Reinigungseffekt. Durch den Energieaustausch mit den Teilchen und der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Schichten, die auf der Oberfläche anhaften, können Ablöseerscheinungen entstehen. Organische Schichten wie Fette und Öle werden in kurzkettige Kohlenwasserstoffe umgewandelt und verdampfen.

Für Oberflächenbehandlungsverfahren werden meist nicht-thermische Plasmen eingesetzt. Sie besitzen im Vergleich zu den thermischen Plasmen wesentlich geringere Energiedichten. Nicht-thermische Plasmen werden durch Stoßionisation aufrechterhalten. Durch den Zusammenstoß von Elektronen mit ungeladenen Teilchen entstehen zusätzliche Elektronen und Ionen. Diese Plasmen haben Temperaturen von 50 °C bis 150 °C und werden auch als kalte Plasmen bezeichnet. Plasmaverfahren werden nach dem Prozessdruck und der Art der Energieeinkopplung unterteilt [18].

2.1.2. Atmosphärendruck-Plasma

Das Atmosphärendruck-Plasmaverfahren (ADP) arbeitet mit einem nicht-thermischen Plasma, wie in Abbildung 2.1 gezeigt. Die Plasmaeinkopplung erfolgt fern von der Substratoberfläche durch Hochspannungsentladung. Die Prozessgase strömen durch

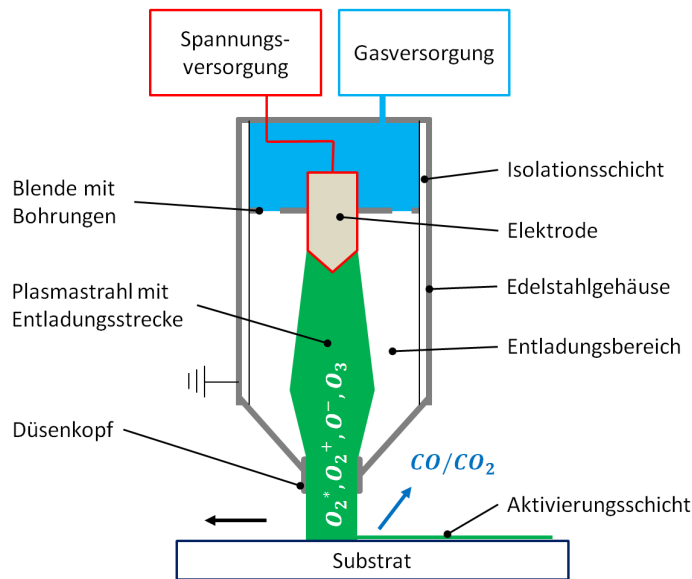


Abbildung 2.1.: Schematische Darstellung des ADP-Verfahrens, nach [18]

diese Entladungsstrecke und werden in den Plasmazustand überführt. Der homogene Plasmastrahl wird durch Stoßionisation aufrechterhalten und strömt durch eine Blende im Düsenkopf, bevor er die Substratoberfläche erreicht. Die Plasmaanregung ist dabei stark genug um die Distanz zwischen der Plasmaentstehung bis zum Substrat zu überwinden. Die Geometrie des austretenden Plasmastrahls wird von der Blende bestimmt. Der Plasmastrahl erzeugt kein elektrisches Potential und das Substrat wird nicht mit einer Spannung beaufschlagt. Je nach Gerät kann der Plasmastrahl eine Breite von 20 mm und eine Länge von 50 mm haben und es sind Behandlungsgeschwindigkeiten von bis zu 900 m/min realisierbar. Als Prozessgas wird oft ölfreie Luft verwendet, es sind aber auch andere Gase mit Zusätzen von reaktiven Gasen (z.B. Sauerstoff) möglich [18, 19].

Die Substratoberfläche kommt bei diesem Verfahren nur sehr kurze Zeit in Kontakt mit dem Plasma, daher kann mit hohen Plasmaleistungen gearbeitet werden. Die Oberflächen werden gezielt behandelt, ohne den Grundwerkstoff thermisch zu schädigen. Die Wirkung eines atmosphärischen Plasmas schließt folgende drei Effekte ein:

- physikalisch, durch die auf die Oberfläche treffenden Ionen (Feinreinigung);
- chemisch, durch die Reaktion der Gasbestandteile mit der Oberfläche (Aktivierung);
- elektrostatisch, durch die vollständige Entladung der Oberfläche [18].

2.2. Kleben

Nach der DIN 8593-8 ist das Kleben definiert als stoffschlüssiges Fügen unter Verwendung eines Klebstoffes, das heißt eines nichtmetallischen Werkstoffes, der mindestens zwei Füge­teile durch Flächenhaftung (Adhäsion) und innere Festigkeit (Kohäsion) miteinander verbinden kann [21]. In Abbildung 2.2 sind die Wirkung von Kohäsions- und Adhäsionskräften an technischen Füge­teilo­berflächen dargestellt. Die Adhäsion

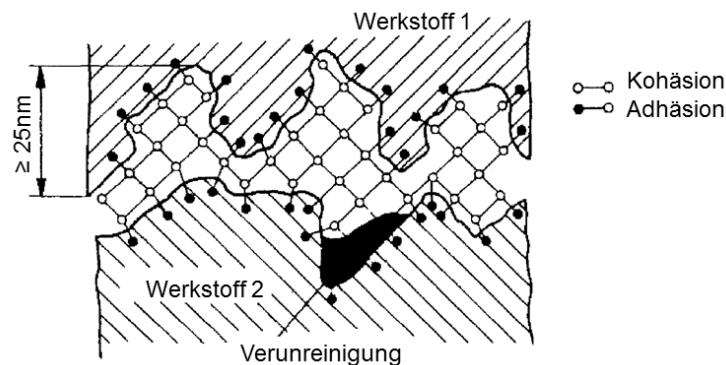


Abbildung 2.2.: Kohäsion und Adhäsion an einer Klebeverbindung, nach [21]

bezeichnet die Haftungskräfte der Moleküle im Grenzbereich von zwei verschiedenen Werkstoffen. Die Kohäsion beschreibt hingegen die inneren Kräfte, die für den Zusammenhalt der Moleküle eines Stoffes verantwortlich sind.

Die Haftung einer Klebung an einer Füge­teilloberfläche kommt durch die folgenden molekularen Anziehungskräfte zustande:

1. Mikromechanische Verzahnung in der Oberflächenrauheit
2. Chemisorption

3. Polare Bindung durch Dipole

4. Diffusion bei Kunststoffen

Der mechanischen Verankerung eines Klebstoffes mit einer technischen Oberfläche wird nur eine untergeordnete Bedeutung zugesprochen. Eine feine Rauheit der Oberfläche ist aber dennoch von Vorteil. Damit die Punkte 2. bis 4. wirken, müssen die Klebstoffmoleküle sehr nah an die Fügeiteiloberfläche herankommen und sich ausrichten können. Dafür muss der Klebstoff in der flüssigen Phase vorliegen. Zudem sind saubere Oberflächen und eine gute Vorbereitung der Klebflächen erforderlich. Für die innere Festigkeit der Verklebung sind zwischenmolekulare Anziehungskräfte und die Verklammerung und Vernetzung der Polymermoleküle verantwortlich. Die Dicke der Klebschicht hat einen entscheidenden Einfluss auf deren Festigkeit. Eine zu dünne Klebschicht kann Wärmedehnungen nicht ausgleichen oder Spannungsspitzen nicht durch Fließen abbauen. Eine zu dicke Klebschicht kann wiederum zum Kriechen neigen. Die Festigkeit von Klebverbindungen ist schwächer als die Festigkeit metallischer Verbindungen, welche beim Löten oder Schweißen der Festigkeit des Grundwerkstoffes nahe kommen. Klebungen erfordern deshalb großflächige Verbindungen, wobei Querschnittsschwächungen, wie Bohrungen, nicht erforderlich sind. Klebeverbindungen haben außerdem den Vorteil, dass fast alle Materialien miteinander verklebt werden können. Es gibt keinen oder nur einen geringen Wärmeeintrag beim Aushärten und Werkstoffeigenschaften werden somit nicht ungünstig beeinflusst [18, 21].

2.2.1. Einteilung der Klebstoffe

Klebstoffe können unter anderem nach ihrer chemischen Basis oder nach ihrem Abbinde-mechanismus unterschieden werden. Die Einteilung nach letzterem Gesichtspunkt ist am sinnvollsten, da hier veranschaulicht wird, auf welche Weise die Klebstoffe aushärten, beziehungsweise Adhäsion und Kohäsion aufbauen. In [Abbildung 2.3](#) sind die Klebstoffe in chemisch reagierende, physikalisch abbindende und reaktive Schmelzklebstoffe unterteilt. Bei chemisch reagierenden Systemen gehen Monomere oder Prepolymere eine zeit- und temperaturabhängige Reaktion ein, bei der ein Polymer entsteht. In der Regel gibt es zwei Reaktionspartner, die miteinander gemischt werden. Alternativ wird eine für die Reaktion erforderliche Komponente bei der Applikation in der Klebfuge vorgefunden, z.B. Feuchtigkeit. Bei physikalisch ab-

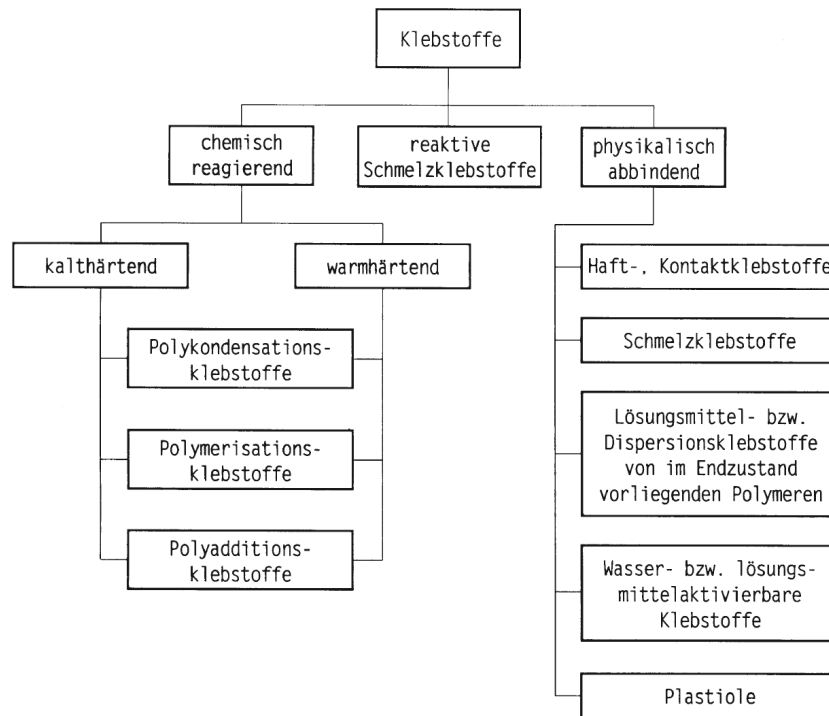


Abbildung 2.3.: Einteilung der Klebstoffe, aus [18]

bindenden Systemen liegt die Polymerverbindung schon in ihrem Endzustand vor. Diese Systeme bestehen also grundsätzlich nur aus einer Komponente und es kommt zu keiner chemischen Reaktion. Das Polymer wird durch Zugabe von Lösemittelsystemen oder erhöhter Temperatur in einen benetzungsfähigen Zustand gebracht. Vereinzelt können die adhäsiven Kräfte auch durch eine Druckanwendung ausgebildet werden. Die reaktiven Schmelzklebstoffe bilden eine Kombination der beiden anderen Abbindemechanismen. Die Applikation erfolgt dann bei erhöhter Temperatur, nach der Abkühlung besitzt die Verbindung bereits eine Handhabungsfestigkeit und die finale Aushärtungsreaktion findet anschließend statt [18].

Im Folgenden wird auf die Gruppe der chemisch reagierenden Polyadditionsklebstoffe näher eingegangen, da in dieser Arbeit Klebstoff- und Matrixsysteme auf Epoxidharzbasis verwendet wurden.

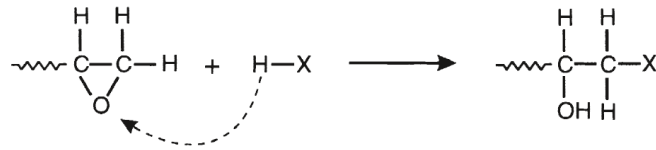


Abbildung 2.5.: Schema der Vernetzungsreaktion von Epoxidharzklebstoffen mit Positionswechsel eines Wasserstoffatoms, aus [18]

der Weise von der Beweglichkeit des Wasserstoffatoms ab, welches umgelagert wird. Die Beweglichkeit wird wiederum von den Bindungsverhältnissen der funktionellen Molekülgruppe bestimmt. Durch Auswahl der neben dem Epoxidharz beteiligten Verbindung kann nun ein schnell oder langsam ablaufendes Reaktionssystem eingestellt werden. Die Topfzeit eines Klebstoffes ist dafür ein bezeichnender Begriff. Sie gibt die Verarbeitungszeit an, welche meist als die Zeit definiert ist, in der sich die Viskosität des zu verarbeitenden Klebstoffes verdoppelt [18].

2.2.4. Typische Vertreter der Epoxidharzklebstoffe

Bei kalthärtenden Epoxidharzklebstoffen werden meist primäre und sekundäre Amine als zweite Komponente verwendet. Damit lassen sich reaktive Systeme mit kleinen Topfzeiten realisieren. Für warmhärtende Systeme werden unter anderem hochschmelzende Amine verwendet. Diese sind bei Raumtemperatur reaktionsträge (lange Topfzeiten) und benötigen hohe Temperaturen¹ für die Vernetzungsreaktion. Die höhere Klebfestigkeit bei warmaushärtenden Systemen ist unter anderem dadurch bedingt, dass sich die OH-Gruppe der Epoxidkomponente erst bei Temperaturen oberhalb von ca. 65°C an der Ausbildung von Reaktionen beteiligt, was zu höheren Vernetzungen und damit zu höheren Festigkeiten führt.

Epoxidharzklebstoffe können als Ein- und Zweikomponentensysteme verarbeitet werden. Einkomponentensysteme werden bereits beim Klebstoffhersteller aus beiden Komponenten gemischt. Damit können Dosierungsfehler bei der Anwendung ausgeschlossen werden, allerdings haben diese Systeme eine begrenzte Haltbarkeitszeit und müssen wegen der autokatalytisch ablaufenden Vernetzungsreaktion kühl gela-

¹im Bereich 60 °C bis 180 °C

gert werden. Zweikomponentensysteme müssen vom Anwender in einem genau definierten Massenverhältnis zur Reaktion gebracht werden. Bei zu großen Abweichungen kann die Reaktion aufgrund von fehlenden Reaktionspartnern nicht vollständig ablaufen, was sich negativ auf die Festigkeit der Klebschicht auswirkt.

Eine Sonderstellung nehmen die reaktiven Epoxidharzschmelzklebstoffe ein, sie sind eine Weiterentwicklung der herkömmlichen thermoplastischen Schmelzklebstoffe. Als B-Stufen Epoxidharze werden Systeme bezeichnet, bei denen die Polyaddition zunächst nur mit einem geringen Vernetzungsgrad erfolgt ist. In diesem Zustand sind sie noch schmelzbar. Nach der Applikation werden sie durch eine weitere Vernetzungsreaktion von dem thermoplastischen in einen duromeren Zustand überführt. Verwendet werden diese unter anderem unter der Bezeichnung Prepreg² als vorimprägnierte Faserhalbzeuge.

Ausgehärtete Epoxidharzklebstoffe gehören zu der Gruppe der Duromere. Dies sind räumlich eng vernetzte Makromoleküle, deren Polymerstruktur kein gegenseitiges Verschieben der Moleküle zulässt, sie sind nicht schmelzbar oder quellbar. Die Duromere weisen hohe Kohäsionsfestigkeiten auf, die je nach Art der Ausgangsmonomere eher elastische oder spröde Eigenschaften aufweisen. Epoxidharzklebstoffe besitzen zudem ein sehr gutes Adhäsionsvermögen gegenüber den meisten Substratwerkstoffen [18].

2.2.5. Zugscherversuche für Klebproben nach DIN EN 1465

Für die direkte Messung der Festigkeit einer Verklebung existieren zahlreiche Verfahren von zerstörenden Prüfungen. In dieser Arbeit wurde die Zugscherfestigkeit nach der DIN EN 1465 [22] - *Bestimmung der Zugscherfestigkeit von Überlappungsklebung* - bestimmt. Die Norm sieht vor, zwei in ihren Abmessungen definierte Fügeiteile einfach überlappend miteinander zu verkleben. Während der Prüfung findet eine quasistatische Zugscherbeanspruchung statt. Der resultierende Gesamtspannungszustand der Klebung besteht aus

- Schubspannungen parallel zur Klebfläche, durch die angreifenden Kräfte;

²Prepeg, engl.: *preimpregnated sheet material*, siehe auch Abschnitt 2.3.2

- Schub- und Zugspannungen parallel zur Klebfläche, durch die Fügeiteildehnung und
- Zugspannungen senkrecht zur Klebfläche, verursacht durch das Biegemoment.

Somit erfolgt weitestgehend eine Anlehnung an industrielle Bauteilverklebungen, da einschnittig überlappende Klebefugegeometrien überwiegend angewendet werden [18]. Zudem kann die Anwendung dieser Richtlinie aus fertigungstechnischer und wirtschaftlicher Sicht für diese Arbeit als sinnvoll erachtet werden.

2.2.6. Bruchflächenanalyse von Klebungen nach DIN EN ISO 10365

Die Beurteilung der Bruchflächen nach DIN EN ISO 10365 [30] gibt Aufschluss über das Vorhandensein von Adhäsionskräften nach einer zerstörenden Prüfung einer Verklebung und stellt somit eine Ergänzung zu quantitativ gemessenen Werten dar. Die Bruchbilder sind in Abbildung 2.6 den normgerechten Bezeichnungen zugeordnet. Ein



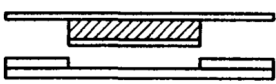
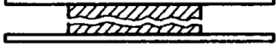
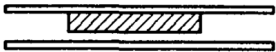
	Bruchbilder	Bezeichnung
Fügeiteil		Fügeiteilbruch
		Kohäsives Fügeiteilversagen
		Delaminierbruch
Klebstoff		Kohäsionsbruch
		Adhäsionsbruch

Abbildung 2.6.: Bezeichnung der wichtigsten Bruchbilder, nach DIN EN ISO 10365 [30]

Adhäsionsbruch ist demnach ein Bruch einer Klebung in der Grenzfläche zwischen dem Klebstoff und dem Fügeiteil, wobei die Fügeiteiloberfläche unbeschädigt bleibt.

Diese Bruchart ist somit ein Zeichen für unzureichend ausgeprägte Adhäsionskräfte. Mögliche Gründe können hier Rückstände von Öl, Fett, Staub oder Trennmitteln sein (siehe Abbildung 2.2), sowie eine zu geringe Oberflächenenergie der Fügeflächen. Abhilfe kann hier eine Steigerung der Reinigungs- oder Vorbehandlungsintensität schaffen.

Ein Kohäsionsbruch hingegen ist ein Bruch einer Klebung im Klebstoff oder in einem der Fügebauteile. Die Adhäsion der Klebung ist hierbei ausreichend ausgeprägt, sodass die Kohäsionsfestigkeit der angrenzenden Schichten zuerst versagt. Ein Kohäsionsbruch ist damit eine Versagensform, die bei der Auslegung der Vorbehandlung anzustreben ist.

2.3. Faserverstärkte Kunststoffe

Die Kombinationsmöglichkeiten von Verstärkungsfasern und Matrixwerkstoffen, in denen diese eingebettet sind, sind sehr vielfältig. In einem faserverstärkten Kunststoffbauteil nimmt die Verstärkungsfasern die einwirkenden Kräfte auf. Die Kunststoffmatrix fixiert die Verstärkungsfasern und schützt sie vor Umwelteinflüssen. Die Fasern werden mit einem Harz benetzt und härten anschließend in einer Form aus. Der Werkstoffzustand des duromeren Kunststoffes entsteht dabei erst nach der Aushärtungsreaktion. In dieser Arbeit sind lediglich die kohlefaserverstärkten Epoxidharzmatrixwerkstoffe (EP-CFK) aus dem Teilbereich der Verstärkungsfasern mit organischer Basis und der duromeren Matrixsysteme interessant. Die folgenden Inhalte erheben keinen Anspruch auf Vollständigkeit, sie sollen lediglich das nötige Hintergrundwissen vermitteln, um die Inhalte dieser Arbeit verstehen zu können.

2.3.1. Faserhalbzeuge

Bei hochbeanspruchten faserverstärkten Kunststoffbauteilen werden fast ausschließlich Endlosfasern eingesetzt. Die Fasern erstrecken sich also von einem Bauteilende zum anderen. Es gibt nur wenige Fertigungsverfahren bei denen sich die Fasern in der gewünschten Orientierung verlegen lassen. Für flächige Bauteile bietet es sich meist aus Gründen der raschen Verarbeitung und der einfachen Handhabung an, flächige textile Halbzeuge zu verwenden. Gewebe haben den Vorteil, dass gleich zwei rechtwinklige Faserrichtungen (Kette und Schuss) in einem Schritt aufgelegt werden

können. Mit unterschiedlichen Fasermengen in Kett- und Schussfäden kann die Gewebekonstruktion an richtungsabhängige Lastverhältnisse angepasst werden. Zwei der gebräuchlichsten Gewebearbindungen sind in Abbildung 2.7 dargestellt. Bei der Kör-

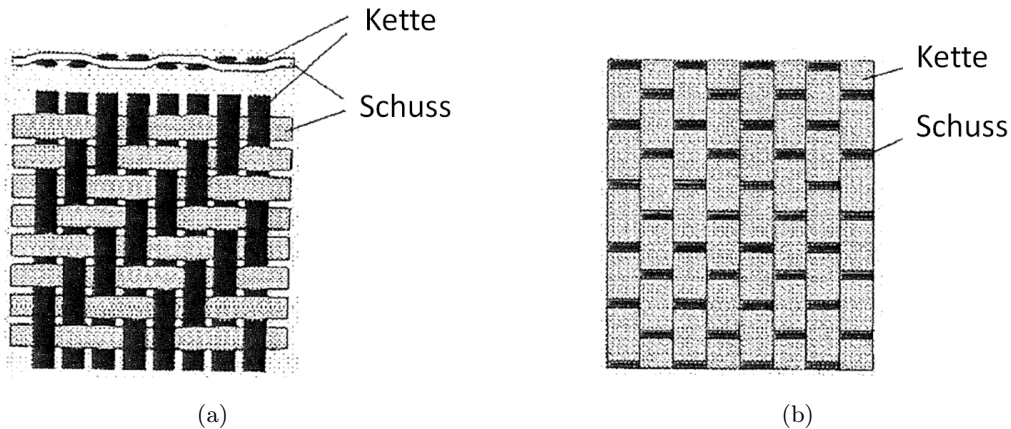


Abbildung 2.7.: Gebräuchliche Gewebearbindungen von Faserhalbzeugen, aus [23]: (a) Körperbindung und (b) Kettstarkes (unidirektionales) Gewebe

perbindung verlaufen die Schussfäden meist über zwei Kettfäden. Im Gegensatz zu den kettstarken Geweben sind die erreichbaren Faservolumengehalte und Steifigkeiten geringer. Dafür verziehen sie sich nicht so leicht beim Einlegen und sind (in gewissen Grenzen) über gewölbte Formteile drapierbar, ohne Falten zu werfen. Kettstarke Gewebe kommen dem Idealfall der gestreckten und unidirektionalen Faserausrichtung sehr nahe. Etwa 90 % der Fasern sind unidirektional ausgerichtet. Diese werden von wenigen Schussfäden in Position gehalten.

2.3.2. Prepreg

Prepreg ist oft das Ausgangsmaterial für die Herstellung von hochfesten Konstruktionsbauteilen. Der Begriff ist abgeleitet von *preimpregnated sheet material*, also im Fall dieser Arbeit von Kohlefaserflächenhalbzeugen, die mit einer Epoxid-Reaktionsharzmasse imprägniert sind. Bei dem Imprägnierprozess befindet sich die reaktive Epoxidharzmischung in einem Zustand A, der eine niedrige bis mittlere Viskosität aufweist. Anschließend wird das Harz in einen Zustand B mit mittlerer bis hoher Viskosität überführt. Das Harz weist jetzt nur noch eine geringe Klebrigkeit auf und

kann problemlos transportiert und weiterverarbeitet werden. Durch Wärmezufuhr und Formgebung, meist durch Druck und das Formwerkzeug, wird das niedermolekulare und noch schmelzbare Harz in seinen Endzustand überführt. In diesem un-schmelzbaren und hochmolekularen Zustand C befindet sich der Werkstoff in dem stabilen Endzustand eines Duromers.

2.3.3. Trennmittel

Trennmittel sind Produkte, welche zum Auslösen von ausgehärteten Formteilen aus metallischen Werkzeugformen dienen. Besonders in einem niedermolekularen Zustand haben sie haftungshemmende Eigenschaften und können schichtartig auf Formwerkzeuge aufgetragen werden. Die wichtigsten Vertreter von Trennmitteln basieren auf wachsartigen Polymeren, höheren Fettalkoholen, Fettsäureestern oder den Silikonen, auf welche in dieser Arbeit ein besonderes Augenmerk gelgt wird [18].

Silikon-Trennmittel basieren in ihrem Grundaufbau auf räumlich vernetzten Dimethylpolysiloxanen, siehe Abbildung 2.8. Durch die geringe molekulare Eigenbewegung und die unpolare Dimethylsilylgruppe zeigen sie nur sehr geringe Wechselwirkungen mit anderen Materialien. Die Dimethylpolysiloxane haben die Eigenschaft, dass sich die polaren Siloxygruppen dem Substrat zuwenden, auf dem sie beschichtet sind. Die unpolaren Dimethylsilylgruppen sind der Substratoberfläche abgewandt. Aufgrund der chemischen und physikalischen Passivität und des unpolaren Charakters besitzt diese Substanz eine sehr geringe Oberflächenenergie. Damit lässt sich auch das geringe Benetzungsvermögen einer solchen Beschichtung erklären [18].

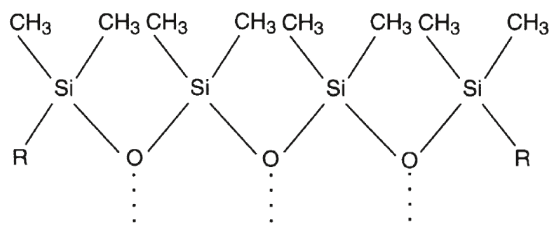


Abbildung 2.8.: Chemischer Aufbau von Dimethylpolysiloxan, aus [18]

Bei der Aushärtung eines Formteils können Trennmittel als Rückstände auf dessen

Oberfläche übertragen werden. Das Vorhandensein von Trennmittelrückständen ist ein wichtiger Faktor, der die Qualität einer Klebung beeinflusst. Auf der einen Seite begünstigen sie das Auslösen von Formteilen, aber auf der anderen Seite wirken sie sich negativ auf nachfolgende Kleb- oder Lackiervorgänge aus. Mittels Oberflächenbehandlungsmethoden, wie Atmosphärendruckplasma, lassen sich Trennmittelrückstände zum Teil entfernen oder in ihrer antihaftenden Wirkung begrenzen, um so Adhäsionsproblemen vorzubeugen. Weitere Methoden finden sich in Anhang A aufgelistet. Je nach Konzentration und Schichtdicke des Trennmittels kann die Behandlungsintensität der Vorbehandlungsmethode auf die Bedürfnisse des Substrates und des Prozesses angepasst werden.

2.4. Oberflächenanalysen

Unter diesem Abschnitte werden zerstörungsfreie Analysemöglichkeiten vorgestellt, die in dieser Arbeit angewendet wurden.

2.4.1. Digitalmikroskopie

Die Digitalmikroskopie ist ein Teilgebiet der Lichtmikroskopie und ein etabliertes Werkzeug in der Durchführung von Oberflächenanalysen. Im Gegensatz zur traditionellen Lichtmikroskopie entfällt die Betrachtung durch ein Okular. Die Probenoberfläche wird vergrößert und im Mikrometerbereich aufgelöst und aufbereitet. Die Darstellung erfolgt in Echtzeit auf einem Bildschirm und kann betrachtet und ausgewertet werden. Zudem kann das Bild digital abgespeichert werden. Die Digitalmikroskopie bietet zusätzlich die Möglichkeit dreidimensionale Oberflächentopografien darzustellen und Höhendaten zu messen [24].

2.4.2. Kontaktwinkel und Benetzung

Die Benetzbarkeit einer Oberfläche ist eine notwendige Voraussetzung für die Ausbildung von Adhäsionskräften zwischen Klebstoff und Füge teil. Das Benetzungsverhalten der festen Oberfläche eines Füge teils lässt sich mit der Bestimmung des Kontaktwinkels α an einem Tropfen untersuchen. Optimale bis ausreichende Benetzungsverhältnisse liegen bei $\alpha \leq 30^\circ$ vor. Abbildung 2.9 zeigt den Zusammenhang zwischen Kontaktwinkel und Benetzungsverhalten von Klebstoffen. In Abbildung 2.10 ist ein

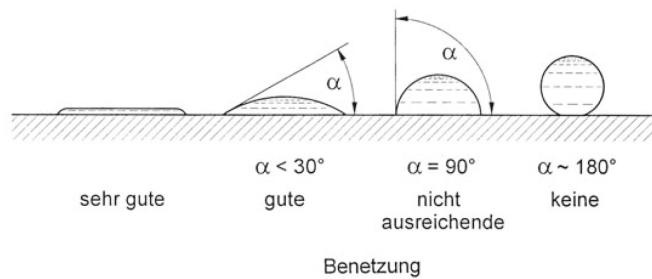


Abbildung 2.9.: Benetzungsverhalten von Klebstoffen auf Fügeflächen, aus [25]

liegender Tropfen auf einer Polymeroberfläche mit einem Kräftegleichgewicht dargestellt. Die Komponenten setzen sich aus der Oberflächenenergie des Festkörpers σ_s , der Oberflächenspannung der Flüssigkeit σ_l und der Grenzflächenenergie zwischen Festkörper und Flüssigkeit σ_{sl} zusammen. Ein Flüssigkeitstropfen hat mit seiner nach

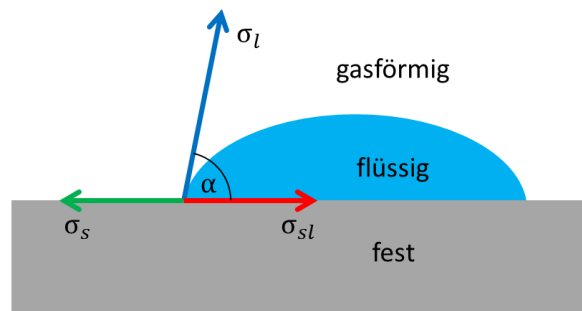


Abbildung 2.10.: Liegender Tropfen auf einer Polymeroberfläche mit Kräftegleichgewicht und den entsprechenden Komponenten, nach [19]

innen gerichteten Kohäsionskraft das Bestreben, eine möglichst kleine Oberfläche auszubilden. Eine Kugel ist der Körper mit der kleinsten Oberfläche. Die mechanische Arbeit, die notwendig ist, um die ausgebildete Kontaktfläche zwischen Festkörper und Flüssigkeit um eine Flächeneinheit zu vergrößern, ist gleich der spezifischen freien Oberflächenenergie [18]. Die Gleichung nach Young 2.2 stellt einen Zusammenhang zwischen dem Kontaktwinkel α und dem Verhältnis der Oberflächenspannung der flüssigen und der festen Phase dar.

$$\sigma_s = \sigma_{sl} + \sigma_l \cdot \cos \alpha \quad (2.2)$$

Nach experimenteller Bestimmung von α und Kenntnis von σ_l lässt sich die Differenz ($\sigma_s - \sigma_{sl}$) berechnen, welche als Benetzungsspannung bezeichnet wird [26].

Für weitere Betrachtungen kann die Oberflächenenergie als messbare Größe für die molekularen Bindungskräfte an der Oberfläche angesehen werden. In Gleichung 2.3 ist gezeigt, dass sich die Oberflächenenergie σ aus einem polaren σ_p und einem dispersen Anteil σ_d zusammensetzt:

$$\sigma = \sigma_p + \sigma_d. \quad (2.3)$$

Die Aufteilung erlaubt eine Abschätzung der Effektivität einer Oberflächenaktivierung. Diese hat das Ziel, polare Gruppen in eine Polymeroberfläche einzubauen. Nach [19] lässt sich die Zunahme des polaren Anteils der Oberflächenenergie bei Polymeren mit einer Zunahme von elektronegativen, sauerstoffhaltigen, funktionellen Gruppen in deren Oberfläche erklären. Diese können während eines Aktivierungsprozesses in die Molekülketten der Grenzschicht eingebaut werden. Außerdem ist der polare Anteil der Oberflächenenergie entscheidend für die Haftfestigkeit einer Polymeroberfläche.

Die Oberflächenenergie kann mit Kontaktwinkelmessgeräten³ untersucht werden. Mit unterschiedlichen Messflüssigkeiten werden die polaren und dispersen Anteile erfasst. Als Flüssigkeitsmedien werden meist Wasser als polare Substanz und Dijodmethan als wenig polare Substanz eingesetzt [19]. Es gibt statische und dynamische Messungen. Bei der statischen Messung wird der Tropfen auf der Oberfläche abgesetzt und die Spritze verlässt den Topfen. Bei der dynamischen Kontaktwinkelmessung verbleibt die Spritze im Tropfen. Dabei können grenzflächenenergetische Vorgänge während der Be- und Entnetzung einer Oberfläche untersucht werden [18]. Der Kontaktwinkel und auch die Oberflächenenergien werden hierbei programmgesteuert vermessen. Eine preiswerte Alternative zur Bewertung der Oberflächenenergie bietet die Verwendung von Testtinten. Diese sind kalibriert auf bestimmte Oberflächenenergien und ermöglichen eine einfache Handhabung [19].

³wie dem *Drop Shape Analyser - DSA100* von der Firma *Krüss* [27]

2.4.3. Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS)

Die Röntgenphotoelektronenspektroskopie⁴ ist eine etablierte Oberflächenuntersuchungsmethode, mit der die chemische Zusammensetzung der Oberfläche eines Festkörpers zerstörungsfrei bestimmt werden kann [28]. Das XPS-Spektrum wird durch das Einstrahlen von Röntgenstrahlung in die Oberfläche, meist bei einer Anregungsenergie von 100 eV bis 5 keV [29], erzeugt. Gleichzeitig erfolgt die Messung der kinetischen Energie der herausgelösten Elektronen. Die Informationstiefe entspricht der Ausdringtiefe der ungestreuten Elektronen und beträgt etwa 1 nm bis 10 nm. Über die Energien und Intensitäten der Photoelektronen können die Elemente auf der Oberfläche identifiziert und quantifiziert werden. Wasserstoff und Helium können wegen ihrer geringen Wirkungsquerschnitte nicht nachgewiesen werden⁵ [28]. Die wesentlichen Instrumente einer XPS-Anlage sind eine Röntgenquelle, ein Elektronendetektor und eine Ultrahochvakuumkammer [29].

In einem vereinfachten Modell erfolgt der Prozess der Photoemission in den folgenden drei Schritten:

1. Anregung eines Elektrons durch ein Photon
2. Transport des angeregten Elektrons zur Oberfläche
3. Austritt des Photoelektrons aus der Oberfläche

In Abbildung 2.11 ist dargestellt, wie ein Atom ein Photon aus einem Röntgenstrahl aufnimmt und ein Elektron aus einem kernnahen Atomorbital⁶ angeregt wird. Die kinetische Energie (E_K) hängt von der Energie der Röntgenstrahlung (E_R) und der Bindungsenergie (E_B), also der Energie, die gebraucht wird, um ein Elektron aus einem Atom zu entfernen, ab. Die folgende Gleichung beschreibt diesen Prozess:

$$E_K = E_R - E_B \quad (2.4)$$

⁴engl.: *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS)

⁵Bei Wasserstoff befindet sich das Elektron in Bindung, Helium als Edelgas geht mit Feststoffen keine Verbindung ein.

⁶Ein Orbital ist ein quantenmechanisches Modell zur Beschreibung des energetischen Zustands von Elektronen.

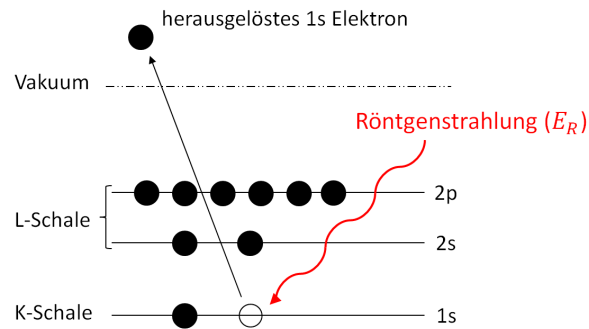


Abbildung 2.11.: Der Photoemissionseffekt einer XPS-Oberflächenanalyse. Die Kreise und Linien symbolisieren Elektronen auf den Atomorbitalen einer zu analysierenden Probe, nach [28, 29]

Durch die Messung der kinetischen Energie der abgegebenen Elektronen ist es möglich, die Elemente in der Oberfläche des Probenmaterials, den chemischen Zustand und die Bindungsenergie zu bestimmen. Die Bindungsenergie hängt ab von dem Element, aus dem das Elektron herausgelöst wurde, von dem Orbital aus dem das Elektron stammt und von der chemischen Umgebung [28, 29].

Kapitel 3.

Oberflächenanalysen

3.1. Experimenteller Aufbau und Versuchsplanung

3.1.1. Atmosphärendruck-Plasmagerät

Die Plasmaquelle, welche für die Experimente verwendet wurde, ist das Atmosphärendruck-Plasmagerät *Atomflo 400S*¹ von der Firma *Surfx Technologies* [31]. Das Gerät arbeitet mit einer Radiofrequenz (RF) von 100 bis 200 W Leistung. Die Prozessgase sind Helium als Trägergas mit einer Flussgeschwindigkeit von 30 l/min und Sauerstoff als reaktives Gas mit einer Flussgeschwindigkeit, die von der eingestellten Leistung abhängt. In Anhang D ist eine Bedienungsanleitung des Gerätes mit den einzustellenden Parametern zu finden. Eine 50 mm breite Plasmadüse am Kopf des Gerätes ermöglicht eine flexible Handhabung für die Plasmabehandlung von Bauteiloberflächen.

3.1.2. Lineartisch

Der Aufbau des Lineartisches ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Die Basis bildet ein Trägerrahmen aus Aluminiumprofilen der Firma *Rose+Krieger* mit einem Querschnitt von 50 mm mal 50 mm. Es wurden Halteplatten konstruiert, welche die *IGUS*-Verfahreinheit in einer horizontalen Position ausrichten. Der Plasmakopf ist an dem Verfahrtisch montiert und ist somit eindimensional entlang des Rahmens in Geschwindigkeiten von 10 mm/s bis 100 mm/s bewegbar. Über ein Plattensystem an dem Verfahrtisch kann der Plasmakopf stufenlos in der Höhe justiert werden und ist über eine Länge von 400 mm verfahrbar.

¹Eine Broschüre des Plasmagerätes ist in Anhang D zu finden.

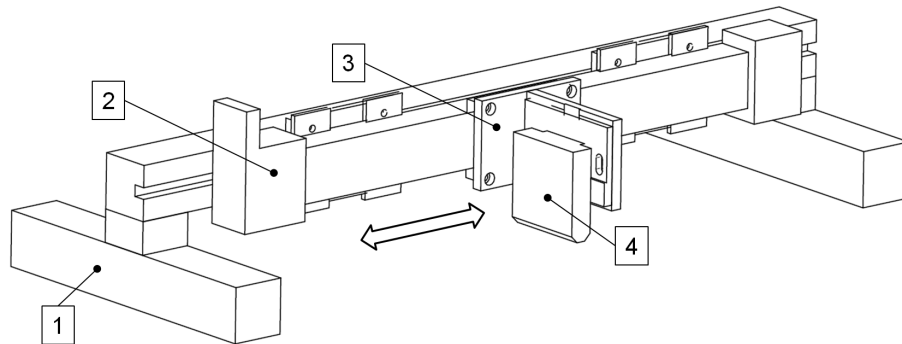


Abbildung 3.1.: Lineartisch mit Trägerrahmen (1) und Verfahrinheit (2) mit den Abmessungen 750 mm Länge, 350 mm Breite und 300 mm Höhe. Eine eindimensionale Bewegung des Verfahrtes (3) und des Plasmakopfes (4) ist entlang des Pfeils möglich

3.1.3. Mikroskopischer Aufbau

Für die Untersuchungen der Kontaktwinkel wurde das Digitalmikroskop VHX-5000 von der Firma *KEYENCE* verwendet [32]. Als Objektiv kam das Modell *VH-Z20R* mit einem Vergrößerungsbereich von 20x bis 200x zum Einsatz. Dieses Objektiv besitzt eine integrierte ringförmige Lichtquelle. Für die Messung der Wasserkontaktwinkel (WKW) wurde der Aufbau in Abbildung 3.2 verwendet. Die Kamera wurde mithilfe des Drehgelenkes um 90° gekippt. Um die Wassertropfen sichtbar zu machen, wird Licht benötigt, das in das Kameraobjektiv fallen kann. Aus diesem Grund wurde ein Metallwinkel (Position 5) zur Reflexion des Aufflichtes aus der integrierten Lichtquelle benutzt.

3.1.4. CFK-Proben

Die CFK-Proben wurden in Form von Platten von der Firma *Carbon-Werke* geliefert. Die Platten wurden in Schichten aus Kohlefaserprepreg mit Epoxidharzmatrix hergestellt und in einer 900-Tonnen-Pressen bei 180°C ausgehärtet. Für die Lagen auf den Oberflächen wurde Gewebeprepeg in Körperbindung verwendet. Für die inneren Lagen wurde unidirektionales Gewebeprepeg verwendet, welches in den Richtungen 0° und 90° laminiert wurde². Der Hersteller gibt im Mehrschichtverbund einen Faservo-

²In der Abbildung C.1 in Anhang C kommen die inneren Lagen des CFK-Materials zum Vorschein

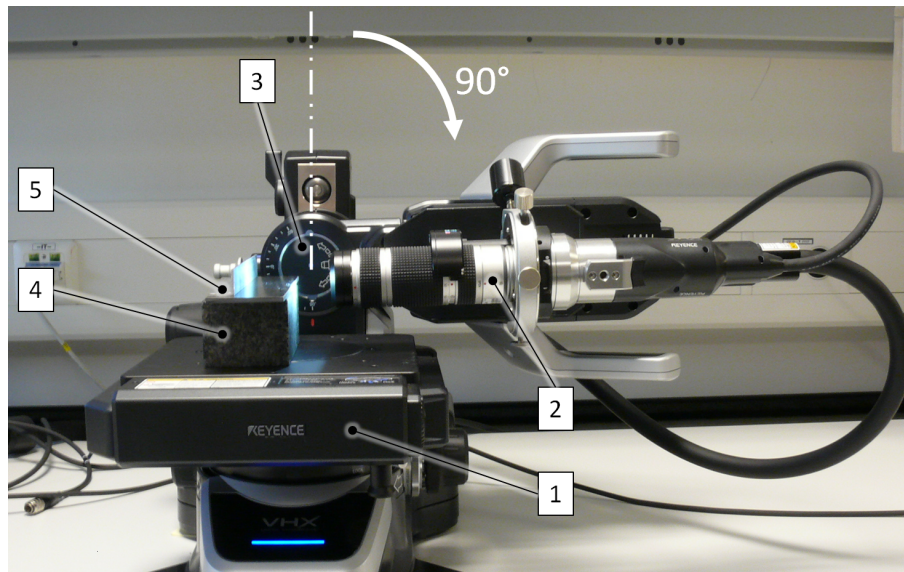


Abbildung 3.2.: Mikroskopischer Aufbau zur Messung des Kontaktwinkels an Wassertropfen. 1: Objektträger; 2: Objektiv und Kamera; 3: Drehgelenk; 4: Distanzstück; 5: Metallwinkel

lumengehalt von 50% und eine richtungsabhängige Zugfestigkeit in Plattenebene von 750 MPa (in 0° und 90°) an [33]. Bei der Herstellung der Platten wurde das Trennmittel *Mikon W64+* verwendet [34]. Dabei handelt es sich um eine siloxanhaltige Substanz [36].

3.2. Messung des statischen Wasserkontaktwinkels

Der Einfluss der Plasmabehandlung auf die Benetzungsfähigkeit einer EP-CFK Oberfläche ist sehr deutlich in Abbildung 3.3 dargestellt. Der Kontaktwinkel für einen $6\ \mu\text{l}$ großen Wassertropfen betrug 62° auf der unbehandelten Oberfläche. Auf einer plasmabehandelten EP-CFK Oberfläche ist eine Reduzierung des Kontaktwinkels um die Hälfte möglich. Im Größenvergleich hat sich die Benetzungsfläche (Projektionsfläche) nach der Plasmabehandlung im Durchmesser von 3,42 mm auf 4,56 mm vergrößert.

Für die weitere Betrachtung soll die Behandlungszeit t_{Beh} pro Längeneinheit in Gleichung 3.1 eingeführt werden. Dabei steht v für die Behandlungsgeschwindigkeit und

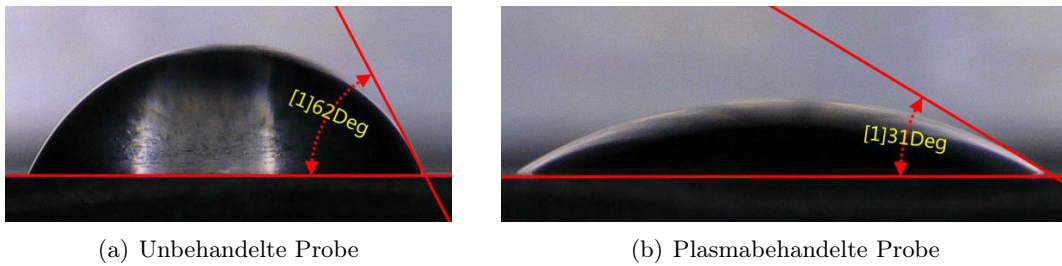


Abbildung 3.3.: Wassertropfen der Größe 6 μl auf EP-CFK Oberfläche mit Messung des Wasserkontaktwinkels

N für die Anzahl der Behandlungsvorgänge. Um eine gleichmäßige Plasmabehandlung zu garantieren, wurden die Proben schmäler als der Plasmastrahl dimensioniert. Die Behandlungszeit stellt die Zeit dar, in der die Probenoberfläche von der Plasmaquelle überfahren wurde:

$$t_{Beh.} = \frac{N}{v} \quad (3.1)$$

Aus dieser Formel ergeben sich folgende Behandlungszeiten in s/mm . Diese sind der Tabelle 3.1 zu entnehmen. Zunächst wurde das oben genannte Probenmaterial

Tabelle 3.1.: Behandlungszeiten der untersuchten Proben in s/mm in Abhängigkeit der Anzahl der Behandlungsvorgänge (Scans) und der Behandlungsgeschwindigkeit

Scans	Behandlungsgeschwindigkeit [mm/s]				
	10	30	50	70	100
1	0,1	0,03	0,02	0,02	0,01
2	0,2	0,06	0,04	0,02	0,02
3	0,3	0,10	0,06	0,02	0,03
4	0,4	0,33	0,08	0,02	0,04

in 37 mm x 37 mm große Stücke geschnitten, mit einem in Isopropanol getränkten Papiertuch gereinigt und mit Plasma behandelt. Hierbei hatte die Probenoberfläche einen Abstand von 4,5 mm zu dem Plasmakopf. Die Leistung der Plasmaquelle wurde auf 180 W eingestellt. Bei den Messungen des Wasserkontaktwinkels (WKW) wurden Tropfen destillierten Wassers von Hand mit einer Pipette³ in 6 μl Größe auf die

³Herrsteller: Eppendorf, Modell: Research plus, Größenbereich: 2 bis 20 μl

Oberfläche aufgebracht. An 4 Tropfen wurden jeweils 8 WKW mithilfe des Digitalmikroskopes gemessen. Dabei wurde das Bild direkt nach dem Absetzen des Tropfens eingefroren, damit die Wasserverdunstung keinen Einfluss auf die Messung hatte. Aus diesen 8 Winkeln wurden Mittelwert und Standardabweichung berechnet, welche in den Diagrammen in den Abbildungen 3.4 und 3.5 als Punkte und Fehlerbalken dargestellt sind.

3.2.1. Einfluss der Behandlungszeit

Der WKW fällt in Abbildung 3.4 von $(62 \pm 5,0)^\circ$ vor der Behandlung auf maximal $(44,5 \pm 3,0)^\circ$ bei 0,014 s/mm Behandlungszeit. Bei allen plasmabehandelten Proben ist somit ein deutlicher Abfall des WKW zu beobachten. Insgesamt ist zusätzlich mit steigenden Behandlungszeiten ein leichter Abfall des WKW zu erkennen. Bei sehr langen Behandlungszeiten von 0,2 s/mm fällt der WKW auf bis zu $(31,3 \pm 2,4)^\circ$.

Einige der Werte sind nicht ganz stimmig. Beispielsweise ist der WKW für längere Behandlungszeiten teilweise größer als für kürzere. Auch die Fehlerbalken schließen diese Bereiche nicht mit ein. Beispielsweise haben zwei WKW bei 0,02 s/mm einen unterschiedlichen Wert. Dies lässt darauf schließen, dass der eigentliche Fehler größer ist als die Standardabweichung, also die Streuung der Messwerte. Der Fehler liegt schätzungsweise bei $\pm 10\%$ des gemittelten WKW. Fehlerquellen sind zum Beispiel Staubreste auf der Probe oder Unebenheiten der Probenoberfläche. Außerdem wurden die Wassertropfen von Hand mit einer Pipette auf der Probenoberfläche positioniert und manuell unter Zuhilfenahme der Messsoftware des verwendeten Mikroskopes vermessen.

3.2.2. Alterung der plasmabehandelten Proben

Diese Untersuchung soll zeigen wie lange die Aktivierung der Oberfläche und die damit verbundenen Benetzungseigenschaften der Oberfläche beständig bleiben. Es wurde eine Alterungsuntersuchung einer plasmabehandelten EP-CFK Probe vorgenommen. Die untersuchte Probe hatte eine Fläche von 37 mm x 150 mm und wurde mit 180 W Leistung, einer Überfahrgeschwindigkeit von 30 mm/s, zwei Überfahrvorgängen (N=2) und 4,5 mm Abstand zur Probe behandelt. In wöchentlichem Abstand wurde der Wasserkontaktwinkel an 6 μ l großen Tropfen gemessen. Dabei wurde der

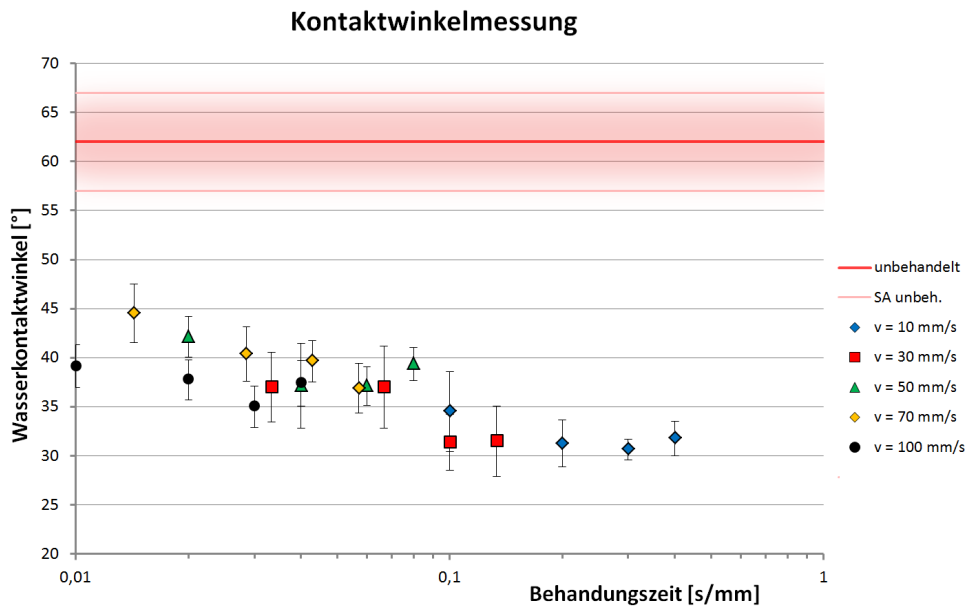


Abbildung 3.4.: Wasserkontaktwinkel von $6 \mu\text{l}$ Wassertropfen auf plasmabehandelten EP-CFK Oberflächen mit unterschiedlicher Behandlungszeit. Der WKW der unbehandelten Oberfläche ist als Referenz mit der Standardabweichung (SA) angegeben. Die x-Achse ist logarithmisch skaliert.

Messbereich in Längsrichtung auf der Probe verschoben, sodass jeder Wassertropfen auf einer zuvor unbenutzten Fläche abgesetzt werden konnte. In der Abbildung 3.5 sind die ermittelten Daten in einem Diagramm als Wasserkontaktwinkel über der Anzahl an Wochen nach der Plasmabehandlung aufgetragen. Die Punkte aus den Messungen liegen in einem Bereich zwischen 41 und 45° und steigen mit der Zeit leicht an. Eine Alterung findet also sehr langsam statt. Eine Lagerung von plasmabehandelten EP-CFK Bauteilen im Zeitbereich von fünf Wochen ist also ohne große Veränderungen der Benetzbarkeit der Oberflächen möglich. Zur Veranschaulichung dieses Anstieges wurde eine Regionsgerade anhand der Punkte berechnet. Die Gleichung der Geraden ist im rechten unteren Rand im Diagramm angegeben. Mithilfe dieser Gleichung kann nun die Zeit abgeschätzt werden, in der der Kontaktwinkel auf den unbehandelten Wert von etwa 62° ansteigt. Wird y gleich 62 gesetzt, erhält man

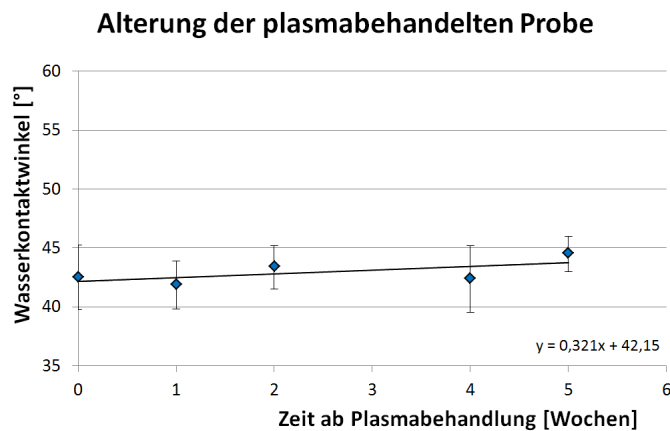


Abbildung 3.5.: Alterungsuntersuchung einer CFK-Probe mithilfe des Wasserkontaktwinkels im Zeitraum bis fünf Wochen nach der Plasmabehandlung

folgenden Ausdruck:

$$62^\circ = y = 0,321(^\circ/\text{Woche})x + 42,154^\circ \quad (3.2)$$

Durch Auflösen nach x und unter der Annahme, dass sich der Anstieg des WKW linear fortsetzt, erhält man die Prognose, dass der Wasserkontaktwinkel der behandelten Probe nach 61,8 Wochen gleich dem Kontaktwinkel der unbehandelten Probe sein wird. Eine Extrapolation mit so wenigen Messwerten auf einen so langen Zeitraum (von etwas über ein Jahr) ist vielleicht nicht sinnvoll, da andere Effekte hier möglicherweise auch eine Rolle spielen.

3.3. XPS-Untersuchung

Für die XPS-Untersuchungen wurden zwei CFK-Proben zum Fraunhofer Institut IFAM⁴ in Bremen gesendet. Zunächst wurden die Proben an einer Diamantkreissäge auf 10 mm mal 10 mm Größe geschnitten. Danach wurden beide Proben lösemittelgereinigt und eine der Proben wurde plasmabehandelt. Als Plasmaparameter wurden eine Überfahrgeschwindigkeit von 30 mm/s, zwei Überfahrvorgänge, 180 W Leistung

⁴Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung

und 4,5 mm Probenabstand gewählt. Um später vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, ist es wichtig eine sorgfältige Probenvorbereitung zu gewährleisten. So wurden die Proben ausschließlich mit einer lösemittelgereinigten Pinzette berührt. Die Proben wurden in Aluminiumfolie gehüllt und im Briefumschlag nach Bremen gesendet. Aluminiumfolie schafft sehr gute Lagerbedingungen, da diese Folien sehr heiß gegläht werden und somit sehr sauber sind [35]. Da eine ungleichmäßige Kontamination von einem Trennmittel auf der Probenoberfläche vermutet wurde, wurde das IFAM mit der Durchführung von Doppelmessungen an jeder der beiden Proben beauftragt.

3.3.1. Ergebnisse der XPS-Untersuchung

Auf dem Übersichtsspektrum der plasmabehandelten Probe in Abbildung 3.6 sind die Ergebnisse einer Doppelmessung gezeigt. Auf der horizontalen Achse ist die Bindungsenergie in eV nach links dargestellt, vertikal die Zählrate⁵. Es sind drei Peaks⁶ dargestellt, die anhand von Datenbanken den Elementen Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff zugeordnet werden können [37]. Die Elemente wurden anhand ihrer 1s-Photoelektronen zugeordnet, diese stammen jeweils aus dem s-Orbital der K-Schale. Kohlenstoff und Sauerstoff sind in der Polymerstruktur zu finden und der Stickstoffpeak kann einem aminischen Härter zugeordnet werden. Nach jedem Peak in Richtung höherer Bindungsenergien steigt das Hintergrundrauschen jeweils an. Dies liegt an herausgeschlagenen Photoelektronen, die mit anderen Elektronen interagieren und diese ebenfalls heraus schlagen. Durch Abziehen des Hintergrundes kann eine quantitative Aussage zu den Elementen getroffen werden. Diese sind in Tabelle 3.2 für die unbehandelte und die plasmabehandelte Probe aufgelistet. Die Doppelmessungen zeigen sehr ähnliche Werte. Zu erkennen ist ein Anstieg der Sauerstoff- und auch der Stickstoffkonzentration nach der Plasmabehandlung. Der ionisierte Sauerstoff ist das reaktive Gas bei der Plasmabehandlung und reagiert mit der Probenoberfläche. Der Anstieg der Stickstoffkonzentration kann damit erklärt werden, dass der Stickstoff aus der Umgebungsluft durch Verwirbelung an der Plasmadüse auch ionisiert wurde und ebenfalls mit der Probenoberfläche reagieren konnte. Die Kohlenstoffkonzentration hat sich entsprechend verringert.

⁵Zähler pro Sekunde, engl.: *counts per second*

⁶dt.: Ausschlag, Spitze

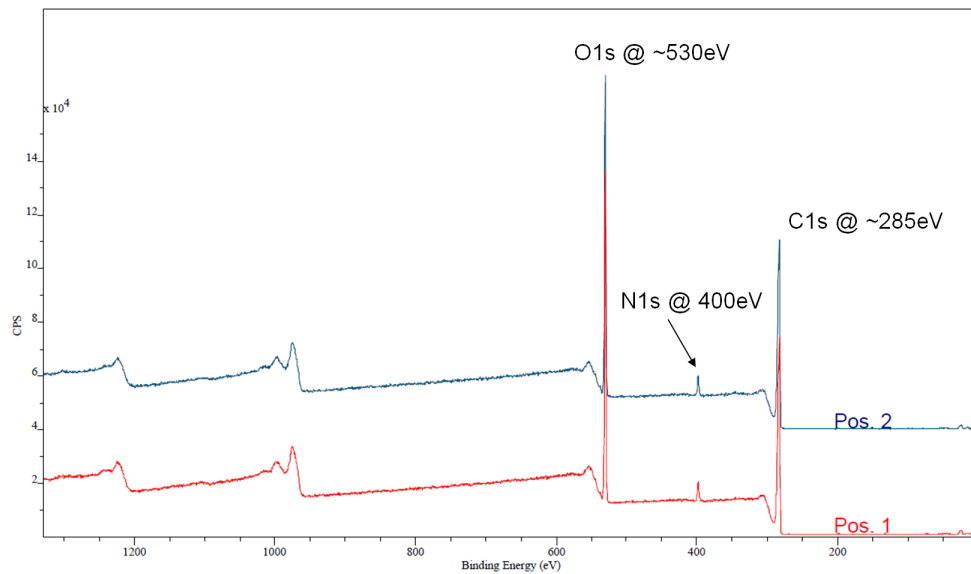


Abbildung 3.6.: Übersichtsspektrum der XPS-Messung der plasmabehandelten EP-CFK Probe

Tabelle 3.2.: XPS-Doppelmessungen an zwei lösemittelgereinigten Proben (Lg), eine der beiden wurde zusätzlich mit Atmosphärendruck-Plasma (ADP) behandelt.

Sample	Sauerstoff [%]	Stickstoff [%]	Kohlenstoff [%]
Lg 1	19.1	0.9	80
Lg 2	19.6	1.3	79.1
Lg 1 + ADP	25.4	3	71.6
Lg 2 + ADP	25.1	2.7	72.2

3.3.2. Untersuchung der C1s-Region

Eine detaillierte Analyse des XPS-Spektrums der C1s-Region vor und nach der Plasmabehandlung ist in Abbildung 3.7 dargestellt. Es zeigt eine typische Verteilung des XPS-C1s-Bindungsenergiespektrums [38]. Es werden die Peaks der funktionalen Gruppen neben dem charakteristischen C1s-Peak sichtbar. Diese Peaks und die jeweiligen Bindungsenergien können wiederum den speziellen funktionalen Gruppen zugeordnet werden. In Tabelle 3.3 ist dieser Zusammenhang und die quantitative Verteilung der funktionalen Gruppen der beiden untersuchten Proben aufgelistet. Es

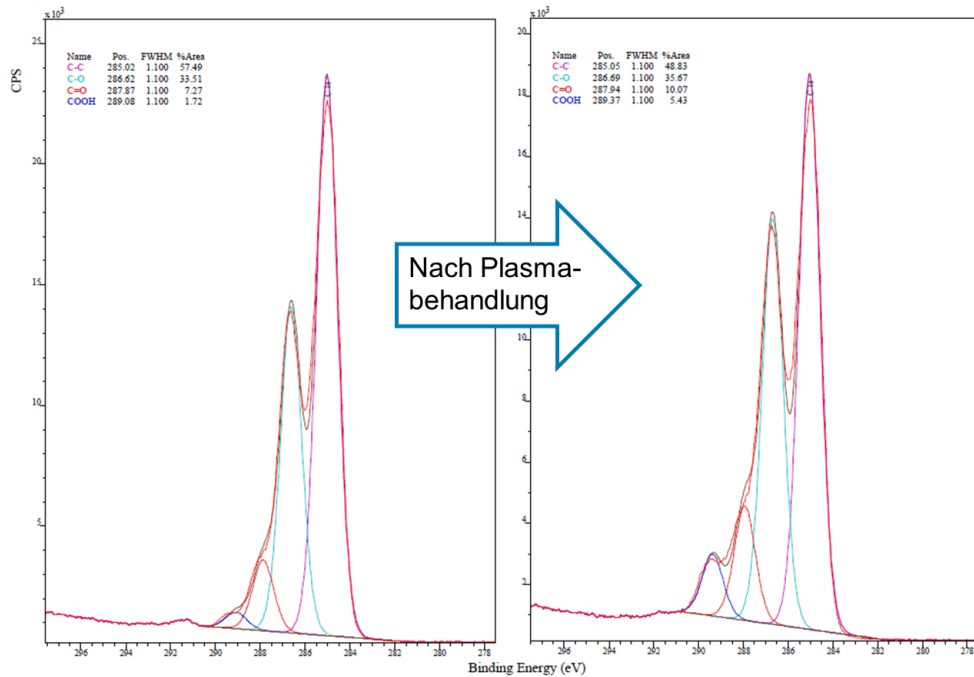


Abbildung 3.7.: XPS-Spektrum der C1s-Region der lösemittelgereinigten (links) und der lösemittelgereinigten und plasmabehandelten Probe (rechts).

Tabelle 3.3.: Ergebnisse der detaillierten Untersuchung des Kohlenstoffpeaks im XPS-Spektrum an der lösemittelgereinigten und der lösemittelgereinigten und plasmabehandelten EP-CFK Probe

Bindungstyp	Position [eV]	Lg [%]	Lg + ADP [%]
C-C	285.0	57.49	48.83
C-O	285.6	33.51	35.67
C=O	287.9	7.27	10.07
COOH	289.2	1.72	5.43

zeigt sich, dass der Anteil an funktionalen Gruppen, in denen Sauerstoff enthalten ist, nach der Plasmabehandlung steigt.

3.3.3. Silizium im XPS-Spektrum

Silizium hat 14 Elektronen, damit sind die K- und L-Schale vollständig besetzt. In der M-Schale, also der äußersten Schale, befinden sich vier Valenzelektronen. Es wird im XPS Spektrum primär anhand der 2p-Photoelektronen der L-Schale nachgewiesen [39]. Abhängig von dem chemischen Zustand verschiebt sich der Ausschlag, wie in Tabelle 3.4 angegeben. Trennmittelverunreinigungen von Siloxanen können im XPS-

Tabelle 3.4.: Position von Siliziumpeaks im XPS-Spektrum, aus [39]

Chemischer Zustand	Bindungsenergie Si2p [eV]
Si (elementar)	99,4
Si- Organik	102,4
Si-O- Anorganik	103,6

Spektrum als Siliziumorganik erkannt werden. Bei einer Plasmabehandlung wechselt die Siliziumbindung von organisch auf anorganisch, was sich in den Positionen der Ausschläge auf dem XPS-Spektrum widerspiegelt [40].

Auf den Proben konnte kein elementares Silizium nachgewiesen werden, da in dem XPS-Spektrum kein Ausschlag in der Umgebung von 99,4 eV sichtbar ist.

3.4. Auswertung der Versuche

Durch die WKW Untersuchung konnte gezeigt werden, dass die Probenoberfläche sehr schnell durch die Plasmabehandlung aktiviert wurde. Die EP-CFK-Oberfläche ist sehr schnell gesättigt mit Sauerstoffatomen aus dem Plasma, welche sich in den Grenzschichtpolymeren anlagern. Es wurde eine Verkleinerung des WKW von $(62,0 \pm 4,9)^\circ$ auf bis zu $(31,3 \pm 2,4)^\circ$ gemessen. Das entspricht einer Reduzierung des WKW um 50 %. Die Benetzungseigenschaften der behandelten Flächen wurden damit erfolgreich verbessert. Zudem ist eine Lagerung der behandelten Bauteilen von fünf Wochen möglich, ohne dass der WKW signifikant ansteigt.

In der Veröffentlichung von P.C. Guschl [41] wird anhand von verschiedenen Polymeren gezeigt, dass ein Abfallen des WKW nach einer Atmosphärendruck-Plasmabehandlung mit einem Anstieg der Oberflächenenergie einhergeht. Da es sich bei

dem Probenmaterial dieser Versuchsreife auch um polymere Oberflächen handelt, kann hier auch von einer Erhöhung der Oberflächenenergie ausgegangen werden. Dies wird auch in den Buch von Lake [19] bestätigt. Demnach ist die Zunahme der Oberflächenenergie mit dem Einbau von sauerstoffhaltigen funktionellen Gruppen in der polymeren Grenzschicht während des Aktivierungsprozesses zu erklären. Der Konzentrationsanstieg von sauerstoffhaltigen funktionalen Gruppen konnte mit der XPS Untersuchung in dieser Arbeit belegt werden.

Erst durch die XPS-Analyse wurde festgestellt, dass sich nach der Reinigung mit Isopropanol keine organischen Silizium-Kontaminationen auf der Probenoberfläche befinden. Silikonhaltige Trennmittelreste werden in einer XPS-Analyse anhand von Silizium nachgewiesen. Die Probenoberfläche kann also als sehr sauber betrachtet werden. Im Datenblatt des Trennmittels [42] wurde ebenfalls eine rückstandsfreie Anwendung angegeben. Von einer Reinigung des Probenmaterials durch den Hersteller ist nichts bekannt.

Laut Lake [19] korreliert der bei einer Plasmabehandlung entstehende Anstieg von sauerstoffhaltigen funktionalen Gruppen mit einer Verbesserung der Haftfestigkeiten von Verklebungen. Da Klebstoffe eine chemische Bindung mit den entstandenen Carbonyl- und Carboxylgruppen eingehen können. Ob dieser Sachverhalt bestätigt werden kann, zeigt sich im folgenden Kapitel.

Kapitel 4.

Bestimmung der Zugfestigkeit von Überlappungsklebungen

4.1. Versuchsaufbau

Nach den oberflächenanalytischen Untersuchungen aus den vorherigen Kapitel sollen nun überlappend geklebte Proben zerstörend im Zugschertest untersucht werden. Im Folgenden werden alle Geräte und Mittel beschrieben, die zur Durchführung der Versuche benötigt werden.

4.1.1. Klebstoff

Für die Untersuchungen wurde der Klebstoff *LOCTITE EA 9396 AERO* der Firma *HENKEL* verwendet. Es handelt sich dabei um einen Zweikomponenten-Epoxidharzklebstoff mit einer aminischen Härterkomponente. Der Klebstoff ist der Gruppe der chemisch aushärtenden Reaktionsklebstoffe mit Additionspolymerisation zuzuordnen. Der Klebstoff wurde als 1 kg-Kit geliefert¹. Alle relevanten Daten des Klebstoffs sind der Tabelle 4.1 zu entnehmen und das gesamte Klebstoffdatenblatt [43] ist in Anhang D zu finden. Der Klebstoff wurde in 15 g Portionen in dem Planetenzentrifugalmischer *ARE-250* der Firma *Thinky* [44] gemischt und entgast. Typische Parameter für den Mischvorgang sind in Tabelle B.1 aufgelistet.

¹Hergestellt in der Charge JH4LAN4745

Tabelle 4.1.: Eigenschaften des Klebstoffs *LOCTITE EA 9396 AERO* im unausgehärteten und ausgehärteten Zustand. Die Scherfestigkeit im ausgehärteten Zustand wurde an säurebehandelten Aluminiumproben gemessen.

Eigenschaften vor der Aushärtung:			
	Part A	Part B	Gemischt
Farbe	Blau	Rot	Dunkelgrün
Inhalt	Harz	Härter	-
Viskosität bei 25°C [Pa s]	70	0.09	3.5
Dichte [g/ml]	1.17	0.98	1.14
Mischungsverhältnis	100	30	-
Topfzeit bei 100 g	-	-	120 min bei 25°C
Scherfestigkeit im ausgehärteten Zustand:			
Test Temperatur	5 d bei 25°C	1 h bei 66°C	30 min bei 82°C
25°C	24.1 MPa	27.6 MPa	27.6 MPa

4.1.2. Klebvorrichtung

Die Klebvorrichtung besteht aus einer spannungsarmgeglühten Aluminiumplatte der Firma *Gleich* [45] in der Stärke 15 mm. Wie in Abbildung 4.1 gezeigt, wurden mehrere Taschen und Freibohrungen an den Ecken gefertigt, um die CFK Zuschnitte reproduzierbar platzieren zu können. Der Steg in der Mitte hat einen Höhenunterschied von 1,7 mm zu der unteren Ebene. Bei einer CFK-Plattendicke von 1,5 mm stellt sich also eine Klebeschichtdicke von 0,2 mm ein². Eine technische Zeichnung der Klebvorrichtung befindet sich in Anhang D. Die Durchgangsbohrungen in der Platte und die Beschichtung mit einem Trennmittel³ sorgen für eine leichte Entformung der verklebten Platten nach der Aushärtung des Klebstoffes. Mithilfe der beiden Griffe kann die Klebvorrichtung leicht transportiert und zum Beispiel in einen Temperofen gestellt werden.

4.1.3. Experimenteller Aufbau

Für die Zugversuche wurde die Prüfmaschine *Universal Test System* der Firma *Zwick Roell* [47] verwendet, diese ist in Abbildung C.2 zu finden. Zwei Einspannklemmen

²als Empfehlung aus der DIN EN 1465 übernommen

³Trennspray von R+G Faserverbundwerkstoffe GmbH [46]

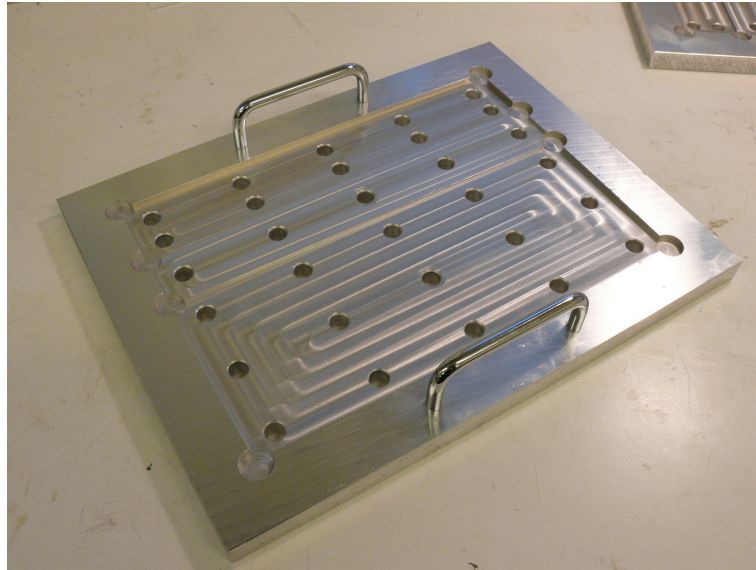


Abbildung 4.1.: Klebvorrichtung zum Verkleben der zugeschnittenen CFK-Platten.

mit Beißkeilen ermöglichen die Einspannung der Proben. Mithilfe von Kraft-Weg-Sensoren werden Signale gemessen und mittels einer Software computertechnisch ausgewertet. Die Kraftmessdose hat einen Nennwert von 100 kN.

4.2. Zugschertestproben

4.2.1. Dimensionierung der Überlappungsklebung

Die Zerreißkraft einer Überlappungsklebung hängt direkt von der Größe der Überlappungsfläche ab. Die Kraftmessdose eines Zugprüfstands hat immer einen bestimmten Nennwert, also eine Kraftgröße für die sie ausgelegt ist. Eine Messung im Bereich von 10 % bis 90 % dieses Nennwertes liefert Ergebnisse mit einem kleinen Fehler. In dem Fall dieser Versuche sollte die Überlappungsklebung also für eine Zerreißkraft im Bereich oberhalb von 10 kN ausgelegt werden, da zudem einer Steigerung der Zugscherfestigkeit nach der Plasmabehandlung erwartet wurde. Anhand der Messung der Zugscherfestigkeit an Vorversuchen wurde eine Überlappungsfläche von 40 mm x 15 mm für die Zugschertestproben festgelegt. Bei einer Aushärtung des Klebstoffes bei Raumtemperatur erreicht dieser laut Datenblatt eine Zugscherfestigkeit von 24,1 MPa. Wird diese mit der Überlappungsfläche multipliziert erhält man die (theo-

retische) Bruchkraft F_B .

$$F_B = 24,1 \text{ MPa} \cdot 600 \text{ mm}^2 = 14,46 \text{ kN} \quad (4.1)$$

Die Bruchkraft liegt somit im geforderten Bereich. Die Kraft wirkt im Zugscherversuch mit σ_{Probe} auf den Querschnitt A_Q der Probe. Sie kann mit der Bruchspannung σ_B , welche die Festigkeit des Probenmaterials ($\sigma_B = 750 \text{ MPa}$, siehe Absatz 3.1.4) darstellt, verglichen werden.

$$\begin{aligned} \sigma_{Probe} &= \frac{F_B}{A_Q} \\ &= \frac{14,46 \text{ kN}}{40 \text{ mm} \cdot 1,5 \text{ mm}} = 241 \text{ MPa} \ll 750 \text{ MPa} = \sigma_B \end{aligned} \quad (4.2)$$

Die Kraft, welche von der Klebeverbindung übertragen werden kann, ist ungefähr dreimal kleiner als die Zugfestigkeit des Probenmaterials. Die Dimensionierung kann somit für die Herstellung der Proben übernommen werden.

4.2.2. Herstellung der Zugschertestproben

Die Zugschertestproben wurden in Anlehnung an die DIN EN 1465 erstellt. Die folgende Aufzählung gibt einen chronologischen Überblick über die Abfolge der Fertigungsschritte zur Herstellung der Zugschertestproben.

1. Vorschneiden der CFK Platten
2. Lösemittelreinigung
3. Plasmabehandlung
4. Verkleben der Zuschnitte
5. Zuschneiden auf finale Probenbreite

In Abbildung 4.2 ist ein Auszug aus der technischen Zeichnung zur Herstellung der vorzufertigenden Platten dargestellt. Es gibt zwei Zuschnittbreiten und alle Zuschnitte sind 250 mm lang. Die Größeren sind 100 mm breit und diese werden später paarweise überlappend verklebt. Die Kleineren sind 40 mm breit und dienen dem Ausgleich des Versatzes durch die Überlappungsklebung. Somit wirkt die aufgebrachte

Kraft bei den Zugscherversuchen in der Klebungsebene. Die durchgezogenen Linien zeigen die spätere Schnittkante, an der die Proben auf ihre finale Breite geschnitten werden. Es wurden immer fünf Proben als ein Probenset erstellt, damit später fünf Messwerte unter den gleichen Randbedingungen aufgezeichnet werden. Das CFK

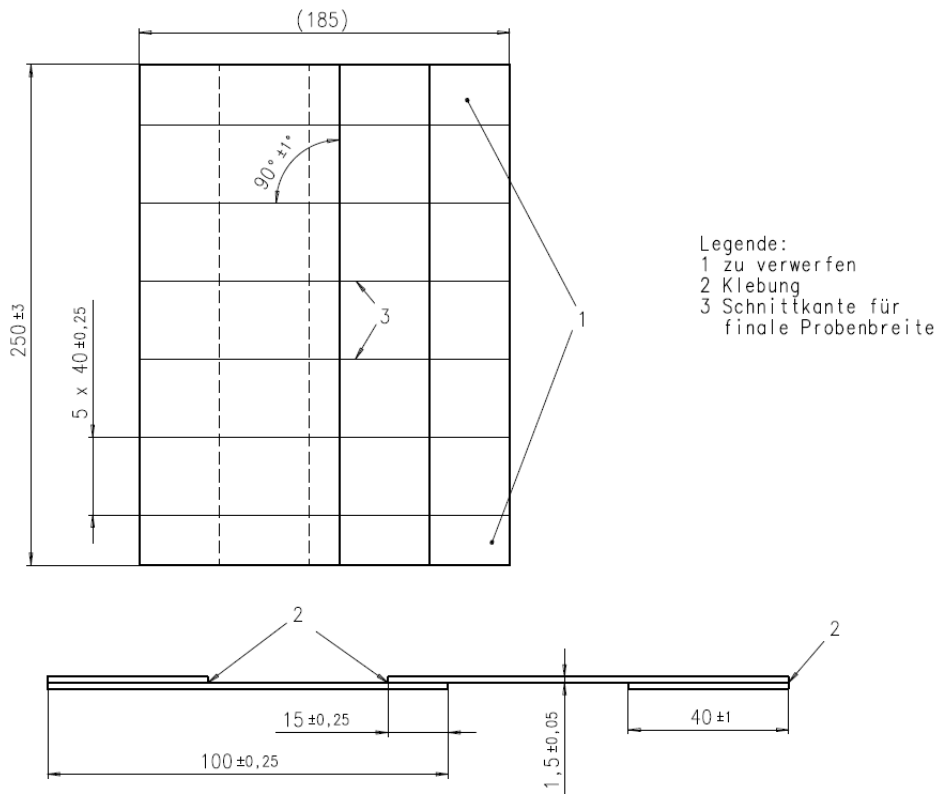


Abbildung 4.2.: Technische Zeichnung zur Herstellung der Zugtestproben

Material wurde in Form von 1,5 mm starken Platten angeliefert. Es erwies sich als geeignet die CFK Platten mit einer Schlagschere auf die Maße 100 mm x 250 mm und 40 mm x 250 mm zu schneiden. Während des Zuschneidens wurden die CFK-Platten ausschließlich mit fussfreien Baumwollhandschuhen berührt. Dieses Vorgehen wird auch in der DIN EN 13887 [48] empfohlen. Anschließend wurden die Zuschnitte stirnseitig mit Sandpapier abgezogen, um einem Verletzungsrisiko durch Splitter entgegenzuwirken. Nun konnten die Zuschnitte lösemittelgereinigt werden, wobei auch der durch die Sandpapierbearbeitung entstandene Staub entfernt wur-

de. Die Proben wurden bei dieser Prozedur ausschließlich mit reinraumgeeigneten Gummihandschuhen berührt und eine zu große Staubentstehung konnte so verhindert werden. Zusätzlich wurden die Zuschnitte mit einem Permanentmarker bezüglich der Behandlungsparameter beschriftet und die Fügefläche markiert. Für den Transport zu dem Plasmagerät wurden die Zuschnitte zum Schutz vor Verunreinigung in frische Papiertücher gehüllt. Bei der Plasmabehandlung wurden die Zuschnitte paarweise mit dem Plasmakopf überfahren. Anschließend wurden sie in Aluminiumfolie eingebettet und in das Kleblabor gebracht. Im Kleblabor wurden die Zuschnitte innerhalb von 24 Stunden nach der Plasmabehandlung verklebt. Für das Verkleben wurde die oben beschriebene Klebvorrichtung verwendet. Die Zuschnitte wurden an den Fügestellen mithilfe eines Pinsels mit dem zuvor gemischten Epoxidharzkleber bestrichen und in die Klebvorrichtung gelegt. Die Außenmaße der Tasche in der Klebvorrichtung sind 260 mm x 185 mm. An der 260 mm Kante sollen die CFK Zuschnitte einseitig anliegen, wohingegen die Zuschnitte beidseitig an der 185 mm Kante anliegen sollen. Somit ist gewährleistet, dass die Zuschnitte von jeweils 100 mm Breite um 15 mm überlappen. Zur Fixierung wurden die Zuschnitte mit Gewichten beschwert, damit sie nicht verrutschen und sich eine gleichmäßige Klebeschichtdicke von 0,2 mm einstellt. Anschließend konnte die Klebung in einem Temperofen für eine Stunde bei 66°C, entsprechend der Spezifikation, aushärten. Dank der Bohrungen in der Werkzeugplatte und der Trennmittelbeschichtung konnten die ausgehärteten Proben ohne Probleme entformt werden. Zuletzt wurden die geklebten Zuschnitte mit einem Diamantkreissägeblatt auf die finale Probenbreite von 40 mm geschnitten.

4.2.3. Parameterwahl für die Plasmabehandlung

Ein Probenet (fünf Proben) wurde immer für einen Vorbehandlungstyp erstellt. Zunächst wurden Referenzproben angefertigt, welche nicht plasmabehandelt wurden. Dazu zählt ein Probenet, das lediglich lösemittelgereinigt wurde. In den folgenden Absätzen wird dieses Probenet nur noch *unbehandelt* genannt. Bei der anderen Referenzprobe wurde die Oberfläche der Fügestellen mit feinem Sandpapier ohne Staubbildung [35] geschliffen und anschließend lösemittelgereinigt. Desweiteren wurden Proben erstellt, die im Bereich der Überlappungsklebung plasmabehandelt wurden. Der Plasmaaufbau ermöglichte die Variation von folgenden Parametern:

- Behandlungszeit⁴
- Leistung der Plasmaquelle
- Abstand vom Plasmakopf zur Probenoberfläche

Als Basisparameter wurden 180 W Leistung, 30 mm/s Überfahrgeschwindigkeit bei einem Überfahrvorgang (N=1) und 4,5 mm Abstand gewählt. Wenn einer der drei Parameter verändert wurde, wurden die jeweils anderen konstant gehalten. Die Behandlungszeit wurde variiert, wobei ausgewählte Parametersätze aus Abschnitt 4.2 angewendet wurden. Angefangen von einer niedrigen Behandlungszeit von 0,01 s/mm (100 mm/s; N=1) bis zu einer hohen Behandlungszeit von 0,3 s/mm (10 mm/s; N=3). Zudem wurde die Leistung der Plasmaquelle in 20 W Schritten von 100 W bis 200 W variiert. Der Abstand zur Probenoberfläche wurde in 4 mm Schritten von 4,5 mm bis 20,5 mm verändert. Die angewendeten Parameter sind in Tabelle 4.2 aufgelistet.

Tabelle 4.2.: Angewendete Parameter der plasmabehandelten Proben

Parameter	Behandlungszeit	Leistung	Abstand
variiert:	100 mm/s, 180 W, N=1	100 W	4,5 mm
	30 mm/s, 180 W, N=1	120 W	8,5 mm
	30 mm/s, 180 W, N=2	140 W	12,5 mm
	10 mm/s, 180 W, N=1	160 W	16,5 mm
	10 mm/s, 200 W, N=3	180 W 200 W	20,5 mm
konstant:	4,5 mm	30 mm/s N=1	30 mm/s N=1
		4,5 mm	180 W

4.3. Versuchsdurchführung

Die Zugscherfestigkeitsversuche wurden im Materialkundelabor am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik der HAW Hamburg bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Proben wurden beidseitig in den Einspannklemmen der Prüfmaschine fixiert und mit Sandpapier gegen Verrutschen gesichert. Während der weggesteuert

⁴Gleichung 3.1

durchgeführten Zugscherprüfung wurden kontinuierlich Kraft und Längenänderung gemessen und bis zum Bruch aufgezeichnet. Die Traversengeschwindigkeit betrug dabei konstant 0,04 mm/s. In Abbildung⁵ 4.3 ist exemplarisch einer der Versuche als Kraft-Weg-Diagramm dargestellt. Jede Kurve hat zu Beginn der Messung einen klei-



Abbildung 4.3.: Messaufzeichnung der Prüfmaschine als Kraft-Weg-Diagramm

nen Knick. In diesem Bereich ziehen sich die Beißkeile zusammen, um die Probe in der Prüfmaschine zu fixieren. Für jede Probe wurde die Bruchkraft als höchste Kraft festgehalten. Nach etwa 80 Sekunden wurde dieser Wert jeweils erreicht. Zur Vermeidung von Biegemomenten, die den Versuch negativ beeinflussen könnten, wurde auf eine fluchtende Ausrichtung der Einspannklemmen geachtet (siehe Abbildung C.3 im Anhang C). Bei den Versuchen wurden keine Dehnungsaufnehmer eingesetzt. Die Prüfsoftware konnte somit nicht zwischen den Längenänderungen in der Klebschicht und den Längenänderungen in den Fügeteilen, beziehungsweise der Prüfmaschine selbst, unterscheiden.

4.4. Ergebnisse der Zugscherfestigkeitsversuche

Während der Zugscherfestigkeitsversuche wurden alle Proben in der Prüfmaschine gebrochen. Dabei sind zwei verschiedene Brucharten aufgetreten. Die plasmabehandelten Proben sind durchgehend kohäsiv gebrochen und die unbehandelten Proben

⁵aus Prüfbericht in Anhang D

zeigen adhäsives Bruchverhalten. Die Ausprägungen der Brucharten und deren Zugscherfestigkeiten sind im Folgenden genauer erläutert.

4.4.1. Analyse der Bruchbilder

In Abbildung 4.4 sind die Bruchbilder der Proben nach der Zerstörung im Zugscherfestigkeitsversuch abgebildet. Die Bezeichnung der Bruchbilder erfolgte nach DIN EN ISO 10365. Es sind zwei Proben dargestellt, die Fügeteilpaare liegen jeweils unten und oben. Die Probe auf der linken Seite ist durch adhäsives Versagen der Klebung gebrochen. Die Klebeverbindung ist in der Grenzschicht zwischen der Klebeschicht und der Fügeteiloberfläche gebrochen. Die Klebeschicht hat sich dabei teilweise auf beiden Seiten von den Fügeteilen abgelöst (helle Bereiche). Die Probe auf der rechten Seite ist durch kohäsives Fügeteilversagen gebrochen. Die Klebeverbindung ist intakt geblieben, jedoch hat sich im CFK-Fügeteil die oberste Epoxidmatrixschicht von der obersten Schicht der Verstärkungsfaser abgelöst. In den digitalmikroskopi-

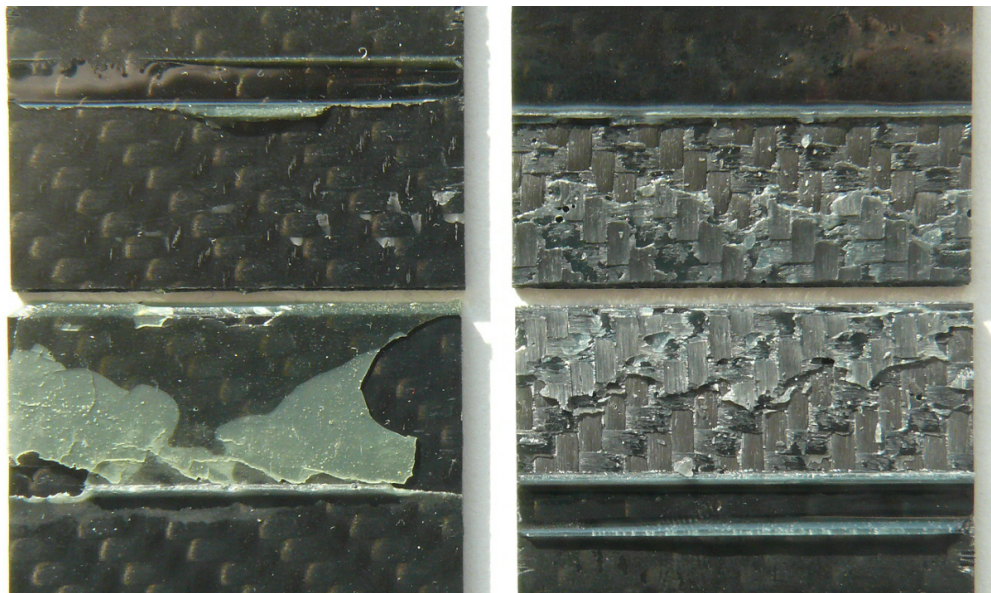
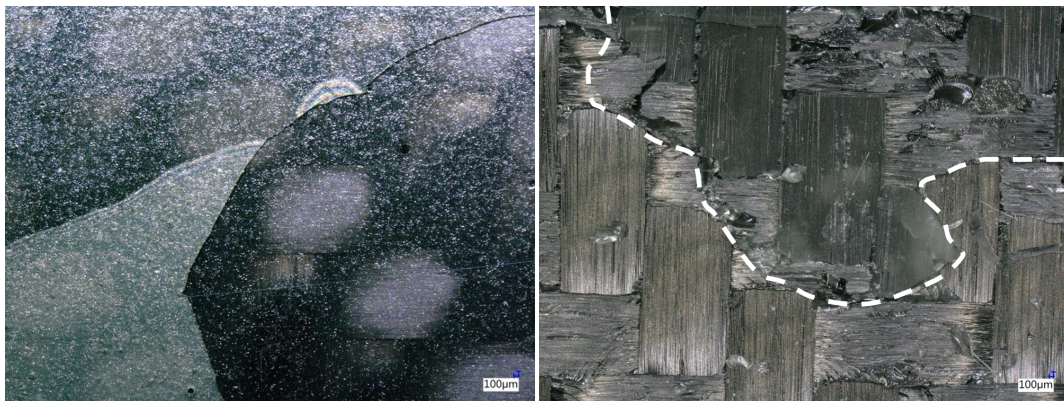


Abbildung 4.4.: Bruchbilder aus den Zugscherfestigkeitsversuchen mit Bezeichnungen nach DIN EN ISO 10365, Adhäsionsbruch (links) und kohäsives Fügeteilversagen (rechts).

schen Aufnahmen in Abbildung 4.5 können die Bruchflächen detaillierter betrachtet

werden. In Abbildung (a) wurde die Option Halbringbeleuchtung in den Mikroskopeinstellungen gewählt. Dadurch wird ein Schatten der Klebeschicht auf der adhäsiv gebrochenen Oberfläche sichtbar. Die Bruchfläche liegt genau in der Grenzschicht und eine Verletzung der Oberflächen ist nicht zu erkennen. Anders in Abbildung (b), hier wurde die oberste Epoxidschicht von den Verstärkungsfasern abgerissen. Unterhalb der weißen gestrichelten Linie sind die direkten verwebten Faserstränge zu erkennen. Oberhalb der Linie schaut der Betrachter auf einen Faserabdruck in der Epoxidmatrix. Der Faserabdruck entstammt von dem Fügeiteil auf der gegenüberliegenden Seite der Klebschicht. Zu erkennen ist dies daran, dass das regelmässige Muster der Verstärkungsstruktur unterhalb und oberhalb der weißen Linie nicht übereinstimmt. Die Ebene oberhalb der weißen Linie liegt somit etwas höher und darunter befindet sich die Klebstoffschicht mit intakter Adhäsion zu den EP-CFK-Oberflächen der Fügeiteile. Das Fügeiteil ist bei dieser Probe im Inneren gebrochen, die Klebung blieb intakt.



(a) Adhäsionsbruch

(b) Kohäsives Fügeiteilversagen

Abbildung 4.5.: Digitalmikroskopische Aufnahmen der Bruchbilder mit Bezeichnungen nach DIN EN ISO 10365

4.4.2. Zugscherfestigkeit der untersuchten Proben

Die ermittelten Bruchkräfte aus den Zugscherversuchen wurden anschließend durch die Überlappungsfläche der Klebung geteilt. Die sich ergebenden Zugscherfestigkeiten sind in Abbildung 4.6 in Form von Balkendiagrammen dargestellt. Es wurde

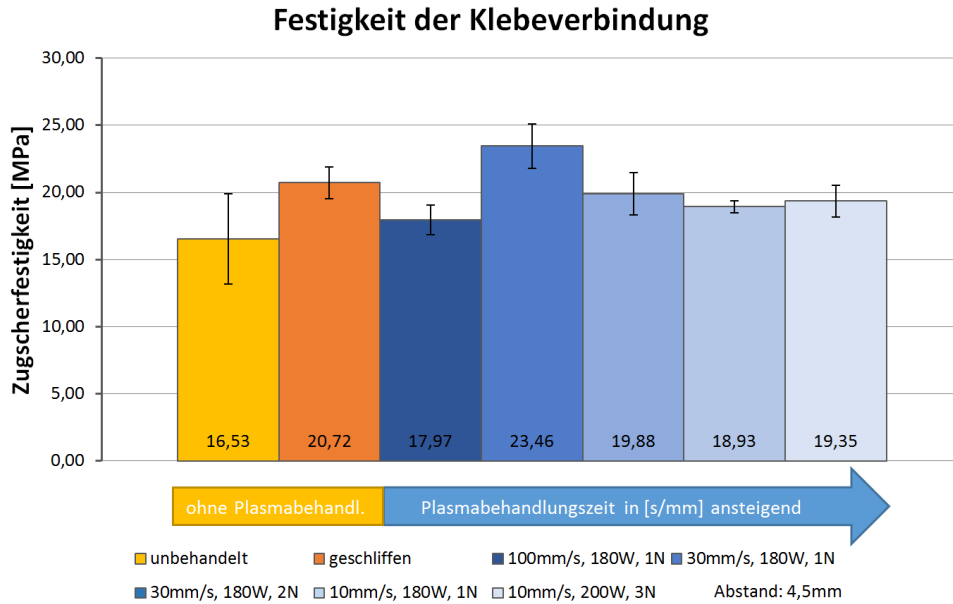
jeweils der Mittelwert aus den fünf untersuchten Proben eines Probensets berechnet. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichung an. Die unbehandelten Proben wiesen mit $(16,5 \pm 3,4)$ MPa die niedrigste Zugscherfestigkeit auf. Diese Proben waren die einzigen, die adhäsiv versagten. Die geschliffenen Proben versagten bei $(20,7 \pm 1,2)$ MPa durch kohäsive Fügeteilbrüche. Alle plasmabehandelten Proben weisen genau die gleichen kohäsiven Brüche auf und die Festigkeiten reichen von $(16,4 \pm 1,8)$ MPa bis $(23,5 \pm 1,7)$ MPa.

4.5. Auswertung

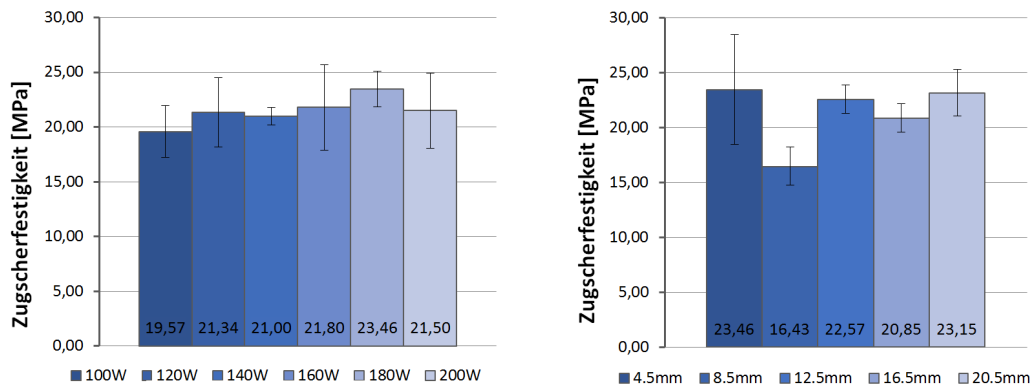
Die Versuche zeigten, dass die adhäsiven Kräfte in der Klebeschicht nach der Plasmabehandlung deutlich erhöht werden konnten. Die Adhäsion konnte bei allen plasmabehandelten Proben so weit gesteigert werden, dass der Grundwerkstoff der Fügeteile brach.

Da bei den plasmabehandelten Proben immer der gleiche Versagenstyp auftrat, kann die Zugscherfestigkeit über alle Proben gemittelt werden. Es ergibt sich damit eine Zugscherfestigkeit in den Fügeteilen zwischen der obersten Epoxid- und der ersten Faserlage, die mit $(20,56 \pm 2,73)$ MPa um 4,0 MPa höher ist als die Zugscherfestigkeit des Adhäsionsbruches der unbehandelten Probe. Durch die Plasmabehandlung wird somit eine Festigkeitssteigerung von 24,4 % erreicht. Die gemessene Festigkeit entspricht der des Fügeteils und nicht der der Klebung. Die Klebung hätte also noch höheren Zugkräften standhalten können. In dieser Kombination der verwendeten Fügeteile und des Klebstoffes könnte die Klebung mit einem anderen Klebstoff schwächer ausgelegt werden und es könnte die gleiche Kraft übertragen werden. Ein anderes Probenmaterial mit einer höheren interlamaminaren Zugscherfestigkeit kann der Parameterraum der Klebung besser untersucht werden, da die Proben hier im besten Fall bei 27,6 MPa brechen (siehe Spezifikation des Klebstoffs in Tabelle 4.1).

Zudem ist auch hier eine sehr schnelle Sättigung der EP-CFK-Oberfläche mit Sauerstoff zu erkennen. Selbst bei kürzester Bearbeitungszeit, niedrigster Leistung und weitestem Abstand des Plasmakopfes kann eine ausreichende Adhäsion durch die Klebung aufgebaut werden. Es kann demnach mit sehr niedrigen Behandlungszeiten gearbeitet werden. Behandlungsgeschwindigkeiten von über 50 mm/s und ein Be-



(a) Unbehandelte Referenzproben und plasmabehandelte Proben, welche nach der Behandlungszeit sortiert sind. Der Plasmakopf hatte einen Abstand von 4,5 mm zu der Substratoberfläche.



(b) Die Leistung wurde variiert, der Abstand (4,5 mm) und die Behandlungszeit (30 mm/s, N=1) wurden konstant gehalten.

(c) Abstand Plasmakopf zur Probenoberfläche wurde variiert, die Behandlungszeit (30 mm/s, N=1) und die Leistung (180 W) wurden konstant gehalten.

Abbildung 4.6.: Zugscherfestigkeitsmessung im Zugversuch mit einfach überlappenden Verklebungen, angelehnt an die DIN EN 1465

handlungsvorgang sind ausreichend um eine EP-CFK-Oberfläche ausreichend zu aktivieren. Der Abstand zwischen Plasmakopf und Substratoberfläche sollte möglichst klein gehalten werden, wobei ein Mindestabstand von etwa 5 mm zu empfehlen ist. Bei der Leistung der Plasmaquelle können hohe Werte gewählt werden (200). Bei ausreichender Aktivierung der Polymeroberfläche kann gegebenenfalls die Behandlungsgeschwindigkeit erhöht werden.

Kapitel 5.

Zusammenfassung und Ausblick

Für das *high luminosity* Upgrade des LHC am CERN ist das DESY in Hamburg maßgeblich an der Konzeptionierung und dem Bau von je einer Endkappe für die Spurdetektoren des CMS- und des ATLAS-Experimentes beteiligt. Bei DESY wird dafür zurzeit ein neues Detektorbaulabor aufgebaut. Für die Montage der Komponenten der Experimente sollen die Fügestellen an EP-CFK-Bauteilen für Verklebungen mit einem Atmosphärendruck-Plasma vorbehandelt werden. Die vorliegende Arbeit setzt sich intensiv mit dem Thema der Atmosphärendruck-Plasmavorbehandlung von Kunststoffklebungen auseinander und beschreibt detailliert die grundlegenden Wirkmechanismen. Zudem werden Verfahren vorgestellt, anhand derer zum einen Kontaktwinkel gemessen werden können ohne die Benutzung von speziellen Kontaktwinkelmessgeräten. Zum anderen wird ein Verfahren beschrieben, mit dem Zugschertestproben nach DIN EN 1465 hergestellt und untersucht werden können.

Die Wasserkontaktwinkelmessung konnte zeigen, dass sich das Benetzungsverhalten der EP-CFK-Oberflächen durch die Atmosphärendruckplasmabehandlung deutlich verbessern lässt. Der Wasserkontaktwinkel konnte von den ursprünglichen 62° nach der Plasmabehandlung um die Hälfte auf bis zu 31° verringert werden. Zudem wurde dokumentiert, dass eine plasmabehandelte Probe fünf Wochen gelagert werden kann, ohne dass sich die Benetzungseigenschaften wesentlich verschlechtern. Für die Endkappen des Upgrades bedeutet dieses Erkenntnis, dass die Strukturen nicht direkt nach der Plasmabehandlung weiterverarbeitet werden müssen, sondern noch eine gewisse Zeit unter sauberen Bedingungen gelagert werden können.

Anhand einer XPS-Untersuchung konnte die Oberfläche des Probenmaterials als sehr sauber identifiziert werden. Außerdem konnte ein Anstieg von sauerstoffhaltigen funktionalen Gruppen in der polymeren Grenzschicht der Füge-teile festgestellt werden.

Diese elektronegativen Carbonyl-, Carboxyl- und Hydroxidgruppen führen zur Ausbildung von Dipolen in der Grenzschicht. Diese Dipole sind dann wiederum für die verbesserten Benetzungseigenschaften der Substratoberflächen und die Ausbildung von stärkeren adhäsiven Kräften verantwortlich. Bei der Auswertung der Proben in Zusammenarbeit mit dem IFAM in Bremen konnte zudem das Knowhow aufgebaut werden, um zukünftige XPS-Daten selbst auswerten zu können. Zukünftige XPS-Analysen könnten Aufschluss darüber geben, welchen Einfluss eine Lösemittelreinigung und eine Plasmabehandlung von Füge­teilen hat, die mit einer siliziumorganischen Trennmittelschicht kontaminiert sind.

Bei den Zugscherproben konnte durch die Plasmabehandlung eine Festigkeitssteigerung von 24 % erzielt werden. Die unbehandelte Probe brach bei 16,5 MPa durch einen Adhäsionsbruch. Jede der plasmabehandelten Proben konnte der Zielsetzung einer Verbesserung der adhäsiven Festigkeit der Klebung gerecht werden. Die adhäsiven Kräfte der Klebeverbindung erwiesen sich als so stark, dass die oberste Epoxidmatrixlage des Füge­teils abbricht. Dieses kohäsive Füge­teilversagen trat bei einer Zugscherspannung von 20,6 MPa auf. Da das Füge­teil bei dieser Spannung versagte und nicht die Klebung, sind noch Festigkeitsreserven in der Klebschicht zu erwarten, die mit einem Füge­teilwerkstoff mit höherer interlamina­rer Festigkeit besser ausgeschöpft werden könnten. Es ist aber zu überlegen, welche Kräfte von den Klebeverbindungen der Detektorstrukturen übertragen werden müssen und ob der Klebstoff besser so ausgelegt werden soll, dass im Zugscherversuch ein Kohäsionsbruch in der Klebschicht auftritt.

Durch diese Arbeit konnte die Funktionalität und Arbeitsweise von Atmosphärendruck-Plasmageräten sehr gut nachvollzogen werden. Das Plasma reagiert sehr schnell mit der Polymeroberfläche und es stellt sich sehr schnell eine Sättigung der Sauerstoffaufnahme in der Grenzschicht ein. Damit führen auch Behandlungsgeschwindigkeiten von über 50 mm/s zu einer deutlichen Verbesserung des Benetzungsverhaltens und der adhäsiven Kräfte zu den Füge­teilen einer anschließenden Verklebung. Die beschriebenen Verfahren können nun auf die finalen Materialien der Detektorstrukturen angewendet werden, um diese zu testen und die Vorbehandlungsparameter für die finalen Endkappenstrukturen festzulegen.

Literaturverzeichnis

- [1] HENNING, F.: *Handbuch Leichtbau; Methoden, Werkstoffe, Fertigung*. MÜNCHEN: CARL HANSER VERLAG, 2011. ISBN 978-3-446-42267-4
- [2] REUTER, M.: *Methodik der Werstoffauswahl; 2.Auflage*. MÜNCHEN: CARL HANSER VERLAG, 2014. ISBN 978-3-446-44144-6
- [3] LANGE, J. H.: *Fertigungstechnologie für Faserverbundwerkstoffe*. HAW HAMBURG, DEPARTMENT FAHRZEUGTECHNIK UND FLUGZEUGBAU. VORLESUNGSKRIPT, FOLIENSATZ 1 (SEITE 39), 2016.
- [4] PARKER, B. M. UND WAGHORNE, R. M.: *Surface Pretreatment of Carbon-Fiber Reinforced Composites for Adhesive Bonding*. COMPOSITES, 1982.
- [5] STONE, M. H.: *Effect of the Degree of Abrasion of Composite Surfaces on the Strengths of Adhesively Bonded Joints*. INTERNATIONAL JOURNAL OF ADHESION AND ADHESIVES, 1981.
- [6] ZALDIVAR, P. J.: *The Effect of Atmospheric Plasma Treatment on the Chemistry, Morphology and Resultant Bonding Behavior of a Pan-Based Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Composite*. JOURNAL OF COMPOSITE MATERIALS, 09.09.2009.
- [7] *Bundesministerium für Bildung und Forschung*. WELTMASCHINE, DIE KLEINSTEN TEILCHEN UND GRÖSSTEN RÄTSEL DES UNIVERSUMS. SEITE 4. 2009.
- [8] WELT DER PHYSIK: *Der LHC im Überblick*. URL: <http://www.weltderphysik.de/gebiet/teilchen/experimente/teilchenbeschleuniger/lhc/lhc-im-ueberblick/> (Abgerufen: 27.04.2017).

- [9] CERN - ACCELERATING SCIENCE: *The CERN Experimental Programme*. URL: <https://greybook.cern.ch/greybook/experiment/detail?id=CMS> (Abgerufen: 27.04.2017).
- [10] SAKUMA, T.: *Detector and Event Visualization with SketchUp at the CMS Experiment*. URL: <https://inspirehep.net/record/1265221/plots> (Abgerufen: 27.04.2017).
- [11] WELT DER PHYSIK: *Der kompakte Vielzwecker: CMS*. URL: <http://www.weltderphysik.de/gebiet/teilchen/experimente/teilchenbeschleuniger/lhc/lhc-experimente/cms/> (Abgerufen: 09.04.2017).
- [12] WELT DER PHYSIK: *Der CMS-Detektor*. URL: <http://www.weltderphysik.de/gebiet/teilchen/experimente/teilchenbeschleuniger/lhc/lhc-experimente/cms/cms-detektor/> (Abgerufen: 09.04.2017).
- [13] WELT MASCHINE: *Was ist eigentlich Luminosität?*. URL: http://www.weltmaschine.de/news/ask_an_expert/21042011 (Abgerufen: 12.04.2017).
- [14] BUTLER, J.: *Technical Proposal for the Phase 2 Upgrade of the Compact Muon Solenoid*. VERÖFFENTLICHUNGS ID: CERN-LHCC-2015-010. LHCC-P-008. CMS-TDR-15-02, 2015. URL: <http://cds.cern.ch/record/2020886/files/LHCC-P-008.pdf> (Abgerufen: 30.04.2017).
- [15] MUSSGILLER, A.: *Das Upgrade des CMS Spurdetektors für den HL-LHC*. ABENDVORTRAG: KITE-STAMMTISCH, 24.09.2015.
- [16] LUMB, N.: *Endcap mechanics and cooling for the CMS tracker Phase 2 upgrade*. FORUM ON TRACKING DETECTOR MECHANICS. NIKHEF, AMSTERDAM. 15.06.2015.
- [17] DESY INFORM: *DESY baut um für den LHC-Umbau*. FEBRUAR 2016.
- [18] HABENICHT, G.: *Kleben - Grundlagen, Technologien, Anwendungen; 6. Auflage*. BERLIN, HEIDELBERG: SPRINGER-VERLAG, 2009. ISBN 978-3-540-85264-3

- [19] LAKE, M.: *Oberflächentechnik in der Kunststoffverarbeitung - Vorbehandeln, Beschichten, Bedrucken, Funktionalisieren, Prüfen; 2. Auflage*. MÜNCHEN: CARL HANSER VERLAG, 2016. ISBN 978-3-446-44675-5
- [20] IHDE, J.; FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR FERTIGUNGSTECHNIK UND ANGEWANDTE MATERIALFORSCHUNG IFAM BREMEN: *Pre-treatment of CFRP for improved adhesive bonding performance*. VORTRAG AUF DEM FORUM ON TRACKING DETECTOR MACHANICS, 23-25.11.2016 IN BONN.
- [21] ETTEMEYER, A.: *Konstruktionselemente, Kapitel 4: Kleben*. HOCHSCHULE FÜR ANGEWANDTE WISSENSCHAFTEN MÜNCHEN, FAKULTÄT 06 - FEINWERK- UND MIKROTECHNIK, PHYSIKALISCHE TECHNIK VORLESUNGSSKRIPT, 2010.
- [22] DEUTSCHE NORM: *Klebstoffe - Bestimmung der Zugscherfestigkeit von Überlappungsklebungen, DIN EN 1465*. NORMENAUSSCHUSS MATERIALPRÜFUNG (NMP) IM DIN DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V., 2009.
- [23] SCHÜRMAN, H.: *Konstruktion mit Faser-Kunststoff-Verbunden; 2. Auflage*. BERLIN, HEIDELBERG: SPRINGER-VERLAG, 2007. ISBN 978-3-540-72189-5
- [24] GÖGGEL, D. UND SCHUE, A.: *Trends in der Mikroskopie: Wie viel "Digital" brauchen Sie wirklich?*. LEICA MICROSYSTEMS, 2011.
- [25] HABENICHT, GERD: *Kleben - erfolgreich und fehlerfrei; 6. Auflage*. WIESBADEN: VIEWEG+TEUBER VERLAG, 2012. ISBN 978-3-8348-1585-9
- [26] DUTSCHK, V.: *Oberflächenkräfte und ihr Beitrag zu Adhäsion und Haftung in glasfaserverstärkten Thermoplasten (Dissertation)*. DRESDEN, TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN, 2000.
- [27] KRÜSS - ADVANCING YOUR SURFACE SCIENCE. *Drop Shape Analyser - DSA100* URL: <https://www.kruss.de/de/produkte/kontaktwinkel/dsa100/drop-shape-analyzer-dsa100/> (Abgerufen: 25.04.2017).
- [28] THERMO SCIENTIFIC XPS: *What is X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)?*. URL: <http://xpssimplified.com/whatisxps.php> (Abgerufen: 08.02.2017).

- [29] KUZMANY, H.: *Festkörperspektroskopie: Eine Einführung*. BERLIN, HEIDELBERG: SPRINGER-VERLAG, 1989. ISBN 3-540-51043-5
- [30] DEUTSCHE NORM: *Klebstoffe - Bezeichnung der wichtigsten Bruchbilder, DIN EN ISO 20365*. NORMENAUSSCHUSS MATERIALPRÜFUNG (NMP) IM DIN DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V., 1995.
- [31] SURFX TECHNOLOGIES - THE BONDING EXPERTS. URL: <http://www.surfxtechnologies.com/> (Abgerufen: 21.04.2017).
- [32] KEYENCE - MIKROSKOPE. URL: <http://www.keyence.de/products/microscope/index.jsp> (Abgerufen: 21.04.2017).
- [33] CARBON-WERKE WEISSGERBER GMBH + Co KG - GESCHÄFTSBEREICH CARBON-TECHNIK: *CFK-Platten*. URL: <http://www.carbon-vertrieb.com/carbon-technik/cfk-platten/index.html> (Abgerufen: 27.03.2017).
- [34] WEISSGERBER, I.: persönliche Kommunikation vom 16.11.2016, Carbon-Werke Weißgerber GmbH + Co KG.
- [35] IHDE, J.: persönliche Kommunikation vom 04.11.2016, IFAM Bremen.
- [36] EHLERS, J. H. (2016): persönliche Kommunikation vom 07.12.2016, Münch Chemie International GmbH.
- [37] THERMO SCIENTIFIC XPS: *XPS Reference - Table of Elements, XPS Knowledge Base*. URL: <http://xpssimplified.com/periodictable.php> (Abgerufen: 08.04.2017).
- [38] THERMO SCIENTIFIC XPS: *Carbon*. URL: <http://xpssimplified.com/elements/carbon.php> (Abgerufen: 13.04.2017).
- [39] THERMO SCIENTIFIC XPS: *Silicon*. URL: <http://xpssimplified.com/elements/silicon.php> (Abgerufen: 20.03.2017).
- [40] IHDE, J.: persönliche Kommunikation vom 16.02.2017, IFAM Bremen.
- [41] GUSCHL, P. C.: *Atmospheric Plasma Surface Modification of Medical Plastics*. IEEE XPLORE - DIGITAL LIBRARY, 2008.

- [42] AERONTEC: *Mikon W64+ Water Based Release Agent*. URL: <https://www.aerontec.co.za/product/mikon-w64-water-based-release-agent/> (Abgerufen: 21.04.2017).
- [43] HENKEL: *LOCTITE EA 9396 AERO*. URL: <http://na.henkel-adhesives.com/product-search-1554.htm?nodeid=8797801152513> (Abgerufen: 12.010.2016).
- [44] C3 PROZESS- UND ANALYSETECHNIK GMBH: *Thinky Are-250 - Mischen und Entgasen ohne Vakuum in einem Arbeitsschritt*. URL: <http://www.c3-analysentechnik.de/hersteller/are-250-2/> (Abgerufen: 21.04.2017).
- [45] GLEICH ALUMINIUM: *G.AL Präzisionsplatten*. URL: <https://gleich.de/de/produkte-kategorie/gussplatten-praezisionsplatten/> (Abgerufen: 21.04.2017).
- [46] R UND G - FASERVERBUNDWERKSTOFFE: *Trennspray TRS*. URL: <http://shop1.r-g.de/art/165105> (Abgerufen: 28.04.2017).
- [47] ZWICK/ROELL. URL: <https://www.zwick.com/> (Abgerufen: 21.04.2017).
- [48] DEUTSCHE NORM: *Strukturklebstoffe - Leitlinien für die Oberflächenbehandlung von Metallen und Kunststoffen vor dem Kleben, DIN EN 13887*. NORMENAUSSCHUSS MATERIALPRÜFUNG (NMP) UND NORMENAUSSCHUSS KUNSTSTOFFE (FNK) IM DIN DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V., 2003.

Abbildungsverzeichnis

1.1. Bedeutung und Gewichteinsparpotential von Leichtbauwerkstoffen . . .	2
1.2. Der Large Hadron Collider, aus [7]	4
1.3. Der CMS Detektor inklusive Substrukturen, aus [10]	6
1.4. Schematische Darstellung von Signalen im CMS Detektor [12]	7
1.5. Schematischer Aufbau des zukünftigen Silizium Spurdetektors [14] . . .	7
1.6. Schematische Darstellung des Doppelscheibenaufbaus [15]	8
1.7. CAD-Modell der Halbscheibe mit den zwei Sensormodultypen, aus [16]	10
2.1. Schematische Darstellung des ADP-Verfahrens, nach [18]	13
2.2. Kohäsion und Adhäsion an einer Klebeverbindung, nach [21]	14
2.3. Einteilung der Klebstoffe, aus [18]	16
2.4. Epoxidharz mit der endständigen Epoxidgruppe, aus [18]	17
2.5. Schema der Vernetzungsreaktion von Epoxidharzklebstoffen, aus [18] .	18
2.6. Bezeichnung der wichtigsten Bruchbilder, nach [30]	20
2.7. Gebräuchliche Gewebefestbindungen von Faserhalbzeugen, aus [23]	22
2.8. Chemischer Aufbau von Dimethylpolysiloxan, aus [18]	23
2.9. Benetzungsverhalten von Klebstoffen auf Fügeiteiloberflächen, aus [25]	25
2.10. Liegender Tropfen mit Kräftegleichgewicht, nach [19]	25
2.11. Der Photoemissionseffekt einer XPS-Oberflächenanalyse, nach [28, 29]	28
3.1. Lineartisch mit Trägerrahmen	30
3.2. Mikroskopischer Aufbau	31
3.3. Messung des Wasserkontaktwinkels	32
3.4. Wasserkontaktwinkel mit unterschiedlicher Behandlungszeit	34
3.5. Alterungsuntersuchung einer plasmabehandelten CFK-Probe	35
3.6. Übersichtsspektrum der XPS-Messung	37
3.7. XPS-Spektrum der C1s-Region	38

Abbildungsverzeichnis

4.1. Klebvorrichtung zum Verkleben der zugeschnittenen CFK-Platten.	43
4.2. Technische Zeichnung zur Herstellung der Zugtestproben	45
4.3. Messaufzeichnung der Prüfmaschine als Kraft-Weg-Diagramm	48
4.4. Bruchbilder aus den Zugscherfestigkeitsversuchen	49
4.5. Digitalmikroskopische Aufnahmen der Bruchbilder	50
4.6. Zugscherfestigkeitsmessung mit einfach überlappenden Verklebungen	52
C.1. Teilweiser Delaminierbruch einer Zugscherprobe	66
C.2. Universal Zugtestmaschine im Materialkundelabor	67
C.3. Schertestproben nach Bruch in Prüfmaschine	68

Tabellenverzeichnis

3.1. Behandlungszeiten der untersuchten Proben	32
3.2. XPS-Doppelmessungen an zwei Proben	37
3.3. Untersuchung des Kohlenstoffpeaks im XPS-Spektrum	38
3.4. Position von Siliziumpeaks im XPS-Spektrum, aus [39]	39
4.1. Eigenschaften des Klebstoffs im unausgehärteten und ausgehärteten Zustand	42
4.2. Angewendete Parameter der plasmabehandelten Proben	47
B.1. Typische Parameter zum Mischen von 2K-Klebstoffen	65

Anhang A.

Oberflächenbehandlungsverfahren

Vorbehandlungsverfahren von Substratoberflächen zur Verbesserung der Adhäsion von Verklebungen. Die folgende Auflistung der Verfahren wurde dem Buch *Kleben - Grundlagen, Technologien, Anwendung* von G. Habenicht [18] und dem Buch *Oberflächentechnik in der Kunststoffverarbeitung* von M. Lake [19] und dem Vortrag von Herrn Ihde vom Fraunhofer IFAM in Bremen auf dem *Forum on Tracking Detector Mechanics 2016* in Bonn [20] entnommen.

- Mechanische Oberflächenvorbehandlung
 - Entfettung der Oberfläche mit Lösemittel
 - Aufrauen der Oberfläche durch Bürsten, Schmirgeln oder Strahlen
 - Abreißgewebetechniken
 - CO_2 -Schnee-Strahlen
 - Vakuumstrahlen
- Physikalische Oberflächenvorbehandlung
 - Niederdruckplasma
 - Atmosphärendruckplasma
 - Beflammen
 - Laser-Vorbehandlung
 - Ionenätzen, Sputtern

- Chemische Oberflächenvorbehandlung
 - Beizlösungen
 - Gasphasenfluorierung
 - Sulfonierung
 - Ozonisierung

Anhang B.

Tabellen mit Zusatzinformationen

Tabelle B.1.: Typische Parameter zum Mischen von 2K-Klebstoffen bei einer Gesamtmasse von 15 g

	Zeit [min]	Geschwindigkeit [min^{-1}]
Mischen	5	1100
Entgasen	3	1400

Anhang C.

Abbildungen



Abbildung C.1.: Teilweiser Delaminierbruch einer Zugscherprobe. Die oberste Verstärkungsfaserlage mit dem Körpergewebe ist teilweise herausgebrochen und hat das darunterliegende unidirektionale Gewebe freigelegt. Dabei kamen Schussfäden (weiß) zum Vorschein, der Faserbündel des Faserhalbzeuges vor der Aushärtung des Laminates in Position hält. Dieser Bruch war unter den Versuchen im Rahmen dieser Arbeit einzigartig.



Abbildung C.2.: Universal Zugtestmaschine im Materialkudelabor am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik der HAW Hamburg.

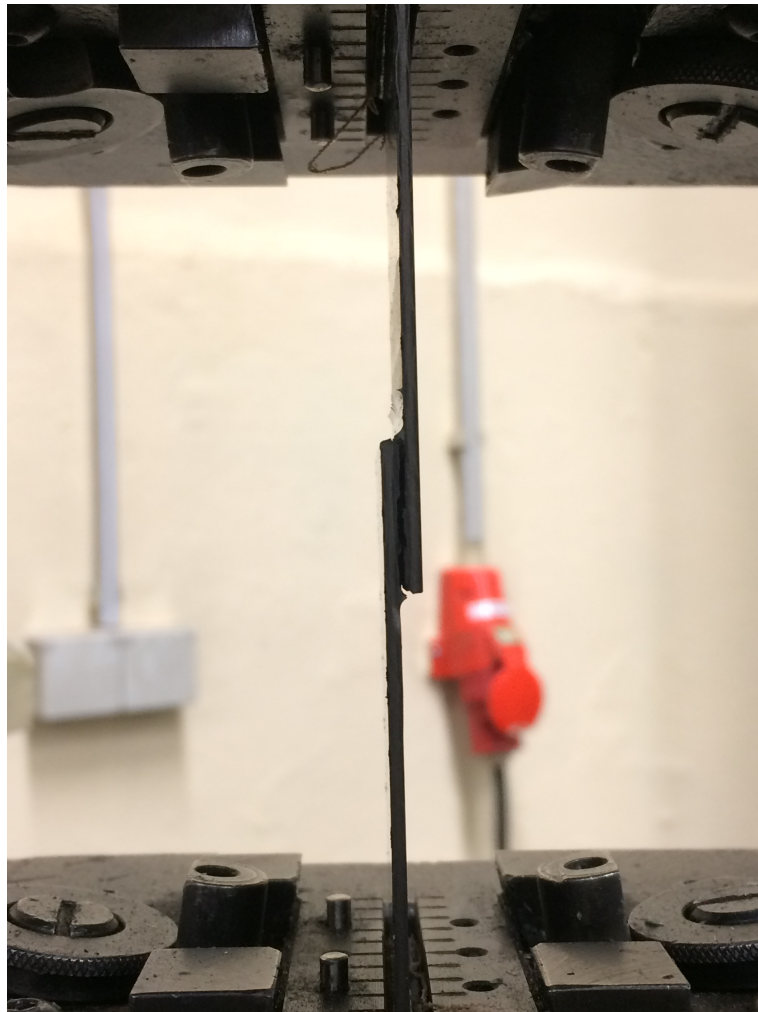


Abbildung C.3.: Schertestproben nach Bruch in Prüfmaschine

Anhang D.

Datenblätter und Zeichnungen

Broschüre der Plasmaquelle:



A Precision Mechatronics Company

Atomflo™ 400S Atmospheric Plasma System

Plasma for advanced materials

Applying an electric field to a gas produces an ionized gas (plasma), with applications in:

- Surface activation or modification
- Chemical grafting
- Sterilizing surfaces
- Etching polymers
- Vaporizing materials and coating them onto surfaces at high speed

Atmospheric plasma—safe, versatile

Advancing beyond vacuum, atmospheric plasma can be easily incorporated into process lines to enhance manufacturing outcomes.

Surfx Technologies' Atomflo™ solutions are:

- **Clean**—breakthrough technology is clean room compatible
- **Flexible**—multiple plasma source form factors
- **Fast**—highest reactive species density



Safe to use - low temperature and non-conductive plasma



Atomflo™ 400S controller unit

Atomflo™ 400S

The introduction of Surfx Technologies' Atomflo™ 400 series brought high-speed atmospheric plasma solutions to many industries:

- Semiconductor manufacture
- MEMS
- Aerospace composites
- Pharmaceutical and biomedical
- Solar
- Metals and plastics

The **new Atomflo™ 400S** provides an enhanced atmospheric plasma facility:

- Improved **RF tuning** system
- All new **modular control** system
- **Remote PC application** for monitoring and recipe configuration
- Improved **recipe management**

ENABLING ADVANCED MATERIALS

Broschüre der Plasmaquelle:

Atomflo™ 400S Features

Remote PC software

The Atomflo™ 400S introduces a PC-based application that provides quick access to data and increased functionality.

Monitoring and control

Enhanced system configuration and operation:

- Real-time monitoring of system inputs and performance
- Real-time graphical display of selected parameters
- Set system operating parameters
- Simplified system configuration
- Remote control of plasma generation



Recipe management

The Atomflo™ 400S allows you to create and store up to 10 plasma recipes in the controller's memory. You can save a recipe with a descriptive name, and easily select it for later use. The recipes store:

- RF power level
- Primary and secondary gas flow rates



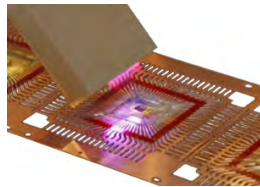
System alarms and data logging

The PC software allows you to configure system monitoring parameters:

- Set Warning and Stop limits for power, head temperature and gas flowrates
- Set plasma head and gas types
- Enable system locks and alarms
- Set data logging parameters
- View data log
- Extract logged data

Broschüre der Plasmaquelle:

Features and specifications



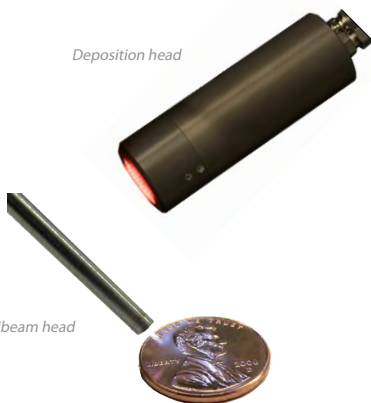
Key plasma properties

Item	Specifications
Breakdown voltage, V_B	170 V
Electron density, n_e	10^{11} - 10^{12} cm^{-3}
Electron temperature, T_e	17400 K (1.5 eV)
Neutral gas temperature, T_n	335-475 K
Reactive atom density, eg n_o	10^{16} - 10^{17} cm^{-3} (≤ 1.0 vol.%)

1" and 2" linear heads



Deposition head



Minibeam head

New modular control system

The system contains redesigned electronics:

- High performance microcontroller (32 bit 24 MHz ARM)
- Enhanced real-time control
- Field upgradeable firmware
- Supports 24V industrial I/O
- Continued support of the legacy Atomflo 400 interface

Improved RF tuning system

Atomflo™ 400S system enhancements allow faster and more accurate RF tuning:

- Advanced algorithm for faster tuning and plasma start-up
- Reflectometer-based tuning optimization
- Finer control of tuning motor allows more accurate tuning
- Can switch plasma head types in the field

System technical specifications

Item	Specifications
Dimensions (W x D x H)	521 x 521 x 203 mm (20.5 x 20.5 x 8.0")
Weight	Approximately 27 kg (60 lb)
Electrical supply	110-240 VAC, 50-60 Hz, 700W
Maximum RF power	200 W $\pm 10\%$
Operating pressure range	25-40 psig $\pm 10\%$
Primary gas	Helium
Secondary gas	Oxygen, Nitrogen, Hydrogen Carbon Dioxide, Nitrous Oxide
Supported plasma sources	1" and 2" linear heads Deposition head Minibeam head

Broschüre der Plasmaquelle:

www.premecha.com
www.surfextechnologies.com

About Us

Precision Mechatronics Pty Ltd

Australian owned and operated, Precision Mechatronics provides custom-designed, custom-built and fully installed automation solutions for many industries and environments:

- Semiconductor Packaging and Test Systems
- Research and Development
- Telecommunications
- Photonics
- Automotive
- Mining
- Pharmaceutical
- Medical and Life Sciences
- Test and Measurement
- Food and Beverage

Surfex Technologies LLC

Acquired by Precision Mechatronics in 2011, Surfex Technologies has over 25 years' experience in plasma and surface chemistry.

Its high-speed atmospheric plasma technology can be used to treat microelectro-mechanical systems (MEMS), microfluidics, semiconductors, solar cells, medical devices, sensors, plastics and composites.

Australia - Head Office

Precision Mechatronics
44-48 Waterloo Rd
North Ryde NSW 2113
Australia

Ph: +61 2 8875 1200
sales@premecha.com

Taiwan

No.18, Gongyequ 7th Rd
Xitun Dist.
Taichung City, 407
Taiwan (R.O.C.)

Ph: +886 4 23590966

USA

Surfex Technologies
2631 Manhattan Beach Blvd
Redondo Beach
CA 90278 USA

Ph: +1 310 558 0770
sales@surfextechnologies.com

Doc no: 10-100-30-170 Rev: 01 16 Aug 2012

INTEGRATION, AUTOMATION, PROTOTYPES & REPLICATION

Bedienungsanleitung der Plasmaquelle:

Oskar Reichelt

DESY CMS

Nov. 2016

Plasma Surface Treatment – Atomflo 400S

@ building 43a

To do–list to assemble setup:

1. You have to be at least two persons to operate the plasma (safety).
2. Switch the air detector on, it needs some time to be active.
3. Plug in multi-way connector of plasma tower and switch it on.
4. Take gas bottles and connect pressure regulator to them.
5. Take the plasma head out of the drawer and connect it to the linear stage.
6. Switch the plasms source on (lower left corner).
7. Purge the plasma head for 30 sec by pushing the “purge button”.
8. Stop purging by pushing the button again (the screen always shows you what the system status of the device).
9. Now you can start the plasma treatment by pushing the “start button”. It takes some seconds till the process runs, the device purges again automatically.
10. Turn the power off when the plasma source is not in use for more than 30 minutes.
11. You can change the power and gas flow like it is shown in the following table. If you need more information, read the manual in the drawer.

Power (W)	He Flow (l/min)	O2 Striking Flow* (l/min)	Allowable O2 Flow* (l/min)
100	30	0.20	0.15-0.25
110	30	0.25	0.20-0.30
120	30	0.30	0.25-0.35
130	30	0.35	0.30-0.40
140	30	0.45	0.40-0.50
150	30	0.55	0.50-0.60
160	30	0.60	0.55-0.65
170	30	0.75	0.70-0.80
180	30	0.80	0.75-0.85
190	30	0.90	0.85-0.95
200	30	0.95	0.90-1.00

Bedienungsanleitung der Plasmaquelle:

Oskar Reichelt

DESY CMS

Nov. 2016

Not to do-list:

1. Do not operate if the device is damaged!
2. Do not over tighten gas connections!
3. Do not place any fittings in the line or constrict the flow in any way to plasma source!
4. The RF cable is critical! The cable length and construction is fixed at the Factory and cannot be substituted.
5. Never operate the plasma without first purging!
6. Do not change the recommended run conditions. A minimum oxygen flow is required for a stable discharge.
7. Use caution when handling the plasma source as it becomes hot while in use!
8. Never detach the plasma source while the system is in use. The plasma source can only be safely changed when the power has been switched off.
9. For a given power setting, the Atomflo must be operated within the allowable oxygen flow range.

To do-list to demount setup:

1. If the plasma treatment has finished close both gas bottles.
2. Push the purge button and purge the gas line until there is no pressure on the manometer of the pressure regulator.
3. Now you can switch off the plasma device and demount the pressure regulators from the gas bottles. The pressure regulators are stored in the drawer and the gas bottles are stored in the cave outside building 43.
4. Unplug the multi-way connector of plasma tower and leave everything cleaned.

Determination of the capacity of gas bottles:

The following formula is used as a rough estimate:

Rest capacity [l] = rest pressure [bar] x bottle volume

If the He bottle, which has a size of 10 liter, is at a pressure of 60 bar you have a rest capacity of 600 liter Helium in the gas bottle.

The Plasma device consumes 30 liter helium per minute. With 600 liter you can operate the plasma device approximately 20 minutes.

Datenblatt des Klebstoffes:



Technical Process Bulletin

LOCTITE EA 9396 AERO Epoxy Paste Adhesive (KNOWN AS Hysol EA 9396)

INTRODUCTION

LOCTITE EA 9396 AERO is a low viscosity, room temperature curing adhesive system with excellent strength properties at temperatures from -67°F to 350°F (-55°C to 177°C). LOCTITE EA 9396 AERO has a shelf life of one year when stored @ 77°F/25°C for separate components. Qualified to MMM-A-132, Rev A, Type 1, Class 3.

FEATURES

- Low Viscosity
- Room Temperature Cure
- Room Temperature Storage
- High Strength at Low and High Temperatures

Uncured Properties

	<u>Part A</u>	<u>Part B</u>	<u>Mixed</u>
Color	Blue	Purple	Green to Dark Purple
Viscosity @ 77°F	700 Poise	0.9 Poise	35 Poise
Brookfield, HBT	Spdl 4 @ 10 rpm	Spdl 1 @ 100 rpm	Spdl 1 @ 20 rpm
Viscosity @ 25°C	70 Pa·S	0.09 Pa·S	3.5 Pa·S
Brookfield, HBT	Spdl 4 @ 2.1 rad/s	Spdl 1 @ 10.5 rad/s	Spdl 1 @ 2.1 rad/s
Density (g/ml)	1.17	0.98	1.14
Shelf life			
@ <40°F/4°C	1 year	1 year	
@ <77°F/25°C	1 year	1 year	

This material will normally be shipped at ambient conditions, which will not alter our standard warranty, provided that the material is placed into its intended storage upon receipt. Premium shipment is available upon request.

Handling

Mixing - This product requires mixing two components together just prior to application to the parts to be bonded. Complete mixing is necessary. The temperature of the separate components prior to mixing is not critical, but should be close to room temperature (77°F/25°C).

<u>Mix Ratio</u>	<u>Part A</u>	<u>Part B</u>
By Weight	100	30

Note: Volume measurement is not recommended for structural applications unless special precautions are taken to assure proper ratios.

Pot Life (100 gram mass) 120 minutes @77°F/25°C
Method - ASTM D2471 in water bath.



Datenblatt des Klebstoffes:



Technical Process Bulletin

LOCTITE EA 9396 AERO
Epoxy Paste Adhesive
 (KNOWN AS Hysol EA 9396)

Application

Mixing - Combine Part A and Part B in the correct ratio and mix thoroughly. THIS IS IMPORTANT! Heat buildup during or after mixing is normal. Do not mix quantities greater than 450 grams as dangerous heat buildup can occur causing uncontrolled decomposition of the mixed adhesive. TOXIC FUMES CAN OCCUR, RESULTING IN PERSONAL INJURY. Mixing smaller quantities will minimize the heat buildup.

Applying - Bonding surfaces should be clean, dry and properly prepared. For optimum surface preparation consult the LOCTITE Surface Preparation Guide. The bonded parts should be held in contact until the adhesive is set. Handling strength for this adhesive will occur in 24 hours @ 77°F/25°C, after which the support tooling or pressure used during cure may be removed. Since full bond strength has not yet been attained, load application should be small at this time.

Curing - This adhesive may be cured for 3 to 5 days @ 77°F/25°C to achieve normal performance. Accelerated cures of 1 hour @ 150°F/66°C may be used.

Cleanup - It is important to remove excess adhesive from the work area and application equipment before it hardens. Denatured alcohol and many common industrial solvents are suitable for removing uncured adhesive. Consult your supplier's information pertaining to the safe and proper use of solvents.

Bond Strength Performance

Tensile Lap Shear Strength

Tensile lap shear strength tested per ASTM D1002 after curing as shown below. Adherends are 2024-T3 Bare aluminum treated with phosphoric acid anodized per ASTM D3933.

Test Temperature °F/°C	Typical Results					
	Cure 5 days @ 77°F/25°C		Cure 1 hr @ 150°F/66°C		Cure 30 min @ 180°F/82°C	
	psi	MPa	psi	MPa	psi	MPa
-67/-55	3,300	22.8	3,300	22.8	3,500	24.1
77/25	3,500	24.1	4,000	27.6	4,000	27.6
180/82	3,200	22.0	3,300	22.8	3,300	22.8
300/149	1,800	12.4	1,800	12.4	1,900	13.1
350/177	1,250	8.6	1,200	8.3	1,200	8.3

Peel Strength

Bell Peel strength tested per ASTM D3167 after curing for 5 days @ 77°F/25°C. Adherends are 2024-T3 Bare aluminum treated with phosphoric acid anodized per ASTM D3933.

Test Temperature °F/°C	Typical Results	
	lb/in	N/25mm
77/25	25	111
180/82	20	89



Datenblatt des Klebstoffes:



Technical Process Bulletin

LOCTITE EA 9396 AERO
Epoxy Paste Adhesive
(KNOWN AS Hysol EA 9396)

Service Temperature

Service temperature is defined as that temperature at which this adhesive still retains 1000 psi/6.9 MPa using test method ASTM D1002 and is approximately 350°F/177°C.

Bulk Resin Properties

Tensile Properties - tested using 0.125 inch/3.18 mm castings per ASTM D638. Adhesive cure 5 days @ 77°F/25°C and 1 hour @ 200°F/93°C.

	<u>psi</u>	<u>MPa</u>
Tensile Strength @ 77°F/25°C	8,000	35.2
Tensile Modulus @ 77°F/25°C	400,000	2,750
Elongation at Break @ 77°F/25°C	3.4%	

Electrical Properties - tested per ASTM D149, D150.

	<u>0.1 KHz</u>	<u>1.0 KHz</u>	<u>10.0 KHz</u>
Dielectric Constant	4.17	4.12	3.97
Dissipation Factor	0.006	0.017	0.031

Volume Resistivity	2.14 x 10 ¹⁵ (ohm-cm)
Surface Resistivity	3.17 x 10 ¹⁴ (ohm)
Thermal Conductivity	5.01 x 10 ⁻⁴ (cal/sec x cm x deg C)
Coefficient of Thermal Expansion (Alpha)	70.7 µm/m°C @ 40°C
	108.0 µm/m°C @ 100°C
Shore D Hardness, @77°F/25°C	80

Handling Precautions

Do not handle or use until the Material Safety Data Sheet has been read and understood.
For industrial use only.

DISPOSAL INFORMATION

Dispose of spent remover and paint residue per local, state and regional regulations. Refer to HENKEL TECHNOLOGIES MATERIAL SAFETY DATA SHEET for additional disposal information.

PRECAUTIONARY INFORMATION

General:

As with most epoxy based systems, use this product with adequate ventilation. Do not get in eyes or on skin. Avoid breathing the vapors. Wash thoroughly with soap and water after handling. Empty containers retain product residue and vapors so obey all precautions when handling empty containers.



Datenblatt des Klebstoffes:

LOCTITE

Technical Process Bulletin

LOCTITE EA 9396 AERO
Epoxy Paste Adhesive
(KNOWN AS Hysol EA 9396)

PART A

CAUTION! This material may cause eye and skin irritation or allergic dermatitis. It contains epoxy resins.

PART B

WARNING! This material causes eye and skin irritation or allergic dermatitis. It contains amines.

Before using this product refer to container label and HENKEL TECHNOLOGIES MATERIAL SAFETY DATA SHEET for additional precautionary, handling and first aid information.

Note

The data contained herein are furnished for information only and are believed to be reliable. We cannot assume responsibility for the results obtained by others over whose methods we have no control. It is the user's responsibility to determine suitability for the user's purpose of any production methods mentioned herein and to adopt such precautions as may be advisable for the protection of property and of persons against any hazards that may be involved in the handling and use thereof. In light of the foregoing, **Henkel Corporation specifically disclaims all warranties expressed or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, arising from sale or use of Henkel Corporation's products. Henkel Corporation specifically disclaims any liability for consequential or incidental damages of any kind, including lost profits.** The discussion herein of various processes or compositions is not to be interpreted as representation that they are free from domination of patents owned by others or as a license under any Henkel Corporation patents that may cover such processes or compositions. We recommend that each prospective user test his proposed application before repetitive use, using this data as a guide. This product may be covered by one or more United States or foreign patents or patent applications.

Rev. 7/2013

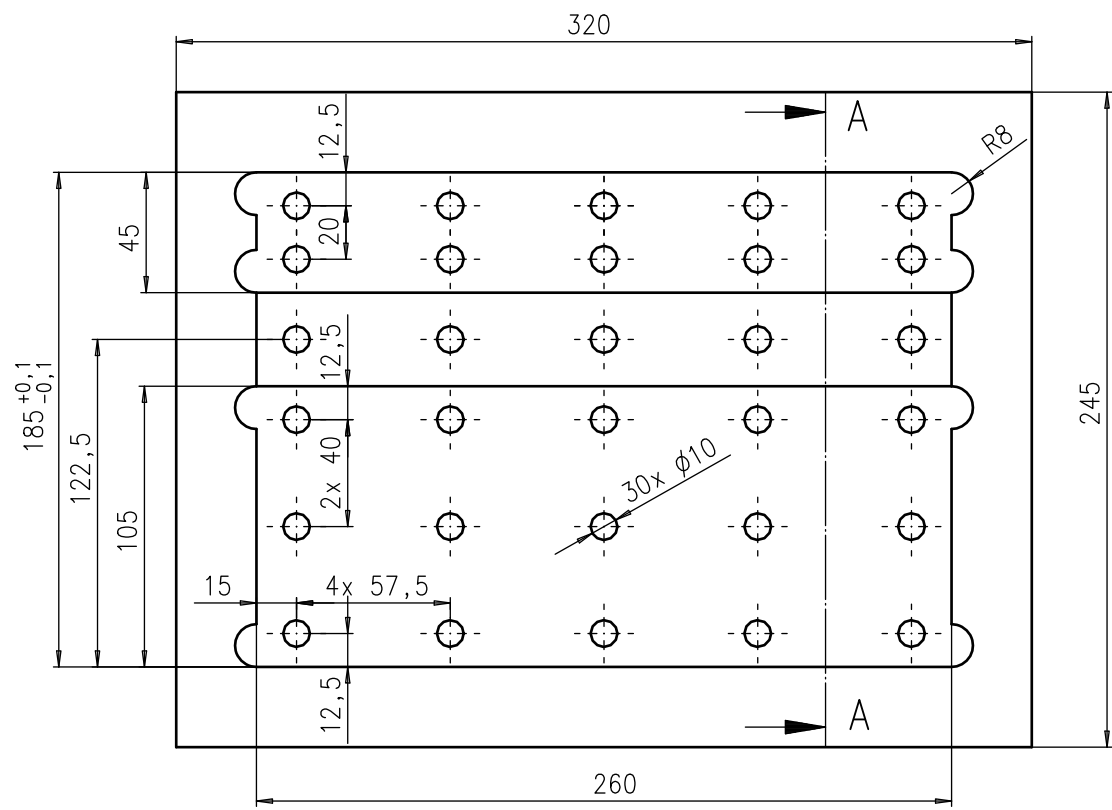
Henkel Corporation Aerospace | 2850 Willow Pass Road | Bay Point, CA 94565
PHONE: +1.925.458.8000 | FAX: +1.925.458.8030 | www.henkel.com/aerospace

Trademark usage

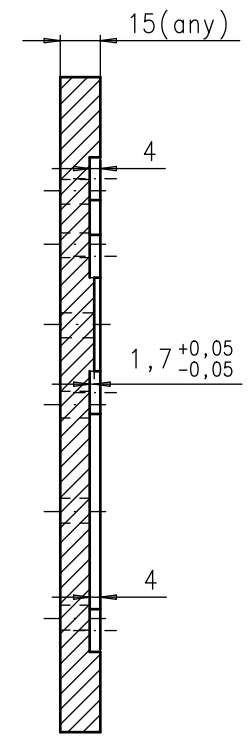
Except as otherwise noted, all trademarks in this document are trademarks of Henkel Corporation in the U.S. and elsewhere. ® denotes a trademark registered in the U.S. Patent and Trademark Office.

The data contained herein are furnished for information only and are believed to be reliable. We cannot assume responsibility for the results obtained by others over whose methods we have no control. It is the user's responsibility to determine suitability for the user's purpose of any production methods mentioned herein and to adopt such precautions as may be advisable for the protection of property and of persons against any hazards that may be involved in the handling and use thereof. In light of the foregoing, **Henkel Corporation specifically disclaims all warranties expressed or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, arising from sale or use of Henkel Corporation's products. Henkel Corporation specifically disclaims any liability for consequential or incidental damages of any kind, including lost profits.** The discussion herein of various processes or compositions is not to be interpreted as representation that they are free from domination of patents owned by others or as a license under any Henkel Corporation patents that may cover such processes or compositions. We recommend that each prospective user test his proposed application before repetitive use, using this data as a guide. This product may be covered by one or more United States or foreign patents or patent applications.



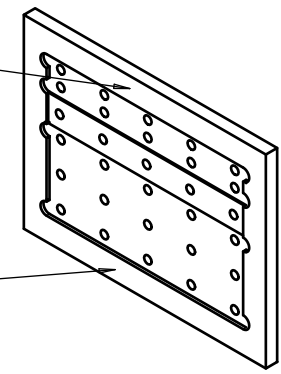


Section A-A:



add two handles

second handle here



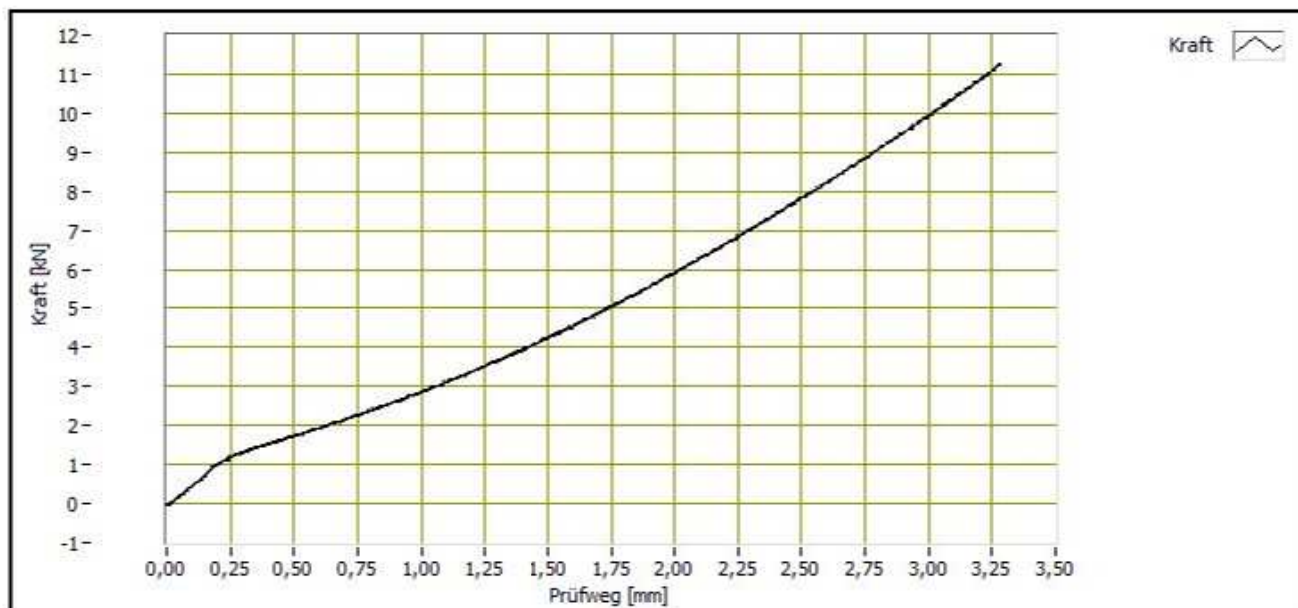
produce 2x

Projekt / PROJECT DAF		Arbeitspaket / WORKPACKAGE Plasma Studies		Gruppe / GROUP CMS	Ers. für / REPLACES	Ers. durch / REPLACED BY O. Reichelt	
Gewicht / WEIGHT		Halzeug / SEMIFINISHED PRODUCT			Werkstoff / MATERIAL Al		Format/SIZE A3
Gewicht		Al Casting Plate			Titel / TITLE Bonding Jig Lab Scheer Assemblies		
Allg. Toleranzen / GENERAL TOLERANCES ISO 2768 ISO 13920		Toleranzklasse / TOLERANCE CLASS mK		Maßstab / SCALE 1:2 (1:5)		Teil-ID / PART-ID	
Tolerierungsgrundsatz / FUNDAMENTAL TOLERANCING PRINCIPLE ISO 8015		Oberflächenkenngrößen / ISO 1302 SURFACE TEXTURE 4287, 4288		Datum/DATE 06.01.2017		Name / NAME O. Reichelt	
© DESY. DESY behält sich alle Rechte vor. Schutzvermerk ISO 16016 beachten. Für Rückfragen bitte an -TI- wenden. Tel. +49-40-8998-3675. © DESY. ALL RIGHTS RESERVED. PREFERRED TO PROTECTION NOTICE ISO 16016. FOR FURTHER ENQUIRIES PLEASE CONTACT -TI- TEL. +49-40-8998-3675.		Gedr. REV.		Frei. REL.		Gen. APR.	
		Dokument-Nr. / DOCUMENT NO. Z_YY_XXXX_Z_XXX		Blatt 1 SHEET von OF 1		Zchnng.-ID DRAW. -ID	
		Rev. REV.		Ver. VER.		Status STATUS	



Dateiname:

plasma_T1-3.ZDV_006



Prüfmodul	Zug-Druck Versuch
Bezeichnung	Scherversuch Reichelt
Prüfer	Master
Startzeit	30.01.2017 10:10
Stopzeit	30.01.2017 10:11
Prüfdauer	00:00:01:25 [dd:hh:mm:ss]
Status	Brucherkennung: relativer Kraftabfall erkannt

Auswertung	Kraft_MIN [kN]	Kraft_MAX [kN]	Prüfweg_MIN [mm]	Prüfweg_MAX [mm]
	-0,05	11,27	0,00	3,28

