

Detektion von Kissing Bonds in geklebten Bauteilen mittels der Methode des nichtlinearen Ultraschalls

Mike KORNELY¹, Julian EHRLER¹, Igor SOLODOV¹, Marc KREUTZBRUCK¹ ¹ Institut für Kunststofftechnik, Universität Stuttgart, Stuttgart

Kontakt E-Mail: marc.kreutzbruck@ikt.uni-stuttgart.de

Kurzfassung. Als Kissing Bonds werden Defekte in Klebverbindungen bezeichnet, die durch eine schlechte Anhaftung des Klebstoffs auf dem Substrat entstehen. Diese Defekte führen zu einem adhäsiven Versagen der Klebstoffverbindung. Da Kissing Bonds im Vergleich zu anderen typischen Defekten, wie Risse oder Lunker kein geometrisches Volumen haben und es so keine neue Grenzfläche im Vergleich zum defektfreien Bereich gibt, sind sie mit konventionellen ZfP-Verfahren meist gar nicht oder in Einzelfällen nur sehr schwierig zu detektieren.

In dieser Arbeit wurden Kissing Bonds an Aluminiumsubstraten mit Epoxidund Silikonklebstoffsystemen reproduzierbar hergestellt. Zur Herstellung wurde ein PTFE-Trockenschmierspray verwendet, das zu einem komplett adhäsiven Versagen der Klebverbindung führt. Eine Methode die für den Nachweis von Kissing Bonds geeignet ist, ist die Methode des nichtlinearen Ultraschalls. Die niedrigen Anhaftungskräfte zwischen Klebstoff und Substrat führen zu einer ausgeprägten Nichtlinearität, während Bereiche mit guter Anhaftung zu einer niedrigen Nichtlinearität führen. Zum grundsätzlichen Nachweis wurde ein Laser-Doppler-Vibrometer genutzt, der die, durch einen Piezoshaker erzeugten Schwingungen auf der Prüfkörperoberfläche misst. Die Messungen zeigen eine stark erhöhte Amplitude der höher Harmonischen im Bereich der Kissing Bonds.

Einführung

Aufgrund ihrer hohen gewichtsspezifischen Steifigkeit und Festigkeit gewinnen Leichtbauwerkstoffe wie Faserkunststoffverbunde (FKV) in einer Vielzahl von Technologiesektoren zunehmend an Bedeutung Darüber [1]. hinaus eröffnen Mischbauweisen aus Metall und FKV in der Automobilindustrie, im Bereich der Luftfahrt Industriezweigen Möglichkeiten sowie weiteren neue. innovative für die Produktentwicklung. Hierbei sind angepasste Fügeverfahren essentiell, um die Vorteile des jeweiligen Werkstoffs optimal ausnutzen zu können. Klebungen bieten hierfür als Fügeverfahren eine homogene Spannungsverteilung und Kraftübertragung und verbinden darüber hinaus unterschiedlichste Werkstoffgruppen. Das zeigt sich auch im seit Jahren steigenden Umsatz in der Klebstoffindustrie (vgl. Abb. 1) [2].





Abb. 1: Umsatz der Klebstoffindustrie in Deutschland von 2008 bis 2021 [2]

In den Herstellungsprozessen geklebter Bauteile sind Defekte die den Verbund beeinflussen, trotz qualitätssichernden Maßnahmen, oftmals nicht zu vermeiden [3]. Eine Reihe üblicher Defekte im Klebstoff wie Poren, Risse, Benetzungsfehler oder Fehler im Füge-teil (vgl. Abb. 2), lassen sich mittels Computertomografie (CT) oder Ultraschall bereits sehr gut detektieren und analysieren.



Abb. 2: Schematische Darstellung von unterschiedlichen Defekten in Klebverbindungen

Defekte im Adhäsionsbereich, wie Kissing Bonds oder Weak Bonds, sind mittels konventioneller zerstörungsfreier Prüfverfahren stark erschwert bis nahezu unmöglich nachzuweisen. Anhaftungsfehlern zwischen Substratoberfläche und Klebstoffmatrix, sogenannten Kissing Bonds, sind besonders problematisch aufgrund der Tatsache, dass sie sich äußerlich betrachtet nicht von optimal ausgeführten Klebungen unterscheiden. Bei Kissing Bonds handelt es sich um nicht haftende Kontakte ohne Kraftübertragung, jedoch mit geschlossener Grenzfläche. Die Klebung versagt an diesen Kontaktstellen in der Regel bei geringsten Belastungen. Weak Bonds bezeichnen ebenfalls Bereiche mit nicht vorhandener Haftung, wobei lokal an vereinzelten Stellen eine gute Haftung auftritt. Bislang sind zerstörungsfreie Prüfungen an Klebverbindungen über Verfahren wie Shearografie [4] oder Thermografie [5], aber auch mittels CT oder Ultraschall möglich [6, 7]. Nachteilig sind hierbei jedoch die komplexe Ergebnisinterpretation und Empfindlichkeit gegenüber Umgebungseinflüssen (bspw. bei der Shearografie) sowie die lediglich qualitativen Ergebnisse der Verfahren [8, 9], sowie ein zusätzlicher Kostenfaktor. Darüber hinaus existiert bislang kein zerstörungsfreies Prüfverfahren mit welchem die Qualität der Adhäsion und Kohäsion von Klebverbindungen charakterisiert werden kann bzw. lokal variierende Adhäsionsbedingungen detektiert werden können [10]. Diese Lücke soll durch die ganzheitliche Untersuchung eines akustischen Verfahrens aus dem Anwendungsgebiet der zerstörungsfreien Prüfung geschlossen werden. Die Weiterentwicklung der Prüfmethoden des nichtlinearen Ultraschalls soll weiterhin für die Prüfung von Klebverbindung von der Herstellung bis zum "end-of-life" validiert werden, um dem steigenden Bedarf an Verfahren zur Qualitätssicherung von Klebverbindungen gerecht zu werden.

Ein zerstörungsfreies Verfahren, das fertigungsbedingte Defekte im Bauteil und im Klebverbund an einer beliebigen Stelle aufzeigt und darüber hinaus die Qualität der Klebung

abbildet bzw. mögliche Alterungsvorgänge detektierbar macht, wird zudem das Vertrauen in die Klebtechnik, besonders auch bei sicherheitsrelevanten Klebungen, deutlich steigern.

1. Stand der Technik

In ersten Untersuchungen [11] konnte mit der Methode des nichtlinearen Ultraschalls Bereiche mit einer schlechten Adhäsion an Klebverbindungen aus dem Luftfahrtbereich nachgewiesen werden. Die Methode des nichtlinearen Ultraschalls basiert auf der Ausbildung von höher harmonischen Schwingungen bei Anregung mit einem konstanten Sinussignal. Wird ein Bauteil mit einer Sinusschwingung angeregt, schwingt das Bauteil zusätzlich zur angeregten Grundfrequenz auch mit höher harmonischen Schwingungen, deren Frequenz einem Vielfachen der Grundfrequenz entspricht. Untersuchungen haben gezeigt, dass in Bereichen mit schlechter Adhäsion der Anteil an höher harmonischen Schwingungen, im Vergleich zu Bereichen mit guter Anhaftung, erhöht ist (vgl. Abb. 3) [11].



Abb. 3: Prinzip des nichtlinearen Ultraschalls und Messung an einem Bauteil

Die Anregung der Bauteile kann auf unterschiedliche Arten erfolgen. Möglich sind z. B. Anregungen mittels Piezoelementen, piezoelektrischer Shaker, Ultraschallsonotroden oder berührungslos mittels Lautsprecher. Die Reaktion des Bauteils auf diese Anregung kann an der Bauteiloberfläche z.B. mittels scannendem Laser-Doppler-Vibrometer (LDV) punktweise detektiert werden. Jeder Punkt auf der Oberfläche schwingt unterschiedlich bzgl. der Amplitude und Frequenz. Das Schwingungsverhalten eines jeden Punktes setzt sich aus mehreren Sinusschwingungen mit unterschiedlichen Frequenzen und Amplituden zusammen. Diese messtechnisch erfassbare und überlagerte Schwingung kann über eine Fast-Fourier-Transformation (FFT) in mehrere Sinusschwingungen der entsprechenden Frequenz bzw. Amplitude zurückgerechnet werden, sodass sich das Schwingungsspektrum jedes Punkts ergibt. Die Funktionsweise des Laser-Doppler-Vibrometers basiert auf dem optischen Interferenzprinzip und ist vereinfacht in Abb. 4 gezeigt. Ein Laserstrahl wird mittels Strahlteiler in einen Mess- und einen Referenzstrahl aufgeteilt. Der Messstrahl wird auf der schwingenden Bauteiloberfläche reflektiert, wodurch eine Phasenverschiebung resultiert. Vor dem Detektor wird der Referenzstrahl und der Messstrahl überlagert und es entstehen konstruktive und destruktive Interferenzen, wodurch die Schwingungsamplitude am Bauteil bestimmt werden kann. Mit modernen Laservibrometern sind so Amplituden im Subnanometerbereich messbar.



Abb. 4: Vereinfachter Aufbau und Messprinzip eines Laser-Doppler-Vibrometer

2. Versuchsaufbau und Durchführung

Um das Verfahren des nichtlinearen Ultraschalls untersuchen zu können, müssen Prüfkörper mit definierten Adhäsionsdefekten hergestellt werden. Die reproduzierbare Herstellung von Kissing Bonds ist hierbei keinesfalls trivial, weshalb im Rahmen des Forschungsprojektes die Herstellung von Verbundprüfkörpern vom Institut für Füge- und Schweißtechnik (ifs) der Universität Braunschweig durchgeführt wurde. Ein gängiges Verfahren zur Erzeugung von Kissing Bonds ist die Maskierung der Substratoberfläche einer der beiden Fügeteile mit einem Trennmittel [3, 12]. Hierbei gilt es ein mögliches Migrieren des eingesetzten Trennmittels in den zu verwendenden Klebstoff zu verhindern, was bevorzugt bei Silikonklebstoffen auftreten kann – insbesondere wenn das Trennmittel silikonbasiert ist. Da als Versuchswerkstoffe ein zweikomponentiges (2K) Silikon (DOWSIL™ EA-2626) sowie ein ebenfalls zweikomponentiges (2K) Epoxidharzsystem (3MTM Scotch-WeldTM DP490) untersucht wurden, fand als Trennmittel ein PTFE-Trockenschmierspray Verwendung. Als Substratmaterial wurden Aluminiumbleche der Legierung EN AW-6082 gewählt. Um eine reproduzierbare Erzeugung von Kissing Bonds nachzuweisen wurden einfach überlappte Zugscherproben (EZS) nach DIN EN 1465 hergestellt. Um im ersten Arbeitsschritt ein reproduzierbares Einbringen von Kissing Bonds zu überprüfen, wurde eine zerstörende Charakterisierung der Prüfkörper an quasistatischen Zugscherversuchen durchgeführt. Hierfür wurden Prüfkörper mit PTFE-Trockenschmierspray und Prüfkörper ohne eingebrachte Fehlstelle untersucht. Der Fokus lag bei der Auswertung auf dem Erscheinungsbild der Bruchbilder sowie der Gewährleistung der Reproduzierbarkeit von Anhaftungsfehlern im Adhäsionsbereich. Das PTFE-Trockenschmierspray wurde verwendet, weil ein vorher genutztes PTFE-Öl während des Aushärtevorgangs aus der Fügezone ausgetreten ist und so keine homogene Defekterzeugung gewährleistet werden konnte.

Nachdem erfolgreich die Erzeugung von Kissing Bonds mittels der Applikation von PTFE-Trockenschmierspray nachgewiesen werden konnte, erfolgte die Herstellung von Verbundprüfkörpern zur Prüfung mittels nichtlinearem Ultraschall. Hierfür wurden die in Abb. 5 schematisch dargestellten Verbundprüfkörper I und II geklebt, unter Verwendung des 2K Silikonklebstoffes sowie des 2K Epoxidharzes. Als Substratmaterial fand hier ebenfalls Aluminium EN AW-6082 Verwendung. Die Herstellung dieser Prüfkörper ist notwendig, weil die Geometrie auf die Prüfaufgabe (Positionierung der Anregungsquelle und den direkten Vergleich von Gut- und Schlechtbereich) angepasst wurde, sodass anschließend eine optimale Vermessung mittels LDV möglich ist.



Abb. 5: Prüfkörpergeometrie I überlappte Zugscherprobe und Prüfkörpergeometrie II Vergleichsprobe mit Kissing Bond in Epoxidklebstoff und Silikonklebstoff

Der Verbundprüfkörper I ist als überlappte Klebung ausgeführt, wobei ein Drittel der Klebfläche mit einem PTFE-Film versehen ist. Dies dient der Überprüfung, ob es einen klar erkennbaren Übergang zum Bereich des Anhaftungsfehlers gibt oder ob eher eine graduelle Verlaufsform vorliegt. Eine örtliche Trennung zwischen einer fehlerfreien i.O.-Klebung (i.O. = in Ordnung) sowie einer n.i.O.-Klebung (n.i.O. = nicht in Ordnung) wurde mit dem Verbundprüfkörper II realisiert. Hierbei sind bei der n.i.O-Klebung ca. 90 % der geklebten Fläche mit einem PTFE-Film benetzt worden, wobei ein seitlich angeordneter Streifen ohne PTFE-Film eine Anhaftung des obenliegenden Substrates gewährleisten soll.

Die Untersuchung an den Prüfkörpern wurde mittels scannendem Laser-Doppler-Vibrometer (Polytec 300 von Polytec GmbH, Waldbronn) durchgeführt. Dabei wurde als Anregung ein piezoelektrischer Vakuumshaker der Firma isi-sys GmbH, Kassel, genutzt. Als Anregungssignal wurde ein 20 kHz Sinussignal von einem Generator für arbiträre Wellenformen (HP 33120A von isi-sys GmbH, Kassel) sowie ein Verstärker (HVA B100 von isi-sys GmbH, Kassel) verwendet. Hierbei resultiert eine 50 – 60 V Amplitude für den Vakuumshaker.

3. Ergebnisse und Diskussion

Aufgrund der durchgeführten quasistatischen Zugscherversuche an mit 2K Silikon sowie 2K Epoxidharz geklebten EZS mit einseitig auf der Substratoberfläche aufgetragenem Film aus PTFE-Trockenschmierspray konnte erfolgreich die Erzeugung von Kissing Bonds nachgewiesen werden. Nachfolgend sind in Abb. 6 die Ergebnisse aus der zerstörenden Charakterisierung der EZS mit dem 2K Silikon dargestellt. Neben den ermittelten Spannungs-Weg-Verläufen sind ebenfalls die Bruchbilder der geprüften Proben mit dem dazugehörigen Verschmutzungsgrad dargestellt. Der Verschmutzungsgrad bezieht sich hierbei auf die Menge des applizierten PTFE-Trockenschmiersprays in mg pro mm² Substratoberfläche.

Wie in Abb. 6 zu erkennen ist, konnten bei den Proben eins bis drei erfolgreich Kissing Bonds an mit 2K Silikon geklebten EZS hergestellt werden. Die gemessenen Zugscherspannungen sind signifikant reduziert gegenüber den bestimmten Referenzwerte, welche im Bereich von 1,3 MPa bis 1,4 MPa liegen (hier nicht dargestellt). Bei den Proben vier und fünf kam es zur Ausbildung von Weak Bonds mit stark verminderter Adhäsion und entsprechend abgeschwächten Spannungs-Weg-Verläufen sowie teilweiser Anhaftung des 2K Silikons am Substrat im mittigen Bereich der Überlappung. Die gemessenen Spannungs-Weg-Verläufe sind von ihrer prinzipiellen Verlaufsform her vergleichbar mit den in der Arbeit von Jeenjitkaew [3] gemessenen Verläufen an erzeugten Weak Bonds. Vermutlich hängt bei der Verwendung von PTFE-Trockenschmierspray die Ausprägung von Kissing Bonds von einem minimal notwendigen Verschmutzungsgrad ab. Jedoch ist dieser aktuell schwer abschätzbar, da der Verschmutzungsgrad von Kissing Bonds (3,07E-03 mg/mm²) bzw. Weak Bonds (2,98E-03 mg/mm²) sehr eng beieinanderliegt.



Abb. 6: Zugversuche mit an Prüfkörpern (EZS) mit 2K Silikon und PTFE-Trockenschmierspray

In den nachfolgenden Bildern sind Ergebnisse aus den Messungen mittels Laser-Doppler-Vibrometer gezeigt. In Abb. 7 werden Messungen an der Prüfkörpergeometrie I mit dem Epoxidharzsystem gezeigt. Die Amplitude ist in diesem Fall farbcodiert aufgetragen, wobei grün für Bereiche mit niedriger Amplitude und rot für Bereiche mit hoher Amplitude steht. Zu sehen ist das Schwingungsverhalten bei der Anregungsfrequenz von 20 kHz sowie bei den höher Harmonischen (80 kHz, 140 kHz und 200 kHz). Die Bereiche der Klebverbindung mit und ohne Kissing Bond unterscheiden sich nicht voneinander.





Abb. 7: Prüfkörper I mit Epoxidharz bei der Grundfrequenz 20 kHz und den Harmonischen (80 kHz, 140 kHz und 200 kHz)

In Abb. 8 sind Messungen am Silikonklebstoffsystem an Prüfkörper II zu sehen. Wie bei den Epoxidharzklebstoffen ist bei der Anregungsfrequenz von 20 kHz kein Unterschied zwischen der Fläche mit und ohne Kissing Bond zu erkennen. Betrachtet man die höher Harmonischen ist zu erkennen, dass die Amplitude bei der Klebfläche mit Kissing Bond erhöht ist. Diese Beobachtung lässt sich auch bei den hier nicht gezeigten anderen höher Harmonischen erkennen. Die Ergebnisse an Prüfkörper I und Prüfkörper II könnten auch mit dem anderen Klebstoffsystem validiert werden, sodass der Nachweis für die Machbarkeit der Methode des nichtlinearen Ultraschalls von der Geometrie und vom Klebstoffsystem unabhängig ist.



Abb. 8: Prüfkörper II mit Silikonklebstoff bei der Grundfrequenz 20 kHz und den Harmonischen (60 kHz, 100 kHz und 140 kHz)

Fazit

Im Rahmen dieser Arbeit konnte in einem ersten Schritt die reproduzierbare Erzeugung von Adhäsionsfehlern in Klebverbindungen, durch Verwendung von PTFE-

Trockenschmierspray realisiert werden. Mit der Methode des nichtlinearen Ultraschalls konnte ein Nachweis dieser, mit konventionellen zerstörungsfreien Prüfverfahren schwer zu detektierenden Defekte, erreicht werden. Die Prüfmethode erzielte hierbei bei einem Silikonklebstoff und einem Epoxidharzsystem gute Ergebnisse.

In Zukunft soll die Untersuchung an Realbauteilen realisiert werden. Außerdem soll die Methode bzw. die im Bauteil auftretenden Effekte weiter untersucht werden, um so ein besseres Verständnis der Prüfmethode zu entwickeln. Aktuell existieren noch viele Einflussfaktoren auf die Prüfergebnisse, die noch nicht komplett verstanden sind. Daher sollen diese analysiert werden, um die Prüfmethode zu etablieren und so eine Überführung in die Industrie zu realisieren.

Danksagung

Dieses Forschungs- und Entwicklungsprojekt wird mit Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) innerhalb der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) gefördert.

Weiterer Dank gilt dem Projektbegleitenden Ausschuss für die hilfreichen Diskussionen sowie die Bereitstellung von Versuchsmaterialien.

Referenzen

Literatur

[1] BONTEN, C. Kunststofftechnik. Einführung und Grundlagen. 3., aktualisierte Auflage. München: Hanser, 2020. ISBN 9783446465381.

[2] STATISTISCHES BUNDESAMT. Beschäftigte und Umsatz der Betriebe im Verarbeitenden Gewerbe: Deutschland, Jahre, Wirtschaftszweige [online].

[3] JEENJITKAEW, C. und F.J. GUILD. The analysis of kissing bonds in adhesive joints [online]. International Journal of Adhesion and Adhesives, 2017, 75, 101-107. ISSN 01437496. Verfügbar unter: doi:10.1016/j.ijadhadh.2017.02.019

[4] TU KASSEL, FORSCHUNGSVEREINIGUNG DVS - DEUTSCHER VERBAND FÜR SCHWEIßEN UND VERWANDTE VERFAHREN E.V. IGF 18709 N, 1. April 2015 - 31. Juli 2017.

[5] IFS TU BRAUNSCHWEIG. AiF/ZIM (KF2012203JT9), 1. Oktober 2009 - 30. September 2011.

[6] BASTIEN EHRHART, BERND VALESKE, CHARLES-EDOUARD MULLER, CLEMENS BO-CKENHEIMER, Hg. Methods for the Quality Assessment of Adhesive Bonded CFRP Structures -A Resumé, 2010.

[7] J. PRAGER ET AL., Hg. Anwendung geführter US-Wellen für die Prüfung von Klebeverbindungen, DGZfP-Jahrestagung, Potsdam, 2014.

[8] IFS TU BRAUNSCHWEIG. Einsatz der Thermographie zur zerstörungsfreien Prüfung von Clinchverbindungen. IGF 14890 BG, 1. August 2006-31. Juli 2008.

[9] IFS TU BRAUNSCHWEIG. Zerstörungsfreie Prüfung von Klebverbindungen mittels der ultraschallangeregten Thermographie. IGF 13249 N, 1. April 2002-31. März 2004.

[10] ZHUANG, Y., F. KOPSAFTOPOULOS und F.-K. CHANG. Bondline Integrity Monitoring of Adhesively Bonded Structures via an Electromechanical Impedance Based Approach. In: Structural Health Monitoring 2015: Destech Publications.

[11] SOLODOV, I. und M. KREUTZBRUCK. Monitoring of Bonding Quality in CFRP Composite Laminates by Measurements of Local Vibration Non-linearity. In: Structural Health Monitoring 2019. Lancaster, PA: DEStech Publications, Inc, 2019. ISBN 978-1-60595-601-5.

[12] CSP. BORGERS ET AL., Hg. Mechanical proper-ties of aluminum- Mechanical properties of aluminium silicone adhesive joints under the effect of tenside contamination, 2nd International Conference on Advanced Joining Processes, 2021, Sintra, Portugal.